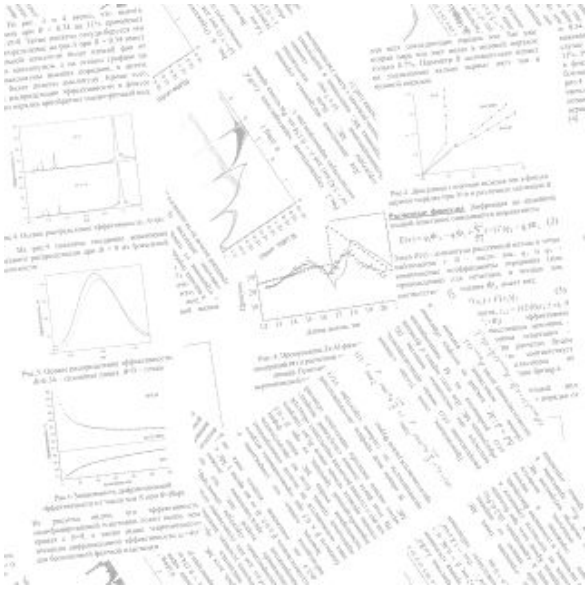
Рентгеновская оптика – 2014



Доклады конференции

г. Черноголовка, 6-9 октября 2014

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов
Российской академии наук

2014

Конференция
«Рентгеновская оптика — 2014»
г. Черноголовка, 6-9 октября 2014 г.

Организатор конференции

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов
Российской академии наук (ИПТМ РАН, г. Черноголовка)

При поддержке

Российской Академии Наук
Российского Фонда Фундаментальных Исследований

Комитет по проведению конференции

Председатель: Рощупкин Д.В., ИПТМ РАН
Ученый секретарь: Иржак Д.В., ИПТМ РАН
Ответственный секретарь: Казьмирук Л.А, ИПТМ РАН
Григорьев М.В., ИПТМ РАН

Программный комитет

Аристов В.В., ИПТМ РАН, Черноголовка
Салащенко Н.Н., ИФМ РАН, Н.Новгород
Чукалина М.В., ИПТМ РАН, Черноголовка
Бушуев В.А., МГУ, Москва
Суворов Э.В., ИФТТ РАН, Черноголовка

Программа конференции

- рентгеновская кристаллооптика
- многослойная оптика для рентгеновского и экстремального ультрафиолетового диапазона
- технология изготовления элементов рентгеновской оптики
- применение рентгеновской оптики для исследования микро- и наноструктур
- рентгеновская литография
- рентгеновская микроскопия и томография
- новые методы исследования микро- и наноструктур с использованием синхротронных и лабораторных источников рентгеновского излучения

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов Российской академии наук
142432, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д. 6, Московская обл., Россия
Тел.: (496)5244058
e-mail: x-ray@iptm.ru
web: http://purple.iptm.ru/xray

СОДЕРЖАНИЕ

О.В. Петрова, С.В. Некипелов, А.М. Объедков, Б.С. Каверин, Н.М. Семенов, С.А. Гусеев, К.В. Кремлев, В.Н.Сивков
NEXAFS- исследования гетерокомпозита MWCNT/(пиролитический Cr)..... 7

Прун В.Е., Чукалина М.В., Николаев Д.П., Бузмаков А.В., Асадчиков В.Е.
Алгебраический метод реконструкции на базе быстрого преобразования Хафа в компьютерной томографии: свойства и применение. 10

С.М. Кузнецов, И.И. Снигирева, В.А. Юнкин, А.А. Снигирев
Анализ влияния технологических погрешностей изготовления на оптические свойства преломляющих рентгеновских линз..... 13

Ю.О. Волков, И.В. Кожевников
Анализ проблемы неоднозначности в модельных и безмодельных подходах к решению обратной задачи рефлектометрии..... 15

Д.В. Рощупкин, О.А. Плотицына, L. Ortega, I. Zizak
Визуализация поверхностных акустических волн на источнике синхротронного излучения BESSY II..... 16

И.И. Лятун, А.Ю. Гойхман, П.А. Ершов, И.И. Снигирева, А.А. Снигирев
Влияние внутренней структуры бериллия на свойства рентгеновских элементов 19

Д.В. Казаков
Влияние латеральной модуляции компонентного состава СР на распределение интенсивности рассеяния вблизи узла обратной решетки..... 21

И.М. Шмытько, Г.Р. Ганеева
Влияние сферичности рентгеновских волн на определение структуры поликристаллов с кристаллитами в промежуточной области между нано- и микро-размерами. На примере определения структуры YBO3 24

Д.А. Золотов, В.Е. Асадчиков, И.С. Беседин, А.В. Бузмаков, А.Э. Волошин, Ф.Н. Чуховский, Ю.Л. Иунин, И.А. Смирнова
Восстановление трехмерных РТТ-изображений и исследование полей деформации вокруг дислокаций в кристаллах кремния..... 28

А.Ю. Гойхман, И.И. Лятун, П.А. Ершов, И.И. Снигирева, А.А. Снигирев, В.В. Горлевский, А.А. Семенов, М.С.Шевердяев, В.О.Колецкий
Высокопористый наноберилий для подавления спекла рентгеновского излучения 29

В.А. Бушуев, А. И. Франк
Групповое время задержки при отражении волн от многослойных структур и мнимые парадоксы в нейтронной и рентгеновской оптике..... 31

Салащенко Н.Н., Скороходов Е.В., Щербаков А.В., Чхало Н.И.
Двухкоординатный детектор рентгеновского излучения 34

В. Г. Кон
Диагностика дефектов рентгеновской преломляющей линзы и фазовая проблема..... 37

В.А. Бушуев, А. И. Франк, Г. В. Кулин
Динамическая теория дифракции нейтронов на движущейся решетке 40

С. И. Колосов, В. И. Пунегов
Динамическая теория дифракции рентгеновских лучей в латерально ограниченном кристалле 43

А. В. Карпов
Динамическая теория рассеяния жесткого рентгеновского излучения на многослойной дифракционной решетке 46

Д. В. Иржак, Д. В. Рощупкин
Дифракция рентгеновского излучения на Х-срезе монокристалла Ca3TaGa3Si2O14, промодулированного поверхностной акустической волной 49

Е.А.Вишняков, Е.Н.Рагозин, А.Н.Шатохин
Использование VLS решётки для создания стигматического спектрометра высокого разрешения на область длин волн 11 – 30 нм..... 52

И.Л. Шульпина, В.А Козлов, Ф.Ю. Солдатенков
Исследование многослойных эпитаксиальных структур на основе Si и GaAs методами рентгеновской топографии..... 55

Д.В. Рощупкин, О.А. Плотицына, L. Ortega, I. Zizak
Исследование процесса распространения поверхностных и псевдоповерхностных акустических волн в упорядоченных и неупорядоченных кристаллах семейства лантангаллиевого силиката..... 58

Д.В. Рощупкин, О.А. Плотицына, Д.В. Иржак, Е.В. Емелин, L. Ortega
Исследование пьезоэлектрических и акустических свойств кристалла Ca3NbGa3Si2O14 63

М.А.Андреева, A. Gupta, G. Sharma, S. Kamali, K. Okada, Y. Yoda
Исследование структуры и магнитного упорядочения в пленке [Fe/Cr]n методом ядерно-резонансной рефлектометрии..... 68

А. Снигирев
Когерентная преломляющая рентгеновская оптика для источников 3-го и 4-го поколения..... 71

В.Н.Сивков, С.В. Некипелов, О.В. Петрова, А.Ф. Ломов
Комплиментарность методов рентгеновской спектроскопии и дифракции при изучении наноструктурированных систем 73

Б.С. Рощин, П. Алексеев, В.Е. Асадчиков, Д. Бессас, А.В. Бузмаков, А.В. Буташин, Г. Х. Вилле, А. Данилевский, А.Н. Дерябин, А. Джафари, А. Муслимов, И.А. Прохоров, И. Сергеев, А. Сесилия, С. Станков, Ю. Хартвиг, Р.П. Херманн, А. Чумаков
Лабораторная и синхротронная рентгеновская топография высокосовершенных кристаллов лейкосапфира для изготовления рентгенооптических элементов..... 76

Вишняков Е.А., Забродин И.Г., Каськов И.А., Пестов А.Е., Салащенко Н.Н., Щербаков А.В., Чхало Н.И.
Лабораторный рефлектометр для исследований в области длин волн 4-60нм 78

Ю.А. Вайнер, С.Ю. Зуев, Д.Е. Парьев, В.Н. Полковников, Н.Н. Салащенко, Н.И. Чхало
Многослойные зеркала на основе бериллия..... 80

Ильяшенко М.В., Бугай А.Н., Денисенко В.Л., Сторижко В.Е.
Наноразмерные источники рентгеновского излучения с пониженным уровнем шума 82

А.А.Семенов, А.В.Забродин, А.А.Небера, И.А. Морозов, Д.А.Брылев, А.В.Демин, М.С.Шевердяев, В.О.Колецкий, А.С.Аникин, А.В.Лизунов, П.А.Александров, Н.Е.Белова, К.М.Подурец, С.С.Фанченко
О возможности использования гидрида бериллия в качестве материала рентгенооптических устройств 84

Л.И. Огнев, I. Bukreeva
О глубине экстинкции в гладком рентгеновском волноводе..... 88

А.А. Дышеков, Ю.П. Хапачев
Одномасштабное приближение нестандартной теории дифракции для деформированного кристалла ... 91

А.В. Бузмаков, В.Е.Асадчиков, Д.А. Золотов, М.В. Чукалина
Оптимизация параметров получения и обработки томографических данных при малых значениях соотношения «сигнал/шум» ... 94

В.А. Ткаль, И.А. Жуковская, Т.Д. Иванова, Ю.А. Мягкова
Особенности цифровой обработки топографических изображений дефектов структуры монокристаллов ... 95

Л.И. Огнев, I. Bukreeva, S. Lagomarsino
Периодически структурированный рентгеновский волновод с переменной толщиной щели ... 98

М.Поликарпов, И.Снигирева, А.Снигирев
Подавление высших гармоник рентгеновского излучения с помощью составных преломляющих рентгеновских линз ... 101

С. Медведева, И. Лятун, П. Ершов, А. Гойхман, И. Снигирева, А.Снигирев
Применение рентгеновской микроскопии для исследования многослойных структур ... 104

М. Чукалина, Н. Ингачева, А. Бузмаков, В. Прун, Д. Николаев, М. Алиев, Д. Золотов, В. Асадчиков
Проблемы томографии в полихроматических схемах ... 107

Ю. Л. Репченко, М. А. Андреева
Резко асимметричная дифракция как метод определения компонент тензора восприимчивости вблизи краев поглощения ... 109

А.А. Ломов, А.В. Мяконьких
Рентгено-рефлектометрические исследования подложек Si(001) подвергнутых низковольтной плотной гелиевой плазме ... 112

Асадчиков В.Е., Бузмаков А.В., Золотов Д.А., Савельев С.В., Сенин Р.А., А.Ю. Серегин, Е.Ю. Терещенко, М.В. Чукалина
Рентгеновская микротомография верхних конечностей эмбриона человека ... 115

В.А. Юнкин, С.М. Кузнецов, И.И. Снигирева, П.А. Ершов, А.А. Снигирев
Рентгеновские дифракционные элементы на основе SOI структур ... 119

М. Любомирский, И. Снигирёва, В. Юнкин, С. Кузнецов, В. Кон и А. Снигирёв
Рентгеновские интерферометры на основе планарных кремниевых структур ... 122

Т. С. Аргунова, В. Г. Кон
Рентгеновский фазовый контраст микропор в кристаллах SiC: эксперимент и численное моделирование ... 125

И.А. Прохоров, В.Е. Асадчиков, Б.С. Рощин, В.И. Стрелов, В.Г. Ральченко, А.П. Большаков
Рентгенодифракционная характеризация синтетических кристаллов граната, алмаза и сапфира ... 128

П.А. Ершов, С. М. Кузнецов, И.И. Снигирева, В.А. Юнкин, А.Ю. Гойхман, А.А. Снигирев
Рентгенооптическая дифрактометрия Si-Ge нано-гетероструктуры ... 132

Д. В. Сивков
Рентгеноструктурная диагностика полупроводниковых систем с квантовыми точками ... 134

В.К. Егоров, Е.В. Егоров, Е.М. Лукьянченко
РФА ПВО спектрометрия в условиях применения плоских рентгеновских волноводов-резонаторов....137

Д.В. Рощупкин, Д.В. Иржак, В.Н. Павлов, Г.Н. Панин, T. W. Kang, Byung-Guon Park, Moon Deock Kim
Синтез монокристаллических пленок GaN на подложках пьезоэлектрического кристалла лантангаллиевого силиката La3Ga5SiO14....140

Голованов Д.Г.
Современное рентгеновское аналитическое оборудование фирмы Bruker AXS ..143

С.В. Некипелов, М.С. Королева, О.В. Петрова, И.В. Пийр, В.Н. Сивков
Спектральные и дифракционные исследования допированных титанатов и ниобатов висмута со структурой типа пирохлора....144

Л. И. Горай, М. Н. Лубов
Строгий анализ интенсивности рассеяния многослойных МР-ЭУФ зеркал с использованием непрерывной модели роста разномасштабных рельефов 146

Ильяшенко М.В.
Технологически простой наноисточник рентгеновского излучения на основе преломляющих цилиндрических линз....149

О.В. Юркевич, К.Ю. Максимова, А.Ю. Гойхман, И.И. Снигирева, А.А. Снигирев
Тонкопленочные защитные покрытия рентгенооптических бериллиевых элементов для источников рентгеновского излучения 151

И.А.Смирнова, Э.В.Суворов
Топографическое изображение дефектов в кристаллах с суперпозицией пространственно протяженных и локализованных деформаций....154

А.В. Митрофанов
Транспорт рентгеновского и вакуумного УФ излучения в узких воздушных зазорах при комнатных условиях....156

М.Поликарпов, М. Матине, О. Коновалов, М. Любомирский, И.Снигирева, А.Снигирев
Требования к позиционированию преломляющих линз в рентгеновских трансфокаторах....157

В.Р. Кочарян, А.Г. Мкртчян, С.Г. Хлопузян, А.С. Гоголев, П.А. Григорян
Фокусировка жесткого рентгеновского излучения от монокристалла кварца при внешнем температурном градиенте....160

Фахртдинов Р.Р., Григорьев М.В., Иржак Д.В., Рощупкин Д.В., Фирсов А.А.
Фокусировка рентгеновского излучения внеосевой зонной пластинкой скользящего падения на лабораторном источнике....163

Е.А. Вишняков, В.Н. Полковников
Широкополосные многослойные структуры для спектрогелиографов космической аппаратуры КОРТЕС....165

В.Р. Кочарян, Т.Р. Мурадян, Р.В. Амирагян, А.С. Гоголев, С.Г. Хлопузян
Эффект полной переброски от кристалла кварца с АТ-срезом 168

NEXAFS- исследования гетерокомпозита MWCNT/(пиролитический Cr)

О.В. Петрова[1], С.В. Некипелов[2], А.М. Объедков[3], Б.С. Каверин[3], Н.М. Семенов[3], С.А. Гусеев[3], К.В. Кремлев[3], В.Н.Сивков[1]

[1]Коми научный центр УрО РАН, Сыктывкар, Россия
[2]Сыктывкарский госуниверситет, Сыктывкар, Россия
[3]Институт металлоорганической химии им. Г.А. Разуваева РАН, Нижний Новгород, Россия
e-mail: petrova@dm.komisc.ru

В настоящее время большое внимание уделяется проблеме развития методов синтеза, модификации и неразрушающего контроля новых наноструктурированных гетерокомпозитных материалов с заданными физическими свойствами. К таким материалам относятся гетерогенные системы на основе многостенных углеродных нанотрубок (MWCNT) с металлическими покрытиями. Гетерогенные материалы MWCNT/металл имеют ряд преимуществ по сравнению с металлами: способностью сохранять свойства при высоких температурах (>1200^{o}C) в окислительной среде, хорошей износостойкостью, отличными коррозионными свойствами, малой плотностью, низким коэффициентом теплового расширения, что гарантирует их широкое использование в различных приложениях. Одними из перспективных направлений являются использование MWCNT в качестве основы для наноструктурированных гетерогенных катализаторов химических процессов, сенсорных устройств, химических источников тока и других элементов электронных устройств. Однако существенным препятствием для создания этих устройств является химическая инертность внешней поверхности MWCNT. Поэтому задача нанесения тонких буферных покрытий с хорошей адгезией к поверхности нанотрубок, изучение интерфейса MWCNT-покрывающий слой и самого покрытия является актуальной задачей.

В настоящей работе обсуждается методика изучения, основанная на анализе ближней тонкой структуры рентгеновских спектров поглощения (near edge x-ray absorption fine structure, NEXAFS), позволяющая получить детальную информацию о характеристиках внешней поверхности композита, взаимодействии поверхности MWCNT с покрывающим слоем, а так же определить его химический состав и эффективную толщину. При этом в качестве объекта исследования выбран гетерокомпозит MWCNT/(пиролитический Cr). Изучение этого композита является важным в методическом аспекте, так как тонкая структура 2p-спектра хрома накладывается во втором порядке дифракции на тонкую структуру C1s-спектра углерода. Поэтому при изучении гетерокомпозита MWCNT/Cr в области C1s-края поглощения требуется очень корректный учет вклада вторых порядков, что сопряжено с методическими проблемами. Используемый в настоящей работе метод NEXAFS спектроскопии характеризуется атомной селективностью, дипольными правилами отбора и высокой чувствительностью к ближайшему окружению поглотившего рентгеновский квант атома и является эффективным методом изучения наноскопических материалов и структур [1]. В случае наноразмерных толщин покрытия этот метод позволяет исследовать как сам слой в области Cr2p-края так и интерфейс MWCNT/покрытие в области C1s-порога ионизации.

В работе были изучены MWCNT и гетерокомпозит MWCNT/Cr, приготовленный путем термического осаждения из паровой фазы на поверхность MWCNT металлоорганического соединения $Cr(C_6H_6)_2$ (metal organic chemical vapor deposition, MOCVD-метод).

Образцы исходных MWCNT и гетерокомпозита были предварительно охарактеризованы методами рентгенофазного анализа (РФА) и растровой электронной микроскопии (РЭМ) на дифрактометре “ДРОН-3М” на Cu-Kα излучении и растровом микроскопе Supra 50 VP фирмы ZEISS, соответственно. РФА анализ исходных MWCNT показал наличие во внутренних каналах трубок наночастиц и нанопроволок железа в виде α-Fe, γ-Fe, Fe_3C и железографитового комплекса, внедренных в ходе синтеза, при этом, по данным NEXAFS, поверхность MWCNT остается чистой.

На рис. 1 приведена микрофотография композита с относительно тонким покрытием металла, где хорошо видно, что осаждение пиролитического Cr происходит на поверхности всех MWCNT, и при этом покрытие оказывается сплошным, но не равномерным по толщине. Исследования методами NEXAFS-спектроскопии проводились на Русско-Немецком канале выхода и монохроматизации синхротронного излучения (СИ) на BESSY-II методом полного электронного выхода (Total electron Yield, TEY) [2].

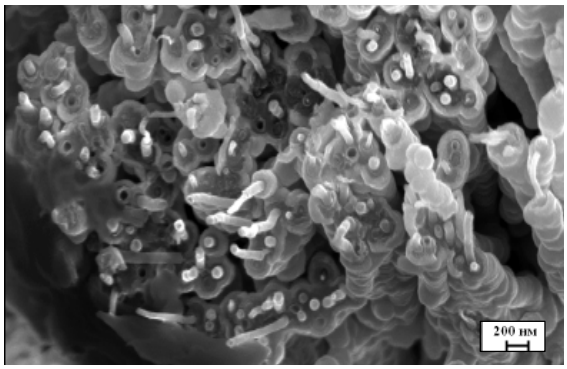


Рис.1. РЭМ фотография композита MWCNT/Cr.

Необходимым условием успешного использования метода TEY является измерение и подавление в пучке СИ немонохроматического фона включающего рассеянное длинноволновое и излучение кратных порядков отражения от дифракционной решетки. В данной работе для подавления и оценки немонохроматического фона используется Ti-фильтр толщиной 150нм, закрепленный на золотой сетке.

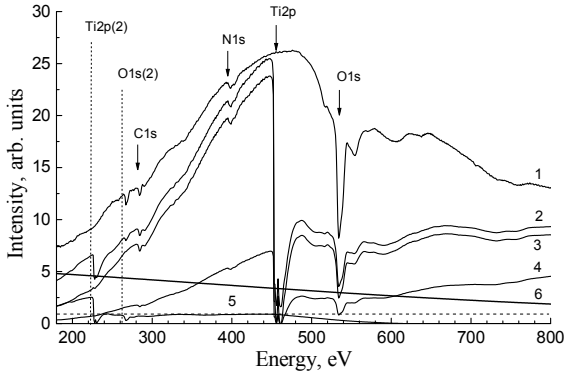


Рис. 2. Спектральные зависимости интенсивностей в относительных единицах от Au без (*1*) и с Ti-фильтром (*2*), с учетом немонохроматического фона (*3*), интенсивности СИ (*4*), фонового излучения 2-го порядка (*5*) и СП атома Au (*6*). Горизонтальная штриховая линия – уровень рассеянного длинноволнового фона. Стрелками указаны положения 1s – и 2p – краев поглощения атомов в первом, а вертикальными штриховыми линиями во втором порядке дифракции.

Исследование химического состава покрывающего слоя проводилось путем изучения NEXAFS Cr2p-спектра, а определение эффективной толщины и модификации поверхности MWCNT путем сопоставления NEXAFS C1s-спектров композита и исходных MWCNT. Величина измеряемого сигнала TEY при корректном учете немонохроматического фона пропорциональна СП и интенсивности падающего монохроматизированного пучка СИ. Интенсивность пучка в относительных единицах измерялась как отношение сигнала TEY снятого с поверхности Au фотокатода и СП атома Au по таблицам Хенке [3], которое в исследуемом диапазоне энергий имеет гладкий ход.

На рис. 2. приведены спектральные зависимости сигнала TEY для Au с Ti-фильтром (2) и без него (1), демонстрирующие фильтрующий эффект в области 453-900эВ. На рисунке также показаны величины рассеянного немонохроматического фона (горизонтальная штриховая линия), излучения кратных порядков дифракции (вертикальные штриховые линии) и структуры в области 1s краев поглощения углерода (290 эВ), азота (400эВ) и кислорода (530эВ), обусловленные присутствием загрязнений и оксидной пленки на отражающих оптических элементах канала монохроматизации СИ. Величина фонового излучения вторых порядков (кривая 5) определяется путем деления сигнала TEY для Au с Ti-фильтром (кривая 2) на коэффициент фильтрации β коротковолнового излучения оптическими элементами монохроматора равный 9,8 (отношение скачков в области Ti2p-края и во втором порядке дифракции – Ti2p(2)). Кривая 3 построена как разность экспериментальной зависимости (кривая 2) и вкладов вторых порядков (кривая 5) и рассеянного длинноволнового фона и отображает монохроматизированный сигнал TEY от Au, который в области 200-450эВ становится монотонным.

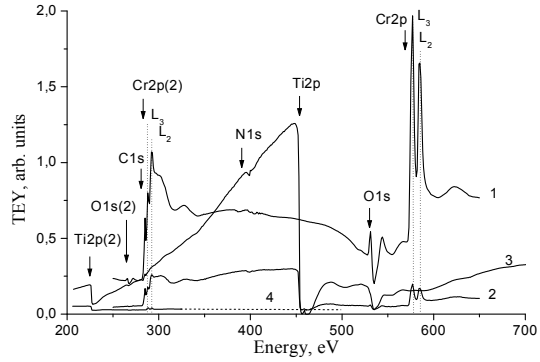


Рис. 3. Спектральные зависимости сигнала TEY от композита без Ti-фильтра (*1*), с фильтром (*2*), вклад вторых порядков дифракции (*4*) и интенсивности СИ по Au (*3*) Вертикальные линии – положения L_2 и L_3 полос поглощения хрома в 1 и 2 порядках дифракции. Стрелками отмечены положения краев поглощения.

Спектральная зависимость интенсивности монохроматизированного падающего СИ в относительных единицах (кривая 4) была получена путем деления скорректированной зависимости TEY (кривая 3) для Au на спектральную зависимость СП атома Au (кривая 6). Методика получения спектральной зависимости интенсивности СИ из

TEY от Au с использованием Ti-фильтров подробно описана в работе [4].

Для определения СП исследуемых материалов необходимо описанным выше способом учесть вклад фоновых искажений в сигнале TEY. Это особенно актуально для образцов нанокомпозита MWCNT/Cr, так как структура в области Cr2p-края во втором порядке дифракции накладывается на структуру в области NEXAFS C1s-края поглощения MWCNT, что затрудняет адекватный анализ интерфейса MWCNT/Cr. Это хорошо видно из рис. 3., где приведены зависимости сигнала TEY от композита в широком спектральном диапазоне без Ti-фильтра (кривая 1) и с его использованием (кривая 2), вклад от вторых порядков (кривая 4), а так же интенсивность СИ, определенная ранее по Au.

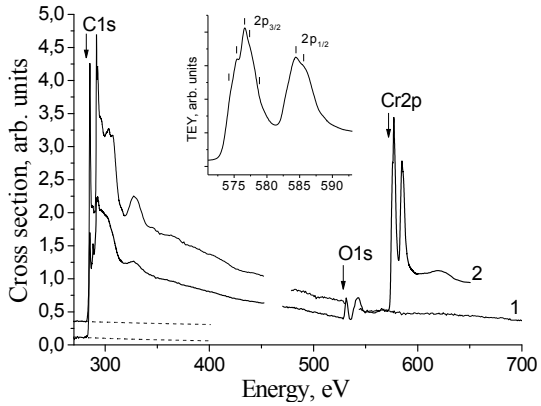


Рис. 4. СП MWCNT (1) и композита (2). Штриховыми линиями указана экстраполяция из длинноволновой области спектра. На вставке – NEXAFS Cr2p-спектр поглощения MWCNT/Cr. Вертикальные линии – положение элементов тонкой структуры характерной для оксида хрома

На рис. 4. Представлены в одинаковых относительных единицах спектральные зависимости СП MWCNT (кривая 1) и композита (кривая 2), полученные как отношение монохроматизированного сигнала TEY и интенсивности СИ. Наличие в спектре композита структуры в O1s-края поглощения, а так же наличие в NEXAFS Cr2p-края элементов характерных для Cr_2O_3 (вставка на рис.4.) позволяет предположить, что нанесенный на поверхность слой хрома полностью окислился в результате контакта с атмосферным кислородом. Из рис. 5 видно, что при этом не происходит разрушения внешнего слоя MWCNT. Однако наблюдается его модификация, вероятно, путем образования одинарных C–O (полоса A) [5,6] и двойных C=O (полоса C) [7], а так же, возможно, благодаря формированию эпоксидной связи C–O–C (полоса B) [8] за счет внедрения кислорода во внешнюю поверхность MWCNT.

Толщина покрытия d может быть определена из отношения площадей под парциальными C1s зависимостями MWCNT (S_M) и композита (S_K):

$$S_M/S_K = Exp(d/\lambda)$$

С учетом того что глубина выхода электронов из поверхности Cr_2O_3 λ=1нм [9] эффективная толщина покрытия оксида хрома составляет 0.8 нм.

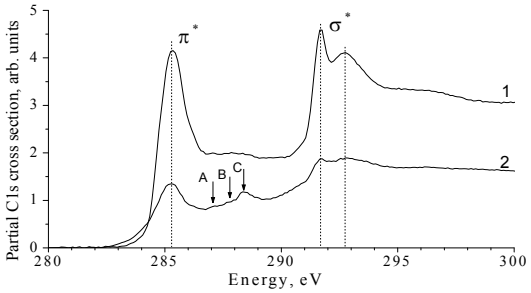


Рис. 5. Парциальные СП в области NEXAFS C1s-края поглощения MWCNT (1) и композита (2). Вертикальные отрезки – положения элементов тонкой структуры характерной для MWCNT

Проведенные исследования показали, что метод NEXAFS спектроскопии с применением СИ, основанный на применении методики титановых абсорбционных фильтров для подавления и учета немонохроматического фона, может эффективно применяться при изучении наноразмерных гетерокомпозитов на основе MWCNT.

Работа выполнена в рамках двухсторонней программы Русско-Германской лаборатории на BESSY II и при финансовой поддержке РФФИ проект №12-02-00088а, программ Президиума РАН №24 и 12-П-1-1014, программы фундаментальных исследований УрО РАН 12-У-1-1010.

[1] Stohr, J. NEXAFS Spectroscopy (Springer, Berlin, 1992)
[2] Fedoseenko S.I., Vyalikh D.V., Iossifov I.F., et al., Nucl. Instr. and Meth. in Phys. *Res.* A, 505,718 (2003).
[3] Henke B.L., Gullikson E.M., Devis J.L., At.Data.Nucl.Data.Tables. 54, 181(1993)
[4] Kummer K., Sivkov V.N., Vyalikh D. V., et al., Physical Review B 80, 155433 (2009) (8 pages)
[5] Francis J.T., Hitchcock A. P., J. Phys. Chem., 96, 6598 (1992).
[6] Christl I., Kretzchmar R. Environ. Sci. Technol., 41, 1915, (2007).
[7] Kaznacheev K., Osanna A., Jacobesen C., et al., J. Phys. Chem. A, 106, 3153, (2002).
[8] Jeong Y.K., Non H.J., Kim J.Y., et al., EPL, 82, 67004 (2008).
[9] Ruihua Cheng B.Xu., Borca C.N., Sokolov A., et al., Applied Physics Letters, 79, 3122 (2001).

Алгебраический метод реконструкции на базе быстрого преобразования Хафа в компьютерной томографии: свойства и применение.

Прун В.Е.[1,2], Чукалина М.В.[2,4], Николаев Д.П.[3], Бузмаков А.В.[4], Асадчиков В.Е.[4]
[1]*Московский Физико-Технический Институт, Долгопрудный, Россия*
[2]*Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия*
[3]*Институт Проблем Передачи Информации РАН, Москва, Россия*
[4]*Институт Кристаллографии РАН, Москва, Россия*
e-mail: vicproon@gmail.com

[1]Основными характеристиками для сравнения различных алгоритмов восстановления томографии являются время и качество реконструкции. Последний показатель приобретает конкретный смысл при задании определенной метрики схожести двух восстановленных картин при сравнении на синограммах, полученных с помощью компьютерной симуляции томографического эксперимента на фантомах. Качество реконструкции меняется как в зависимости от параметров используемых алгоритмов, так и в зависимости от условий получения входных данных. Для лучшего приближения симуляции к реальному эксперименту применяют зашумление или уменьшение количества углов проекции при генерации синограмм.

Второй основной характеристикой алгоритмов восстановления компьютерной томографии является время работы. Этот показатель становится особенно важным при увеличении линейного размера детектора, а так же при росте количества экспериментальных данных, подлежащих восстановлению. Время работы алгоритма – неоднозначная характеристика. Оно может сильно меняться при смене конкретной реализации того или иного алгоритма. Речь идет о различиях в используемой вычислительной архитектуре, оптимизации тех или иных библиотек под конкретную архитектуру и т.п. Неоднозначность существует и когда имеется возможность запускать два алгоритма для сравнения на одной архитектуре: например, при исследовании итерационных алгоритмов возникает проблема выбора критерия останова, которая напрямую влияет на количество итераций, а, следовательно, и на время восстановления.

При исследовании работы алгоритмов, как правило, выделяют более формальную характеристику – асимптотическое время работы, или сложность алгоритма. Асимптотическое время работы показывает, насколько вырастет реальное время выполнения алгоритма при увеличении размеров входных данных. Алгоритм с лучшей асимптотикой не обязательно будет работать быстрее. Однако при увеличении размера входных данных (в томографии, например, это разрешение детектора) реальное время работы у такого алгоритма будет расти медленнее, поэтому, рано или поздно, наступит момент, когда асимптотически более быстрый алгоритм будет иметь меньшее реальное время работы.

В данном докладе исследуется поведение асимптотически быстрой реализации алгебраического метода восстановления. Данный подход был впервые предложен в работах [1, 2], где можно найти подробное его описание и доказательство асимптотики. Ниже приведем краткое описание этого метода.

Алгебраические методы восстанавливают синограммы, решая СЛАУ:

$$p = Wf, \quad (1)$$

где p, f – дискретные изображения, описывающие синограмму и восстанавливаемую характеристику, соответственно, а W – матрица весов, элемент w_{ij} которой показывает, какой вклад дает пиксель изображения f_j в сумму по лучу p_i. Векторы-изображения p и f имеют размеры NM и N^2, соответственно, где N – количество ячеек (разрешение) детектора, M – количество углов проекции при томографических измерениях. Таким образом, матрица W имеет размер $N^3M = O(N^4)$. При количестве ячеек детектора 1024 данная матрица состоит из $\approx 10^{12}$ элементов, поэтому систему решают приближенно с помощью итерационных методов.

В предлагаемом подходе используется решение задачи минимизации МНК, с помощью метода

[1]Работа выполнена при частичной финансовой поддержке рффи (проекты 13-07-00970-а, 13-07-12179-офи_м)

наискорейшего спуска. Минимизировать предлагается следующую функцию:

$$S(f) = \frac{1}{2}\|p - Wf\|^2 \to min.$$

Продифференцировав целевую функцию, получаем стандартный шаг градиентного спуска:

$$f^{(k+1)} = f^{(k)} + \gamma(k)W^T(p - Wf^{(k)}), \qquad (2)$$

где $\gamma(k)$ – параметр релаксации, управляющий поведением итерационной процедуры. В простейшем случае релаксационный параметр не зависит от номера итерации. Для ускорения сходимости итерационного процесса применяется метод наискорейшего спуска. Это означает жадную оптимизацию релаксационного параметра на каждой итерации, то есть при заданном векторе смещения $v(k) = W^T(p - Wf^{(k)})$, выбирается параметр релаксации, соответствующий минимальному значению целевой функции. Дифференцируя по скалярному аргументу и опуская индекс k и промежуточные выкладки, получаем:

$$\gamma^* = arg\min_\gamma S(f + \gamma v) = \frac{(Wf - p, Wv)}{(Wv, Wv)}. \qquad (3)$$

Главной особенностью исследуемого алгоритма является применение быстрого преобразования Хафа (БПХ) [3] для асимптотического ускорения подсчета смещения v на каждой итерации. В [1] показано, что использование БПХ позволяет улучшить асимптотику одной итерации с $O(N^2)$ до $O(N^2 logN)$. Совместно с использованием метода наискорейшего спуска метод позволил добиться качественных улучшений по сравнению с методом SART, решающим систему (1) методом Качмажа. Время реконструкции для обоих алгоритмов составляло $\approx 0.9c$, линейный размер фантома $N = 256$. При реконструкциях не использовалось регуляризующих фильтров. Стоит отметить, что обе реализации могут быть оптимизированы под конкретную вычислительную архитектуру. Однако показательная цель данного сравнения в том, что уже на малых размерах детектора вполне сравнимые времена работы дают схожее качество. Сечения восстановленных картин представлены на рис. 1.

Польза использования метода наискорейшего спуска проиллюстрирована на рис. 2. На нем изображена зависимость логарифма среднеквадратичного расхождения в пространстве изображений в зависимости от количества итераций, т.е.

$$y(k) = \log\left(\|W^{-1}p - f^{(k)}\|\right).$$

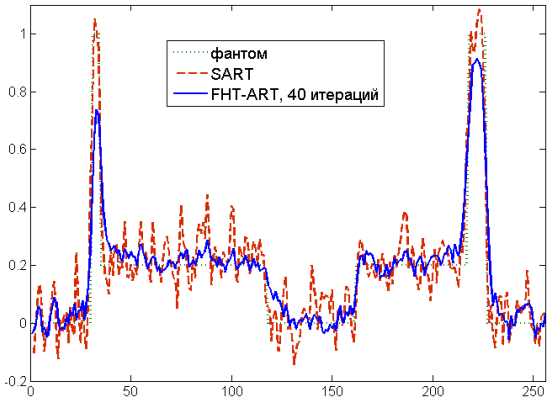


Рис.1 Продольное сечение картин, восстановленных алгебраическими методами без и с использованием БПХ.

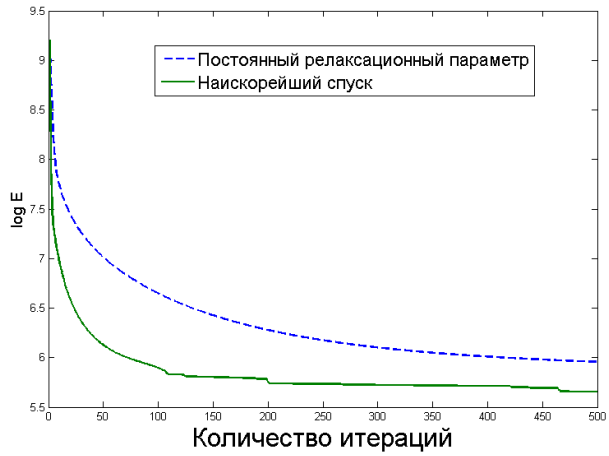


Рис. 2 Логарифм ошибки в зависимости от количества итераций

Одно из основных преимуществ алгебраических методов реконструкции – возможность использования регуляризации. Регуляризация заключается во внесении поправок в текущее состояние восстанавливаемого изображения, для его лучшего соответствия выбранной модели. В [2] были проиллюстрированы попытки использования в качестве регуляризации медианной и билатеральной фильтрации. В этом докладе будут описаны некоторые попытки использования регуляризации Тихонова [4]. Регуляризация Тихонова заключается во внесении поправок в целевую функцию, штрафующих рост нормы восстанавливаемого вектора. Данный подход применяется в решении недоопределнных задач, например при восстановлении синограммы с малым углом проекций. Регуляризация Тихонова не дает точного решения задачи, однако помогает выделить информативные зоны исследуемого объекта при визуальном анализе результатов. Итак, минимизируемая функция заменяется на

$$S_{тих}(f) = \frac{1}{2}\|p - Wf\|^2 + \alpha\|f\|^2 \to min,$$

где α – параметр регуляризации Тихонова. На рис. 3 проиллюстрирована восстановленная с использованием этого метода синограмма, а на рис. 4 – кросс-секция с вариантом алгоритма без регуляризации. Размер фантома – 256, количество углов проекции – 80, количество итераций – 10.

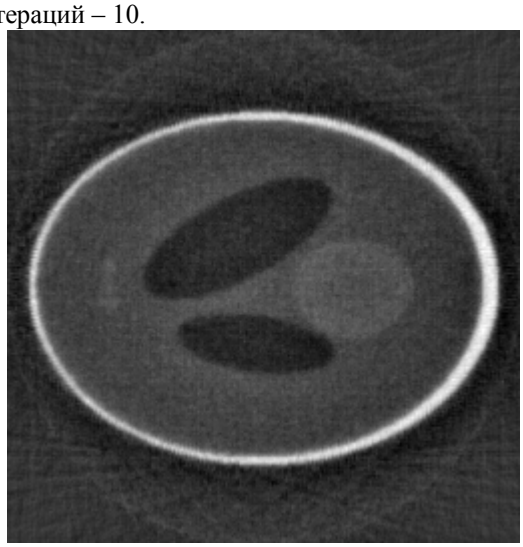


Рис. 3 Использование регуляризации Тихонова.

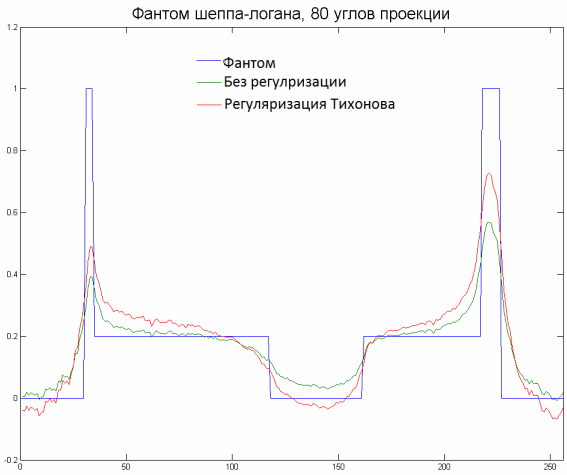


Рис. 4 Сечение с регуляризацией Тихонова

Итак, в работе исследовалась одна из модификаций алгебраического метода восстановления компьютерной томографии. Будучи асимптотически быстрым, метод, основанный на быстром преобразовании Хафа, уже на размерах восстанавливаемого изображения 256 x 256 пикселей показывает сравнимое со стандартным алгебраическим методом качество при одинаковом времени работы. При этом сохраняются такие преимущества использования алгебраических методов, как регуляризация. Использование метода наискорейшего спуска позволяет сильно ускорить процесс уменьшения среднеквадратичного расхождение. Так же было исследовано влияние внесения штрафа за длину вектора, соответствующего восстанавливаемому изображению, в целевую минимизируемую функцию. Такой подход известен как регуляризация Тихонова.

Дальнейшие разработки по описанной теме будут идти по нескольким направлениям. Во-первых, это программная оптимизация вычислительных процедур под конкретную архитектуру и использование параллельных вычислений на графических процессорах. Во-вторых, внесение изменений, ускоряющих сходимость и в саму процедуру – новые методы регуляризации, вычисление начального приближения по огрубленным входным данным и т.д. Наконец, последнее направление развития данного метода – подготовка к применению его в других экспериментальных схемах (веерной, конической).

[1] В. Е. Прун, А. В. Бузмаков, Д. П. Николаев, М. В. Чукалина, В. Е. Асадчиков, “Вычислительно эффективный вариант алгебраического метода компьютерной томографии”, Автомат. и телемех., 2013, № 10, 86–97

[2] V. E. Prun, D. P. Nikolaev, A. V. Buzmakov, M. V. Chukalina, and V. E. Asadchikov “Effective Regularized Algebraic Reconstruction Technique for Computed Tomography”, Crystallography Reports, Vol. 58, No. 7, 2013, p. 1063

[3] Nikolaev D., Karpenko S., Nikolaev I., et al., “Hough Transform: Underestimated Tool in the Computer Vision Field”, Proc. 22th Eur. Conf. Modelling and Simulation, 2008, 238–243

[4] А.Н. Тихонов (1943). "Об устойчивости обратных задач", Доклады академии наук СССР, 39 (5): 195–198.

Анализ влияния технологических погрешностей изготовления на оптические свойства преломляющих рентгеновских линз

С. М. Кузнецов[1], И.И. Снигирева[2], В.А. Юнкин[1], А.А. Снигирев[2]
[1]*Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, Черноголовка, Россия*
[2]*Европейский Центр Синхротронного Излучения, Гренобль, Франция*
e-mail: ksm@iptm.ru

В процессе изготовления преломляющих рентгеновских линз практически неизбежно отклонение оптических характеристик изготовленных линз от тех параметров, которые задавались при первоначальной разработке, обусловленное теми или иными особенностями технологического процесса изготовления. Для преломляющих линз это вызвано, в основном, отклонением конечного преломляющего профиля от идеального и неоднородностями в толще материала линзы.

Среди погрешностей изготовления линз по различным технологическим процессам можно выделить следующие топологические (геометрические) отклонения от идеального преломляющего профиля:

1. Случайные отклонения от идеального параболического профиля (шероховатость)
2. Параметрическое отклонение от идеального параболического профиля при кусочно-линейная аппроксимации профиля
3. Постоянное отклонение по нормали от идеального параболического профиля
4. Отклонение, характеризующееся определенными периодом и магнитудой
5. Ступенчатый профиль

Случайные отклонения от идеального параболического профиля проявляются практически при всех способах изготовления линз, однако, в наибольшей мере проявляются при процессах, использующих механическую обработку материалов, например, формирование преломляющего профиля с помощью индентора, и при использовании материалов с низкой пластичностью.

Влияние величины шероховатости на интенсивность I в фокусном пятне можно оценить по следующей формуле [1]:

$$I = I_0 \exp\left[-2N\left(2\pi\frac{\delta}{\lambda}\tau\right)^2\right],$$

где I_0 – интенсивность в фокусном пятне идеальной линзы, N – число линз, δ - действительная часть декремента показателя преломления, λ - длина волны падающего рентгеновского излучения, τ - магнитуда среднеквадратичного отклонения.

Оценка магнитуды средне-квадратичного отклонения τ при уменьшении интенсивности в e раз показывает, что :

$\tau \sim 0.5$ мкм при числе линз $N \sim 50$ и

$\tau \sim 0.25$ мкм при числе линз $N \sim 200$

Необходимо отметить, что наблюдающаяся на реальных профилях шероховатость $\tau \sim 0.05$ мкм не оказывает заметного влияния на качество фокусировки в диапазоне жесткого рентгеновского излучения.

В файле данных для различных технологических процессов параболический профиль обычно описывается с помощью кусочно-линейной аппроксимации с шагом Δ и в этом случае имеет место быть параметрическое отклонение от идеального параболического профиля. В соответствии с правилом четверти волны Рэлея для N индивидуальных линз величину шага аппроксимации можно оценить по следующей формуле:

$$\Delta^2 \le \frac{R_C\lambda}{N\delta} = f\lambda/2$$

где R_C – радиус кривизны в апексе параболического профиля, f – фокусное расстояние линзы.

Для длины волны $\lambda = 0.1$ нм и фокусного расстояния $f = 0.1$ м получаем оценку шага аппроксимации $\Delta \le 2.24$ мкм. Очевидно, что при современных технологиях эта величина не является ограничивающим фактором .

Такой вид погрешности преломляющего параболического профиля как постоянное отклонение по нормали от идеального профиля особенно отчетливо проявляется при изготовлении планарных линз с помощью глубокого плазменного травления. В случае постоянного отклонения по нормали с величиной d от идеального параболического профиля выражение для отклонения Y вдоль оптической оси (y-координата), где R – радиус кривизны в апексе параболы, x – координата поперек оптической оси и θ - угол наклона касательной параболического профиля к точке искаженного профиля, имеет следующий вид:

$$Y = N\left(\frac{1}{2R}\left[d\sin\theta\left(2x - d\sin\theta\right)\right] + d\cos\theta\right)$$

Наличие постоянного отклонения приводит к смещению фокальной плоскости линзы, при положительном значении величины d происходит увеличение виртуального радиуса кривизны и, соответственно, фокусного расстояния, и обратно для отрицательного значения постоянного отклонения. При этом для не слишком больших значений отклонений не происходит уширения фокального пятна, что говорит о том, что результирующий преломляющий профиль все-таки близок к параболическому. Тем не менее, наличие отклонения весьма негативно влияет на оптические характеристики линейных (планарных) линз: при изменении величины отклонения по высоте профиля происходит нежелательное расщепление фокальной линии, что наблюдалось в эксперименте на тестовых линзах. Допустимую величину отклонения можно оценить примерно в 1% от величины радиуса кривизны в апексе параболы.

Такой вид погрешности преломляющего параболического профиля как отклонение, характеризующееся определенными периодом и магнитудой, возникает при изготовлении планарных линз, например, из алмаза с помощью лазерной абляции. Поскольку движение лазерного луча не является полностью непрерывным, то в точках остановки луча происходит больше выброса материала линзы, при этом профиль приобретает характерный волнообразный вид. Предположим, что величина отклонения по нормали от идеального профиля $d(x)$ для координаты x поперек оптической оси описывается синусоидальной функцией

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

где d_0 – магнитуда 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 в апексе R вычисляется по следующей формуле:

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

Результаты моделирования показывают, что наличие периодического отклонения по нормали от идеального профиля оказывает существенное негативное влияние на оптические характеристики линз, причем этот эффект более заметно проявляется при уменьшении радиуса кривизны в апексе параболы и величине отклонения порядка 0.5% от радиуса кривизны в апексе параболы.

Формирование параболического профиля путем использования индентора является освоенной технологией изготовления двумерных преломляющих параболических линз. Основными источниками погрешностей в этом процессе являются отклонение профиля от идеального самого индентора, неполное соответствие профиля индентора и формируемого профиля из-за недостаточной пластичности материала линзы, и изменение плотности материала в апексе и периферии параболы. Рассмотрим погрешности изготовления индентора механическим способом – вытачиванием на станке. В этом случае профиль индентора формируется со ступеньками, размер которых зависит от скорости вращения заготовки и шага перемещения резца. Результаты моделирования показывают, что величина ступеньки оказывает существенное влияние на фокусирующие свойства преломляющих линз; эта зависимость становится заметной при размере ступеньки порядка 1% от радиуса кривизны в апексе параболы.

Результаты численного моделирования показывают, что на оптические характеристики преломляющих рентгеновских линз наибольшее влияние оказывают систематические неслучайные отклонения от идеального параболического преломляющего профиля. Допустимые величины отклонения зависят от типа отклонения и масштабируются согласно величине радиуса кривизны в апексе параболы и количеству линз, то есть величине фокусного расстояния – чем меньше фокусное расстояние, тем меньше допустимая величина отклонения. Для получения полной картины о характере погрешностей изготовления преломляющих рентгеновских линз необходимо проводить метрологию конечных профилей с точностью, определяемой параметрами самой линзы, в общем случае, не менее 1% от радиуса кривизны в апексе параболы.

Работа выполнена при поддержке Министерства Образования и Науки Российской Федерации (грант № 14.Y26.31.0002, грант № 02.G25.31.0086).

[1] Snigirev A., Kohn V., Snigireva I. et al., Proc. SPIE, 1997, V.3151, p.164.

Анализ проблемы неоднозначности в модельных и безмодельных подходах к решению обратной задачи рефлектометрии

Ю.О. Волков, И.В. Кожевников
Институт кристаллографии РАН, Москва, Россия
e-mail: neko.crys@gmail.com

Одной из фундаментальных проблем рентгеновской рефлектометрии является неоднозначность процедуры восстановления информации о внутренней структуре образца по угловой зависимости коэффициента отражения $R(\theta)$ (т.н. обратная задача) [1]. Все существующие в настоящее время подходы к решению обратной задачи можно условно разделить на модельные (требующие некоторой априорной информации о внутреннем строении образца) и безмодельные (основанные на общих представлениях о структуре отражающей среды).

Распределение поляризуемости слоисто-неоднородной среды в направлении, нормальном к поверхности, можно представить в виде кусочно-непрерывной функции $\chi(z)$. Назовём *точками разрыва* n-го порядка особые точки $z_1 \ldots z_k$, в которых n-я производная $\chi^{(n)}(z)$ меняется скачком. В частном случае разрыву нулевого порядка соответствует скачкообразное изменение самой функции поляризуемости $\chi(z)$. При этом, как было показано в [2], количество и порядок точек разрыва, а также расстояния между ними определяют асимптотику амплитудного коэффициента отражения $r(k)$ при $k \to \infty$. Таким образом, контроль асимптотического поведения $R(k) = |r(k)|^2$ позволяет оценить корректность процедуры реконструкции.

В настоящей работе проведён анализ проблемы неоднозначности получаемого решения для трёх численных подходов: простейшего, основанного на параметрической модели; стохастического, основанного на максимизации функции энтропии [3]; а также модельно-независимого, основанного на экстраполяции коэффициента отражения в область больших углов скольжения [2,4]. В качестве реконструируемых профилей были использованы тестовые распределения $\chi(z)$, содержащие особые точки 0-го и 1-го порядков. «Экспериментальные» кривые отражения были рассчитаны для энергии излучения 8048 эВ ($K\alpha$ - линия меди) в угловом диапазоне $\theta = [0...20]°$; для реконструкции были использованы фрагменты кривых $\theta < 10°$. В качестве целевой функции для численной оптимизации была использована простейшая невязка между расчётной и «экспериментальной» кривыми:

$$MF = \sqrt{\frac{1}{N}\Sigma\left[\log R_{\exp}(\theta) - \log R_{sim}(\theta)\right]^2}$$

где N — количество точек кривой. Критерием корректности восстановления служило совпадение кривых в пределах 5%: $MF \le 0.05$

Фундаментальной проблемой модельного подхода является построение физически разумной параметрической модели в условиях нехватки сведений о структуре. В работе был рассмотрен алгоритм, основанный на поэтапном увеличении числа слоёв в сочетании с глобальной численной оптимизацией. Показано, что данный алгоритм построения модели позволяет восстановить распределение поляризуемости с точностью до скачков $\chi(z)$ в особых точках 0-го порядка даже при минимуме доступной априорной информации об образце. Тем не менее, в случае присутствия в структуре особых точек высших порядков параметрическая модель не обеспечивает корректного описания профиля поляризуемости.

Для подхода, основанного на максимизации энтропии, продемонстрировано, что при наличии хорошего начального приближения реконструированная структура почти совпадает с исходной; в то же время асимптотика расчётной кривой отражения существенно расходится с «экспериментальной», что, по-видимому, обусловлено стохастическим характером функции энтропии.

Наконец, модельно-независимый подход позволяет с высокой точностью восстановить профиль $\chi(z)$ для произвольных апериодических структур. Однако в случае особых точек первого порядка и выше кривая отражения чувствительна к ошибкам в скачке производной $\Delta\chi^{(n)}(z)$, что может приводить к неточности в определении характера её асимптотики.

[1] I. W. Hamley, J. S. Pedersen // J. Appl. Cryst. (1994) 27, p. 29.
[2] I. V. Kozhevnikov // Nucl. Instr. Meth. A (2003) 508, p. 519.
[3] D. S. Sivia, W. A. Hamilton, G. S. Smith // Physica B (1991) 173, p. 21.
[4] I. V. Kozhevnikov, L. Peverini, E. Ziegler // Phys. Rev. B (2012) 85, p. 125439.

Визуализация поверхностных акустических волн на источнике синхротронного излучения BESSY II

Д.В. Рощупкин[1], О.А. Плотицына[1], L. Ortega[2], I. Zizak[3]
[1]Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия
[2]Laboratoire de Physique des Solides, Univ. Paris-Sud, CNRS, UMR 850, France
[3]Institute for Nanometre Optics and Technology, Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie GmbH, Berlin, Germany
e-mail: rochtchr@iptm.ru

Современный прогресс в телекоммуникационных и датчиковых системах, основанных на поверхнострных акустических волнах (ПАВ) требует разработки методов анализа распространения ПАВ в твердых телах. Наиболее интересными и перспективными методами анализа акустических волновых полей в твердых телах являются сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) и рентгеновская дифрактометрия и топография. Сканирующая электронная микроскопия в режиме регистрации низкоэнергетичных вторичных электронов позволяет визуализировать поверхностные и объемные, бегущие и стоячие акустические волны и делает возможным изучение дифракционных явлений в акустических пучках и взаимодействия акустических волн с дефектами кристаллической решетки [1-5]. Тем не менее, данный метод является эффективным для исследования распространения акустических волн только в пьезоэлектрических кристаллах. Метод дает только качественную информацию о процессе распространения акустической волны и позволяет измерять длину волны акустических волн. В отличие от сканирующей электронной микроскопии, рентгеновская дифрактометрия и топография являются методы количественного анализа и позволяют изучать поля акустических волнах как в пьезоэлектрических, так и непьезоэлектрических материалах. Использование высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии позволяет определять амплитуды и длины волн акустической волны, затухание акустические волн по глубине кристалла и вдоль направления распространения [6-10]. Стробоскопическая рентгеновская топография, как и СЕМ, позволяет напрямую визуализировать акустической волновые поля в режиме реального времени mode [11-14]. Прямая визуализация распространения ПАВ методом стробоскопической рентгеновской топографии основан на фокусировке рентгеновского излучения на минимумами ПАВ. В этом случае изображение бегущей ПАВ можно наблюдать в фокальной плоскости на расстоянии D от акустически промодулированной поверхности кристалла. Поскольку длина волны ПАВ состоит из одного минимума и одного максимума, период наблюдаемого изображения равен одной длине волны ПАВ. Расстояние определяется из выражения [11]

$$D=\sin\Theta_B/2hK^2(\sin^2\Theta_B\sin^2\beta+\cos^2\beta), \quad (1)$$

где Θ_B - брэгговский угол падения рентгеновского излучения на акустически промодулированную поверхность кристалла, h - амплитуда ПАВ, $K=2\pi/\Lambda$, Λ - длина волны ПАВ, β - угол между проекцией падающей рентгеновского излучения на поверхности кристалла и направлениеv распространения ПАВ. Как видно из выражения (1) фокусное расстояние D пропорциональна квадрату длины волны ПАВ Λ и обратно пропорциональна амплитуде ПАВ h. Тем не менее, следует отметить, что визуализация бегущей ПАВ методом стробоскопической рентгеновской топографии возможно только при временной синхронизации возбуждения ПАВ и собственной временной структуры источника синхротронного излучения, что значительно ограничивает применение метода для исследования акустической волновых полей.

Что касается рентгеновской топографии, то она не имеет никаких ограничений для анализа стоячих ПАВ, где акустическое изображение волнового поля формируется через фокусировку рентгеновского излучения пучностями стоячей ПАВ и период наблюдения изображения в два раза меньше, чем длина волны ПАВ [15].

Целью данной работы является изучение процесса распространение ПАВ в различных пьезоэлектрических кристаллах семейства лангасита методом рентгеновской топографии на оптической линии КМС 2 источника синхротронного излучения BESSY II.

Возможность визуализации процесса распространения акустических волн в Y-разрезах кристаллов семейства лангасита (отражающие плоскости (100) параллельны поверхности кристалла) изучалась в сагиттальной геометрии дифракции в схеме двухкристального рентгеновского дифрактометра на оптический линии КМС 2 источника синхротронного излучения

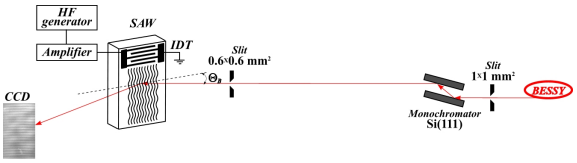


Рис. 1. Экспериментальная схема эффекта Тальбота.

BESSY II. Схема эксперимента приведена на рис. 1. Рентгеновская длина волны λ=1.166 Å (рентгеновская энергия E=11 кэВ) была выделена с помощью кристалла-монохроматора Si (111) с двукратным отражением, который дифрагирует рентгеновское излучение в вертикальной плоскости. Кристаллы, промодулированные ПАВ были расположены в вертикальной плоскости. Рентгеновские лучи под углом Брэгга Θ_B=4.5593° падеют на исследуемый акустически промодулированный кристалл, выступающий в качестве дифракционной решетки нормального падения. CCD-камера была использована для регистрации дифракционного изображение кристалла. Размер пикселя CCD-камеры составляет 0.645 мкм.

На рис. 2 представлены рентгеновские топограмма Y-среза кристалла $Ca_3TaGa_3Si_2O_{14}$ (CTGS), промодулированного ПАВ с длиной волны Λ=60 мкм. На рис. 5(а) приведено изображение ПАВ с длиной волны Λ=60 мкм, возбужденной при частоте f=46.373 МГц, в то время как на рис. 5(б) представлена ПАВ с длиной волны Λ=60 мкм, возбужденная на частоте f=46.563 МГц.

Возможность визуализации ПАВ напрямую связана с эффектом Тальбота [16-17]. Эффект Тальбота состоит в том, что можно восстановить изображение периодической решетки, если периодическая решетка освещается когерентного излучения, на некотором расстоянии (расстояние Тальбота). ПАВ можно рассматривать как стационарную дифракционную решетку, так как скорость распространения ПАВ на пять порядков медленьше скорости рентгеновских фотонов. В нашем случае, ПАВ является неподвижной относительно рентгеновского излучения. Рентгеновское излучение на источнике синхротронного излучения BESSY II обладает пространственно-временной когерентностью, что является одним из условий для реализации эффекта Тальбота. Если длина волны рентгеновского излучения гораздо меньше, чем ПАВ, то расстояние Тальбота определяется как [16-17].

$$Z_T=2\Lambda^2/\lambda. \qquad (2)$$

На расстоянии Z_T/2, как и на расстоянии Тальбота Z_T период наблюдаемого изображении должна быть равен половине длины волны ПАВ [18-19]. CCD-камера была размещена на половине расстояния Тальбота. Данный метод был использован для визуализации акустическиз

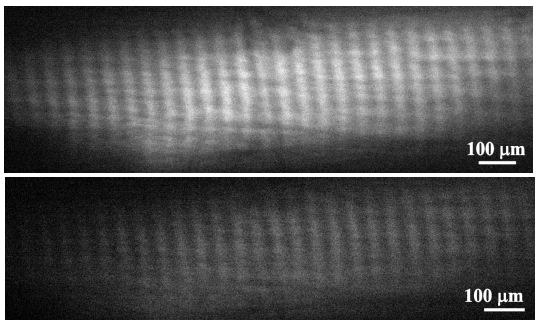


Рис. 2. Рентгеновские топограммы Y-среза кристалла CTGS, промодулированного ПАВ с длиной волны Λ=60 мкм: (а) f=46.373 МГц; (б) f=46.563 МГц. Отражение (100), E=11 кэВ, λ=1.166 Å.

волновых полей ПАВ в различных пьезоэлектрического кристалла семейства лангасита ($Ca_3TaGa_3Si_2O_{14}$ и $La_3Ga_5SiO_{14}$). Изображения ПАВ были получены при разных длинах волн ПАВ и различных частотах возбуждения ПАВ. Таким образом, в отличие от стробоскопического рентгеновской топографии применение эффекта Тальбота не требует временной синхронизации процесса возбуждения ПАВ с собственной временной структуры синхротронного излучения.

На рис. 3 представлены рентгеновские топограммы Y-среза кристалла CTGS, промодулированного ПАВ с длиной волны Λ=100 мкм. Топограммы были получены при различных частотах возбуждения ПАВ в полосе возбуждения акустического сигнала ВШП.

На рис. 4 представлены рентгеновские топограммы изображения процесса распространения ПАВ в Y-среза кристалла $La_3Ga_5SiO_{14}$ (LGS). Длина волны ПАВ составляла Λ=60 мкм. Резонансная частота возбуждения ПАВ в кристалле LGS составила f=39.387 МГц.

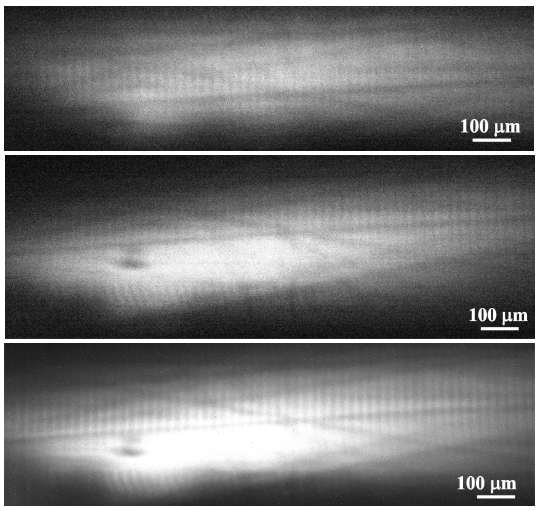


Рис. 3. Рентгеновские топограммы Y-среза кристалла CTGS, промодулированного ПАВ с длиной волны Λ=28 мкм: (а) f=100.4186 МГц; (б) f=100.4565 МГц,; (в) f=100.4734 МГц. Отражение (100), E=11 кэВ, λ=1.166 Å.

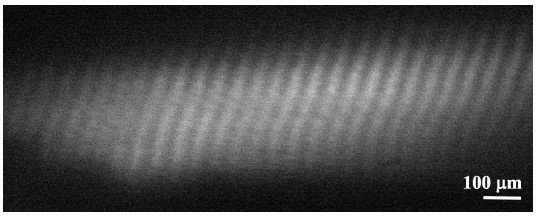


Рис. 4. Рентгеновская топограмма *Y*-среза кристалла LGS, промодулированного ПАВ с длиной волны Λ=60 мкм на резонансной частоте возбуждения *f*=39.387 МГц. Отражение (100), *E*=11 кэВ, *λ*=1.166 Å.

Проведенные исследования показали, что использование эффекта Тальбота позволяет получать изображения ПАВ, возбужденных на разных частотах и с разными длинами волн.

Таким образом, в работе продемонстрирована возможность получения прямого изображения акустической волны, распространяющейся на поверхности кристалла в режиме реального времени. Показано, что формирование изображения акустического волнового поля связано с эффектом Тальбота, который может быть реализован на источник синхротронного излучения в условиях частично когерентного рентгеновского излучения и периодической модуляцией кристаллической решетки поверхностной акустической волной. Следует отметить, что данный метод является оптимальным для непосредственного получения изображений акустического волнового поля на поверхности кристалла, поскольку он не требует синхронизации возбуждения акустической волны и рентгеновского облучения поверхности акустически промодулированного кристалла.

[1] W. J. Tanski and D. Wittels, Appl. Phys. Lett. Vol. 34, 537 (1979).
[2] G. Eberharter and H. P. Feuerbaum, Appl. Phys. Lett. Vol. 37, 696 (1980).
[3] H. Bahadur and R. Parshad, Scanning Electron Microscopy Vol. 1, 509 (1980).
[4] D. V. Roshchupkin and M. Brunel, IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control Vol. 41, 512 (1994).
[5] D. V. Roshchupkin, M. Brunel, R. Tucoulou, E. Bigler, and N. G. Sorokin, Appl. Phys. Lett. Vol. 64, 164 (1994).
[6] W. Sauer, T. H. Metzger, A. G. C. Haubrich, S. Manus, A. Wixforth, J. Peisl, A. Mazuelas, J. Härtwig, and J. Baruchel, Appl. Phys. Lett. Vol. 75, 1709 (1999).
[7] R. Tucoulou, F. de Bergevin, O. Mathon, and D. Roshchupkin, Phys. Rev. Vol. B 64, 134108 (2001).
[8] D. V. Roshchupkin, D. V. Irzhak, R. Tucoulou, and O. A. Buzanov, J. Appl. Phys. Vol. 94, 6692 (2003).
[9] I. A. Schelokov, D. V. Roshchupkin, D. V. Irzhak, and R. Tucoulou, J. Appl. Cryst. Vol. 37, 52 (2004).
[10] D. V. Roshchupkin, A. I. Erko, L. Ortega, and D. V. Irzhak, Appl. Phys. Vol. A 94, 477 (2009).
[11] H. Cerva and W. Graeff, Phys. Status Solidi (a) Vol. 82, 35 (1984).
[12] R. W. Whatmore, P. A. Goddard, B.K. Tanner, and G. F. Clark, Nature Vol. 299, 44 (1982).
[13] A. Zarka, B. Capelle, M. Pilard, J. Schwartzel, J. Detaint, and M. Solal, Proc. IEEE Int. Freq. Contr. Symp. Vol. 315 (1994).
[14] E. Zolotoyabko, D. Shilo, W. Sauer, E. Pernot, and J. Baruchel, Appl. Phys. Lett. Vol. 73, 2278 (1998).
[15] D. V. Roshchupkin, E. D. Roshchupkina, and D. V. Irzhak, IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control Vol. 52, 2081 (2005).
[16] H. F. Talbot, Philos. Mag. Vol. 9, 401 (1836).
[17] L. Rayleigh, Philos. Mag. Vol. 11, 196 (1881).
[18] D. S. Mehta, S. K. Dubey, C. Shakher, and M. Takeda, Appl. Opt. Vol. 45, 7602 (2006).
[19] A. Momose and S. Kawamoto, Jap. J. Appl. Phys. Vol. 45, 314 (2006).

Влияние внутренней структуры бериллия на свойства рентгеновских элементов

И.И. Лятун[1], А.Ю. Гойхман[1], П.А. Ершов[1], И.И. Снигирева[2], А.А. Снигирев[1,2]
[1] *Балтийский Федеральный Университет им. И. Канта, Калининград*
[2] *Европейский центр синхротронного излучения, Гренобль, Франция*
e-mail: ilyatun@innopark.kantiana.ru

В настоящее время многие источники синхротронного излучения используют преломляющую оптику [1-3] для фокусировки рентгеновского излучения [4] и изображающей рентгеновской микроскопии [5], но дифракционный предел разрешения для данного вида оптики так и не достигнут. На пути к созданию рентгеновского микроскопа предельного нанометрового разрешения на основе преломляющей оптики необходимо решить две задачи: усовершенствовать рентгенооптические свойства материала линз и добиться идеального профиля линзы. Бериллий является наиболее перспективным материалом для изготовления рентгеновских преломляющих линз. Рентгенооптические свойства бериллия зависят от качества обработки поверхности [6] и его внутренней структуры.

Для исследования влияния внутренней структуры материала на оптические свойства бериллиевых линз была выбрана схема высокоразрешающей рентгеновской микроскопии (рис. 1), в которой использовалось 50 бериллиевых линз с радиусом закругления 50 мкм. Исследования проводились на станции ID06 в Европейском Центре Синхротронных Исследований (ESRF), г. Гренобль, Франция. В качестве детектора использовалась рентгеновская камера высокого разрешения «FRELON A39», с эффективным размером пикселя 0,55 мкм и полем 2048*2048 пикселей. Для настройки схемы микроскопии и определения ее разрешения была использована звезда Сименса (Siemens Star, рис. 2а). Было достигнуто разрешение 100 нм, в то время как дифракционный предел разрешения около 50 нм.

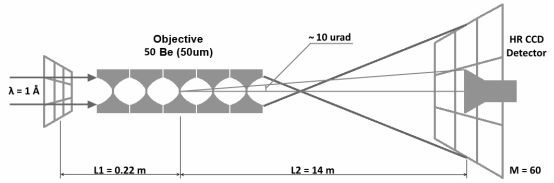


Рис. 1. Схема высокоразрешающей рентгеновской микроскопии на основе преломляющих линз.

Стоит отметить, что на полученных изображениях (рис. 2в) присутствует неоднородный фон - паразитная спекл-структура.

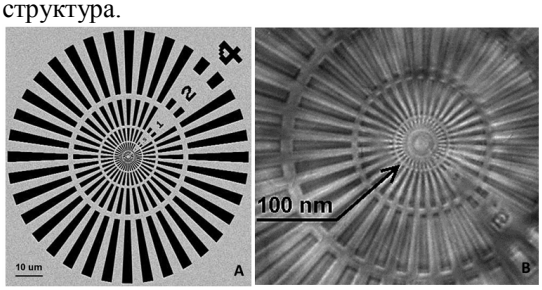


Рис. 2а – РЭМ изображение тестовой структуры – звезды Сименса, рис. 2в – изображение тестовой структуры с неоднородным фоном, полученное в режиме изображающей рентгеновской микроскопии.

Мы считаем, что спекл-структура вызвана зернистостью бериллия. Известно, что рентгенооптические элементы из бериллия являются поликристаллическими, в котором основной примесью является кислород. Мы считаем, что кислород присутствует во всех бериллиевых материалах и расположен преимущественно в виде тонкого слоя по границе зерна бериллия. Оптическая плотность окисла существенно выше, чем у бериллиевого зерна и это приводит к преломлению излучения, что проявляется на изображениях рентгеновской микроскопии в виде паразитной спекл-структуры фона (рис. 2в). Такого рода аберрации приводят к уменьшению разрешения рентгеновского микроскопа и его чувствительности к фазовым объектам.

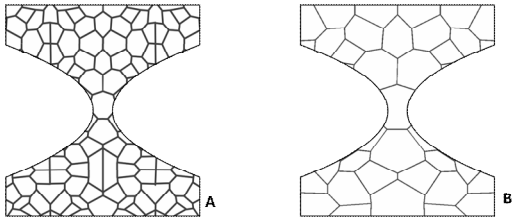


Рис. 3а – Бериллиевая линза из неочищенного материала О30Н; рис. 3в – линза из особо чистого бериллия IS-50M.

Результаты исследования бериллиевых окон и заготовок для линз в режиме рентгеновской микроскопии приведены на рисунке 4. В исследуемом материале были обнаружены зёрна со средним размером 15 мкм и пустоты. Зерно

бериллия хорошо наблюдается за счет фазового контраста на оболочке из оксида бериллия (BeO), которая покрывает всю поверхность зерна, вследствие чего возникает дополнительное поглощение и рассеяние рентгеновского излучения.

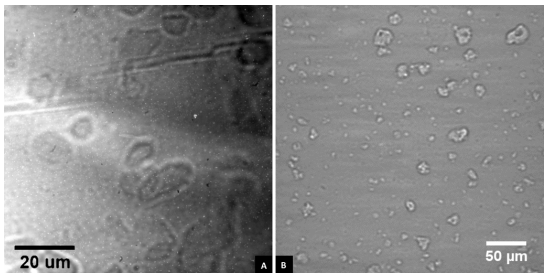


Рис. 4. изображение области Be заготовки для линзы в режиме рентгеновской микроскопии с увеличением (4а - слева) и радиографическое изображение рентгеновского окна (4в - справа).

Попытка очистки бериллия от оксида для минимизации поглощения и рассеивания методом вакуумного отжига приводит к уменьшению примеси кислорода и увеличению зерна бериллия (бериллий марки IS-50M, рис. 3в). Более химически чистый бериллий обладает меньшими углами рассеяния, но дает более выраженную спекл-структуру. Т.к. формирование изображения в схеме высокоразрешающей рентгеновской микроскопии происходит в углах ~ 10 микрорадиан (рис. 1), то спекл-структура присутствует в изображениях. Очевидно, что идеальным материалом для линз мог бы быть «рентгено-аморфный» или «рентгено-гомогенный» материал с размером зерна менее 100 нм для минимизации рассеяния рентгеновского излучения в углы меньшие чем 10 микрорадиан.

Методы ультра-малоуглового рассеяния позволяют охарактеризовать материал до изготовления преломляющей линзы и произвести быструю выборку материала под различные рентгенооптические приложения. В рамках сотрудничества с ОАО ВНИИНМ им А.А.Бочвара (ГК РОСАТОМ) был исследован материал структурированного бериллия (StrBe) в схеме ультра-малоуглового рассеяния по сравнению с традиционными марками бериллия. Результаты продемонстрированы на рисунке 5. Структурированный бериллий обладает большими углами рассеяния, а значит, вносит меньший вклад в углы менее 10 микрорадиан, поэтому этот материал лучше всего подходит для приложений высокоразрешающей рентгеновской микроскопии. Наиболее химически чистый бериллий (IS-50M) обладает меньшими углами рассеяния, поэтому наиболее перспективная область его применения – это рентгеновский микрозонд с микро- и нано-фокусировкой рентгеновского излучения.

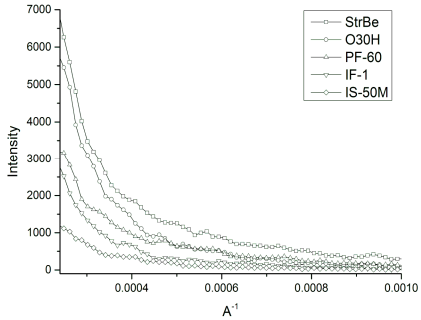


Рис. 5. Результаты ультра-малоуглового рассеяния для различных марок бериллия.

В этой работе изучены различные методы лабораторных и синхротронных исследований, и аттестации качества линз для задач рентгеновской оптики. Продемонстрированы возможные метрологические инструменты, позволяющие характеризовать внутреннюю структуру материала линзы – методы рентгеновской радиографии, микроскопии и ультра-малоуглового рассеяния. Согласно полученным результатам наиболее перспективным материалом для приложений высокоразрешающей микроскопии является структурированный бериллий ВНИИНМ, а материал IS-50M, обладающий меньшими углами рассеяния, больше подходит для фокусировки рентгеновского излучения.

Работа выполнена при поддержке Министерства Образования и Науки Российской Федерации (грант № 14.Y26.31.0002, грант № 02.G25.31.0086).

Автор выражает особую благодарность техническому персоналу станции ID06 ESRF (Гренобль, Франция).

[1] A. Snigirev, V. Kohn, I. Snigireva, B. Lengeler, Nature, 384, pp.49-51, 1996.
[2] A. Snigirev, V. Kohn, I. Snigireva and etc., Appl. Opt. 37, 653-662 (1998)
[3] A. Snigirev, I. Snigireva, Springer Series in Optical Sciences vol. 137, 255-285, 2008
[4] I. Snigireva, G. B. M. Vaughan and A. Snigirev, AIP Conf. Proc. 1365, 188 (2011)
[5] C. G. Schroer, O. Kurapova, J. Patommel and etc., Proc. 8th Int. Conf. X-ray Microscopy IPAP Conf. Series 7 pp.94-96
[6] A. Snigirev et al., I Nucl. Instr. and Meth. in Ph. Rev. A 370 (1996) 6373-6

Влияние латеральной модуляции компонентного состава СР на распределение интенсивности рассеяния вблизи узла обратной решетки

Д.В. Казаков, *Отдел математики Коми НЦ УрО РАН, Сыктывкар, Россия*
e-mail: kazakovdimv@mail.ru

В данной работе с помощью статистической кинематической теории дифракции решена задача дифракции рентгеновских лучей на сверхрешетках (СР) с латеральной модуляцией компонентного состава (ЛМКС). Получены выражения для углового распределения интенсивности рассеяния вблизи узла обратной решётки и приведены результаты численного моделирования дифракции на СР $(InAs)_n/(GaSb)_n$ в трёхосевой схеме дифракции. Расчёты выполнены для двухкомпонентной сверхрешетки с резкими границами между гетеослоями, в объеме которой квазипериодически распределены квантовые нити, по аналогии с работами [1] - [3]. Схема СР представлена на рис. 1: на рисунке изображено параллельное сечение СР с ЛМКС (плоскость рисунка перпендикулярна распространению квантовых нитей) и введена Декартова система координат: ось z направлена вглубь кристалла, ось x — вдоль поверхности СР в плоскости рисунка, ось y — параллельно квантовым нитям (перпендикулярно плоскости рисунка). На рис. 1 пунктирными линиями указано положение границ в плоской сверхрешетке; волнистые линии изображают границы между гетеослоями сверхрешетки с

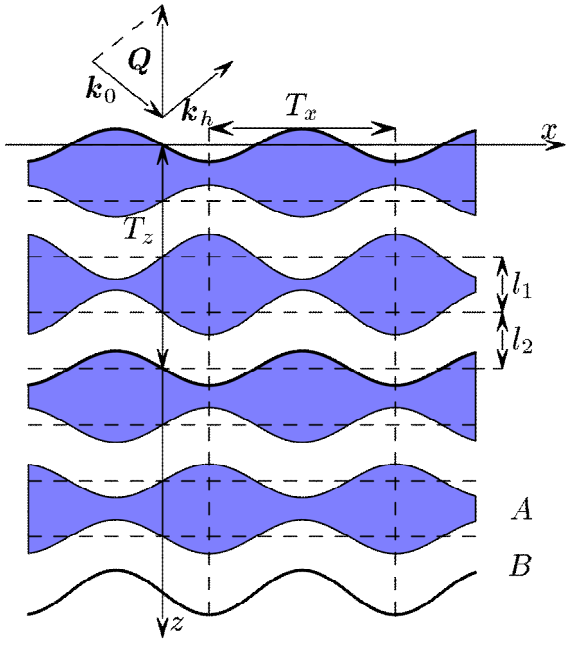


Рис.1 Схема СР с ЛМКС

латеральной модуляцией; жирные линии обозначают границы дополнительной периодической структуры в направлении оси z. Главная особенность данной СР состоит в том, что положения максимумов и минимумов латеральной модуляции каждого последующего слоя A-типа смещены на половину периода по отношению к положению максимумов и минимумов предыдущего одноименного слоя (вдоль оси x). Такая форма пространственной ориентация квантовых нитей формирует сложную, в сравнении с плоской СР, дополнительную пространственно-периодическую структуру вдоль направлении оси z; период такой структуры состоит *из двух слоев* A-типа *и двух слоев* B-типа. Для численного моделирования распределения интенсивности рассеяния рентгеновских лучей вблизи узла обратной решетки необходимо задать численную модель ЛМКС. Воспользуемся для этих целей функцией косинуса. Если пронумеровать слои в дополнительном периоде через p, то форма любой латеральной границы любого слоя может быть записана в виде простого произведения $\varphi_p(x) = (F + \delta F)\cos(k_x x + \alpha_p)$, где F – величина среднего значения амплитуды осцилляций ЛМКС, δF – величина случайного отклонения амплитуды ЛМКС относительно его среднего значения, α_p – смещение фазы осцилляций границы с номером p ($p = 0, \ldots, 4$; $\alpha_0 = \alpha_3 = \alpha_4 = 0$, $\alpha_1 = \alpha_2 = \pi$). Принципиальное отличие данной схемы от моделей представленных в работах [1] - [3] – это наличие флуктуаций амплитуды ЛМКС. Флуктуации амплитуды означают, что в результате случайных изменений условий роста СР верхние и нижние границы в некоторых слоях могут оказаться не сомкнутыми, в результате чего в слое будет образовываться ЛМКС, однако квантовые нити не сформируются. В дальнейшем, ограничимся случаем, когда возникающие в СР флуктуации ЛМКС влекут за собой уменьшение амплитуды осцилляций ЛМКС и размытие границ квантовых нитей, что не приводят к увеличению амплитуды осцилляций или изменению характера пространственной периодичности. Таким образом в нашей модели ЛМКС значения переменной δF будут ограничены в интервале $[-F; 0]$. Процедуру статистического усреднения

по случайным флуктуациям амплитуды δF будем проводить с помощью функции усеченного стандартного нормального распределения. Для решения поставленной задачи воспользуемся общим решением для амплитуды волны отраженной от произвольного кристалла толщиной L, полученным в работе [4]:

$$E_h = \frac{i}{2\pi}\int_0^L dz \iint_\infty dx\, dy\, \sigma_h(\vec{r})\Phi_0(\vec{r})\Phi_h(\vec{r})$$
$$\exp\left(-i\left(\vec{q}\vec{r}+\vec{h}\vec{u}\right)\right)E_0(x-ctg\theta_1 z, y, 0)$$

Полная интенсивность рассеяния рентгеновской волны вблизи узла обратной решетки вычисляется по формуле:

$$I_h(q_x,q_y,q_z) = \left\langle E_h(q_x,q_y,q_z)E_h^*(q_x,q_y,q_z)\right\rangle \quad (1)$$

В результате статистического усреднения уравнения (1) интенсивность рассеяния рентгеновской волны на СР с ЛМКС из M периодов (дополнительной периодической структуры, выделенной жирными линиями на рис. 1) разделяется на два слагаемых:

$$I_h^c(q_x,q_y,q_z) = F_x(q_x)F_y(q_y)F_z(q_z)J_2(q_x,q_z) \quad (2)$$

$$I_h^d(q_x,q_y,q_z) = M\, F_x(q_x)F_y(q_y)F_z(q_z) \left(J_1(q_x,q_z)-J_2(q_x,q_z)\right) \quad (3)$$

В формулах (2) и (3) $F_x(q_x)$, $F_y(q_y)$, $F_z(q_z)$ — аналоги функций Лауэ для СР; функции $J_1(q_x,q_y)$ и $J_2(q_x,q_y)$ вычисляются по формулам:

$$J_1(q_x,q_z) = \sum_{p'=1}^{4}\sum_{p=1}^{4}\frac{\sigma_{p'}^h}{\eta_{p'}}\left(\frac{\sigma_p^h}{\eta_p}\right)^*\prod_{s=1}^{p'-1}r_s\prod_{s=1}^{p-1}r_s^* \left(\begin{array}{l} r_{p'}\left(r_p^* H_{p',p}(q_x) - H_{p',p-1}(q_x)\right) \\ -\left(r_p^* H_{p',p-1}(q_x) - H_{p'-1,p-1}(q_x)\right)\end{array}\right) \quad (4)$$

$$J_2(q_x,q_z) = \left|\sum_{p=1}^{4}\frac{\sigma_p^h}{\eta_p}\prod_{s=1}^{p-1}r_s\left(r_p G_p(q_x) - G_{p-1}(q_x)\right)\right|^2 \quad (5)$$

Полученные выражения зависят от координат q_x, q_y, q_z. Чтобы построить карты распределения интенсивности рассеяния вблизи узла обратной решетки для интенсивности рассеяния $I_h(q_x, q_z)$, необходимо вычислить один из следующих интегралов:

$$I_h(q_x,q_z) = \int_{-\infty}^{+\infty} dq_y\; I_h(q_x,q_y,q_z) = \int_{-\infty}^{+\infty} dy \left|E_h(q_x,y,q_z)\right|^2$$

Аналогичным образом может быть получена интенсивность $I_h(q_y, q_z)$. По сути, интегрирование интенсивности $I_h(q_x, q_y, q_z)$ по q_x и q_y означает вращение образца в поле падающей рентгеновской волны на угол $\pi/2$: рассчитав интенсивность $I_h(q_x, q_z)$ мы можем построить карту распределения интенсивности рассеяния для случая, когда плоскость дифракции и плоскость поперечного сечения ЛМКС — параллельны; вычисляя интенсивность $I_h(q_y, q_z)$ мы получаем карту интенсивности рассеяния в случае, когда плоскость дифракции и плоскость поперечного сечения ЛМКС — перпендикулярны.

С помощью полученных выражений выполнено численное моделирование карт распределения интенсивности рассеяния вблизи узла обратной решетки (002) для СР $(InAs)_n/(GaSb)_n$ с различными значениями параметров ЛМКС ($l_1 = l_2 = l$, обозначения см. на рис. 1). Результаты численного моделирования представлены на рис. 2 – 5. Главная особенность данных графиков, в сравнении картами распределения интенсивности рассеяния для плоских СР (рис. 2), - это дополнительные сателлитные пики распределенных вдоль оси q_x (рис. 2). Положениепиков на карте определяется

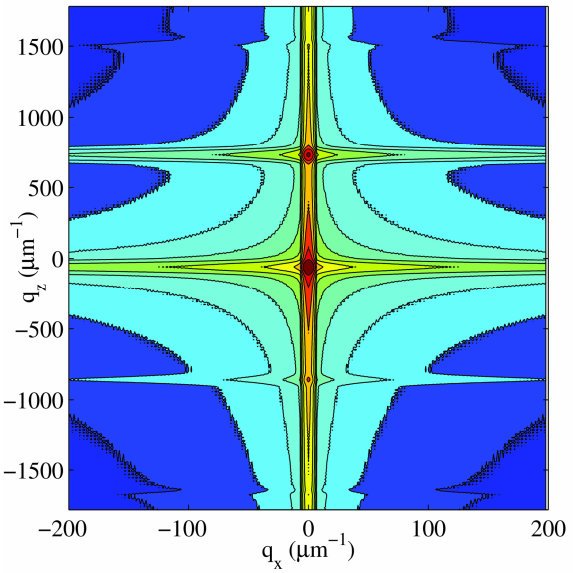


Рис.2 $I_h(q_x, q_z)$: $F = 0$; $\sigma = 0$.

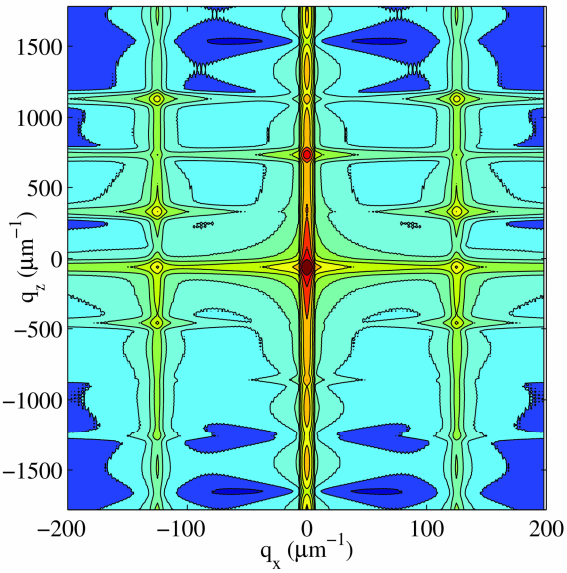


Рис.3 $I_h(q_x, q_z)$: $l = 4$ нм; $T_x = 50$ нм; $F = 2$ нм; $\sigma = 0.1$ нм.

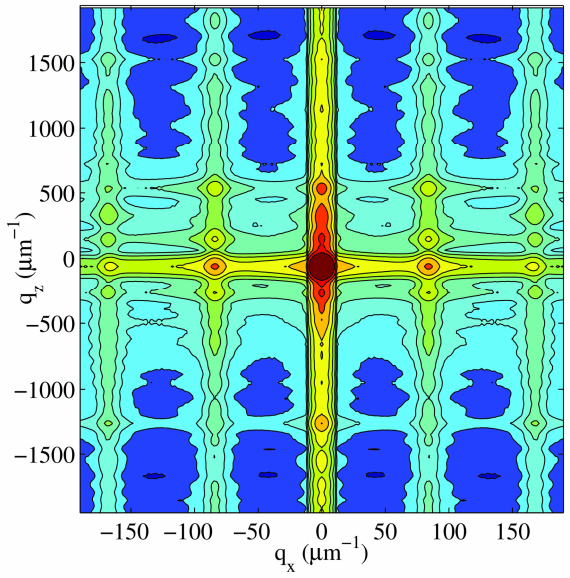


Рис.4 $I_h(q_x, q_z)$: l = 8 нм; T_x = 75 нм; F = 4 нм; σ = 0,2 нм.

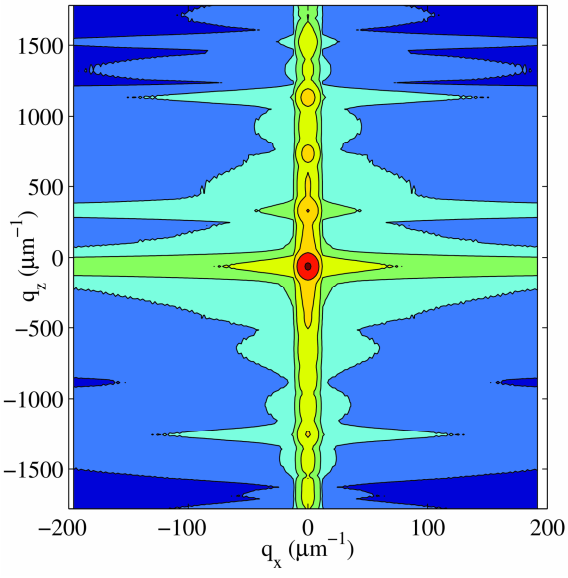


Рис.5 $I_h(q_y, q_z)$: l = 4 нм; T_x = 50 нм; F = 2 нм; σ = 0,1 нм

длиной латерального периода T_x и длиной дополнительного вертикального периода T_z

(рис. 4). С ростом T_x пики смещаются ближе к оси q_z, а с уменьшением T_z пики удаляются от главного пика вдоль оси q_z, как и в случае плоской СР. Интенсивность дополнительных пиков зависит от величины амплитуды осцилляций ЛМКС: при $F = 0.5\ l_1$ интенсивность дополнительных пиков достигает максимума; с уменьшением амплитуды F интенсивность дополнительных пиков уменьшается и при значениях F близких к нулю они полностью исчезают, а график распределения интенсивности рассеяния $I_h(q_x, q_z)$ совпадает с графиком для плоской СР. На рис. показано влияние величины стандартного отклонения σ на вид распределения интенсивности рассеяния $I_h(q_x, q_z)$. При малых значениях σ интенсивность рассеяния определяется преимущественно регулярной структурой ЛМКС. Однако, с ростом σ влияние флуктуаций нарастает и при достаточно больших значениях этого параметра острые сателлиты от регулярной структуры могут быть полностью подавлены диффузным фоном. На рис. 5 показан график распредления интенсивности рассеяния $I_h(q_y, q_z)$: на этих отсутствует сателлитная структура вдоль оси q_x, однако сохраняются дополнительные пики вдоль оси q_z. Данные пики объясняются наличием дополнительной периодической структуры распределенной по глубине СР, которая сохраняется при вращении образца относительно плоскости дифракции. Положение пиков зависит от толщины дополнительного вертикального периода, а их интенсивность от величины амплитуды F.

Работа выполняется при частичной финансовой поддержке РФФИ (проект №13-02-00272-а), программы Президиума РАН №12-П-1-1014 и программы фундаментальных исследований УрО РАН №12-У-1-1010.

[1] Stokes D.W., Forrest R.L., Li J.H. et al // Appl. Phys., Vol. 93, No. 1, 311 – 315 (2003).
[2] Stokes D.W., Forrest R.L., Li J.H. et al // IEE Proc.-Optoelectron., Vol. 150, No 4 (2003).
[3] Li J.H., Stokes D.W., Wickett J.C. et al // Journal of applied physics, 107, 123504 (2010).
[4] Nesterets Y.I., Punegov V.I. // Acta Cryst., A56, 540 – 548 (2000).

Влияние сферичности рентгеновских волн на определение структуры поликристаллов с кристаллитами в промежуточной области между нано- и микро-размерами. На примере определения структуры YBO_3

И.М. Шмытько, Г.Р. Ганеева
Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Московская обл.
e-mail: shim@issp.ac.ru

В настоящее время большое внимание уделяется изучению структурного состояния и фазовых трансформаций наноскопических систем при изменении размера кристаллитов. При этом используются стандартные методы, основанные на кинематической дифракции, которые по определению предполагают падающую на объект исследования рентгеновскую волну плоской. Влияние сферичности волны обычно учитывается в динамической теории дифракции при исследовании высокосовершенных монокристаллов. Оказывается, что сферичность рентгеновских волн может также оказывать существенное влияние и на распределение интенсивностей рентгеновских рефлексов для поликристаллических объектов. Такое заключение следует из нижеприведенных исследований влияния формы и размера кристаллитов на интенсивности рентгеновских рефлексов, определяющих положение атомов в известной ячейке, а, следовательно, и объективность структурного анализа поликристаллов.

Исследование проведено на примере ортобората YBO_3, синтезированного из аморфных прекурсоров. Выбор ортобората иттрия обусловлен тем, что до настоящего времени существуют разногласия по поводу его структуры при комнатной температуре как таковой и структуры его высокотемпературной фазы, [1]. Так в базе структурных данных PDF-2 считается, что в обоих случаях борат иттрия имеет гексагональную решетку фатерита и пространственную группу симметрии *S.G.* P63/m для низкотемпературной фазы и *S.G.* P63/mmc для высокотемпературной фазы. В то же время в работах [2-3] делается утверждение, что реальная структура имеет моноклинную кристаллическую ячейку и пространственную группу симметрии *C*2/*c*. Более того в работе [3] приводятся литературные данные о структурных состояниях с пространственными группами симметрии *P-6c2, P63/m, R32, C2/c*. Одной из причин такого несоответствия может быть зависимость интенсивности рентгеновских рефлексов от размера и формы кристаллитов. Наш метод синтеза боратов из аморфных прекурсоров при повышенных температурах отжига позволяет менять как размер кристаллитов от нано- до микроразмера, так и их форму, что дает основание надеяться на положительный ответ на поставленный вопрос о реальном структурном состоянии ортобората иттрия.

Аморфные прекурсоры бората иттрия были синтезированы обменным взаимодействием нитратов иттрия с борной кислотой в водной среде. Твердофазный синтез YBO_3 осуществлялся путем отжига аморфного прекурсора при повышенных температурах в лабораторной печи SNOL-6.7/1300 и характеризовался последовательными изотермическими отжигами в течение 1-4 часов при температурах 600, 700, 800, 900^0 C и т.д. После очередного отжига образец извлекался из печи для быстрого охлаждения на воздухе и определения его структурного состояния. Кроме того рентгеновские исследования проводились *in situ* в высокотемпературной рентгеновской камере HTK 2000 (ANTON PAAR), позволяющей поддерживать заданную температуру в интервале 100-1300 C ± 1.0 град. Структурное состояние образцов регистрировалось на рентгеновском дифрактометре D500 (Siemens) с использованием схемы Брэгга-Брентано. Использовалось монохроматизированное выходным графитовым монохроматором Cu-K_α излучение. Изменение формы кристаллитов регистрировалось на электронном сканирующем микроскопе SUPRA II.

На рис.1. показаны дифракционные спектры бората иттрия YBO_3 для исходного прекурсорного состояния (спектр (a)), после последовательности отжигов при T=600 и 700° *C* по 2 часа (спектр (b)), и после череды последующих отжигов через каждые 100° *C* до конечной температуры, равной 1200° *C* (спектр (c)). Все спектры были получены при комнатной температуре после соответствующего отжига образца в лабораторной печи SNOL-6.7/1300 на воздухе. Из сравнения спектров (b) и (c) хорошо видно, что относительные интенсивности многих рефлексов значительно изменились. Если исходить из штрих диаграмм базы данных PDF-2, то спектр (b) соответствует низкотемпературной фазе фатерита (*S.G.* P63/m (176)), а спектр (c) соответствует высокотемпературной фазе фатерита (*S.G.* P63/mmc (194)), в которую согласно литературным данным низкотемпературный

фатерит переходит вблизи 1000° С, [3]. Однако согласно калориметрическим измерениям, проведенных в работе [4], высокотемпературная фаза

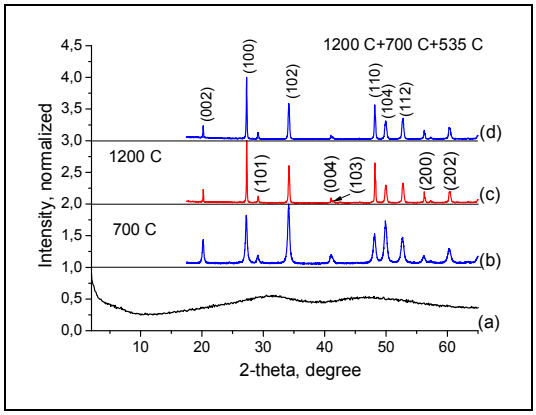


Рис.1. См. текст.

не может сохраняться при комнатной температуре. Она испытывает обратный фазовый переход в низкотемпературную фатеритную модификацию хотя и со значительным температурным гистерезисом, но не ниже 600° *C* даже при быстром охлаждении образца. Тем не менее, предполагая, что кинетика обратного фазового перехода из высокотемпературной фазы фатерита в низкотемпературную фазу может в наших экспериментах быть по какой то причине и замедленной, для образца отожженного при 1200° С мы провели дополнительные отжиги при 700° *C* в течение 12 часов и затем еще при 535° *C* в течение 25 часов. Никаких заметных изменений в распределении интенсивностей рефлексов после каждого среднетемпературного отжига наблюдено не было, см. спектр (d) на рис.1. Это обстоятельство ставит вопрос о фазовых состояниях, отображенных на рис.1. Для ответа были проведены высокотемпературные исследования YBO_3 *in situ*. На рис. 2 показаны нормированные на пиковую интенсивность рефлекса (100) спектры YBO_3, полученные для одного и того же образца при разных условиях отжига. Спектр (a) снят при комнатной температуре после отжига порошкообразного образца на воздухе в лабораторной печи SNOL-6.7/1300 при температуре 1200° С. Далее полученный образец был спрессован в таблетку при нагрузке, равной 5 Т/см^2, помещен в высокотемпературную рентгеновскую камеру HTK-2000 (ANTON PAAR) и снят в вакууме *in situ* при температуре 1250° С, см. спектр (*b*).

Спектр (c) – снят в той же камере в вакууме после понижения температуры образца до комнатной. Сравнение спектров наглядно показывает, что соотношение интенсивностей всех базисных рефлексов практически не изменилось. Последнее обстоятельство могло бы быть интерпретировано как отсутствие обратного фазового перехода из высокотемпературной фазы фатерита в низкотемпературную. Однако это не так.

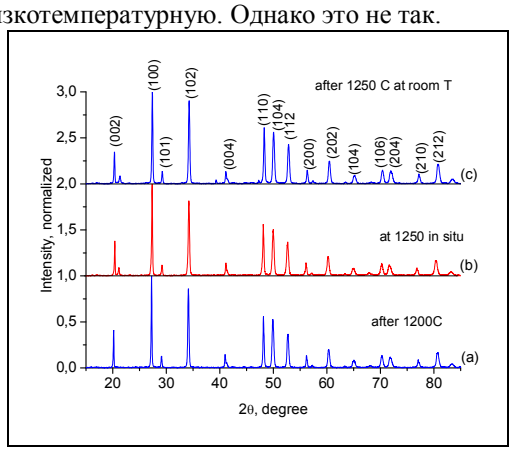
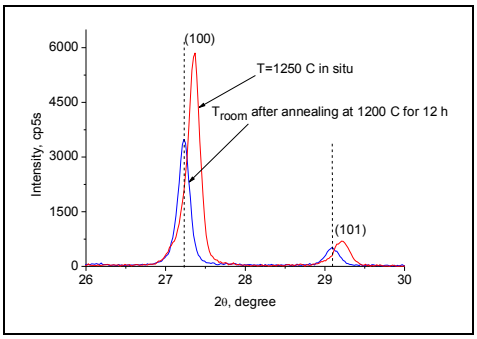


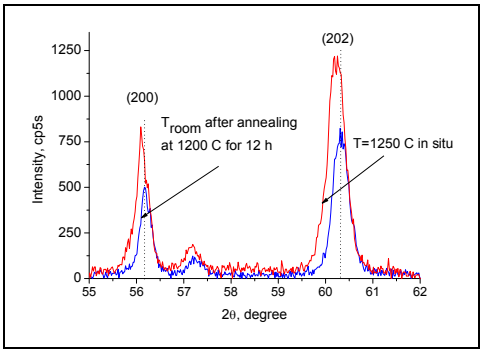
Рис.2. См. текст.

На рис. 3 более детально показаны участки дифракционных спектров для образца, снятого в высокотемпературной вакуумной камере *in situ* при 1250° С, и образца, снятого при комнатной температуре, но предварительно отожженного на воздухе при 1200° С в печи SNOL-6.7/1300.

Штриховыми вертикальными линиями отображены положения штрих диаграммы фатеритовой фазы YBO_3 из базы данных PDF-2. Из сравнения положений рефлексов (100) и (200) на рис. 4(а) и рис. 4(б) хорошо видно, что для высокой температуры они сдвинуты относительно базисных положений в разные стороны.



(a)



(b)

Рис.3.

В то же время оказалось, что рефлексы (002) и (004) сдвинуты в одну сторону. Сдвиг «высокотемпературных» рефлексов в разные стороны относительно порядков отражения базисных рефлексов (100) и (200) означает, что эти рефлексы уже не являются порядками отражения и, следовательно, отображают фазовый переход выше 1000° С в новую низко симметричную фазу. В то же время из положения «высокотемпературных» рефлексов, параллельных базисным отражениям (002) и (004), было показано, что они продолжают оставаться порядками отражений. Последнее означает, что базисное направление [001] сохранило свою ориентацию и в высокотемпературной фазе, а основные изменения произошли в базисной «a»-«b» плоскости исходной гексагональной модификации. Отсюда мы делаем заключение, что наиболее вероятной высокотемпературной фазой YBO_3 является фаза с моноклинной ячейкой.

Таким образом, приведенные результаты наглядно показывают, что в кристаллах ортобората иттрия действительно реализуется моноклинная модификация, но она образуется при высокой температуре. При этом, малое изменение параметров решетки в базисной «a»-«b» плоскости исходной ячейки указывает на малые смещения атомов в исходной ячейке при высокотемпературном фазовом переходе. Это в свою очередь приводит к малому изменению в распределении интенсивностей рефлексов высокотемпературной фазы по отношению к интенсивностям рефлексов базисной модификации, что и отображено на рис. 2.

Остается вопрос: «Чем же тогда обусловлено такое сильное перераспределение интенсивности рефлексов при комнатной температуре при повышении температуры отжига образца, отображенное на рис.1?». Единственным параметром, изменяющимся при последовательных отжигах образца, является размер и форма кристаллитов. Для установления влияния размера кристаллитов на распределение соотношения интенсивностей рентгеновских рефлексов были проведены детальные измерения интегральной интенсивности рефлексов после последовательных отжигов одного и того же образца. На рис.4 такие изменения показаны для отражения (102).

На рисунке видно, что интегральная интенсивность сначала растет с температурой отжига до 900° С, затем несколько снижается в области возможного фазового перехода при 1000° С, затем снова подрастает с повышением температуры отжига до 1100° С. Далее при температуре отжига 1200° С происходит падение интегральной интенсивности тем более сильное, чем дольше время отжига образца. Полученный результат однозначно указывает на влияние размера кристаллитов на распределение интенсивностей рефлексов.

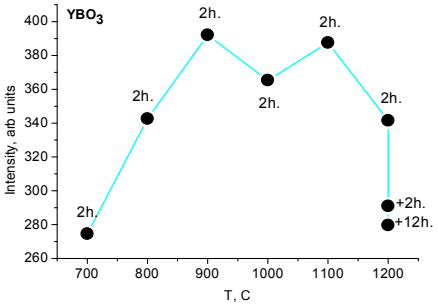
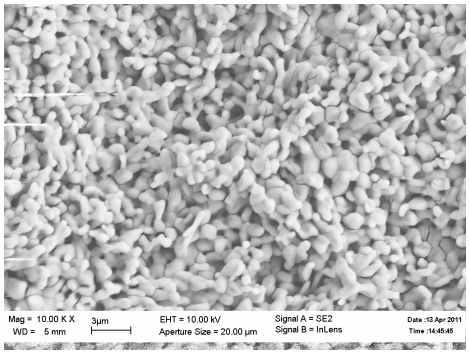


Рис.4

Действительно, если бы «перекачка» интенсивности базисных рефлексов выше температуры 1000° С была бы обусловлена только фазовым переходом в высокотемпературную фазу, то в этом случае относительное распределение интенсивности рентгеновских рефлексов не должно было бы зависеть от последовательности отжигов и должно было бы определяться только симметрией высокотемпературной фазы.

(a)



(b)

Рис. 5. SEM изображение YBO_3 после отжига прекурсора при 800° С в течение 2 часов (a) и последующего отжига при 1200° С в течение 16 часов (b).

Ясно, что если кристаллиты имеют сферическую форму, то независимо от их диаметра относительного перераспределения интенсивностей базисных рефлексов не произойдет в силу симметрии формы. Такое перераспределение возможно, если для разных кристаллографических направлений размер кристаллитов будет сильно различаться. Последнее и отображает влияние размера и формы кристаллитов, зависящих от режимов отжига, на соотношение интенсивностей базисных рефлексов. Действительно, на топологических изображениях, полученных методом электронной сканирующей микроскопии (*SEM*), см. рис.5, хорошо видно, что при низких температурах наночастицы YBO_3 имеют форму, близкую к сферической, а при температуре отжига, равной 1200° С кристаллиты приобретают форму гантелей с размером в несколько микрон вдоль длинной оси.

Полученный результат может быть объяснен на основе классической теории изменения интенсивности рассеяния света от количества перекрытых объектом зон Френеля для сферической падающей волны. Согласно теории рассеяния, изложенной в книге В.И. Ивероновой и Г.П. Ревкевич «Теория рассеяния рентгеновских лучей», первая зона Френеля представляет собой эллипс, вытянутый вдоль направления падающего пучка (оси «x»). Величины полуосей «a» и «b» соответственно равны

$$a = \frac{1}{\sin\vartheta}\sqrt{\frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2}\lambda} \qquad b = \sqrt{\frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2}\lambda},$$

где R_1 - путь «фокус трубки – кристалл», R_2- путь «кристалл - точка наблюдения». Учитывая, что в традиционно используемой схеме съемки Брегга-Брентано $R_1=R_2$ и в большинстве рентгеновских дифрактометров равно 18-20 см., мы получаем диаметр первой зоны Френеля равный ~ 3 μm. При переходе во вторую зону Френеля рассеяние рентгеновской волны происходит в противофазе рассеяния на первой зоне Френеля и, следовательно, суммарная интенсивность должна уменьшаться. Изменение амплитуды рассеяния результирующей волны в зависимости от того, сколько зон Френеля перекрыто, описывается спиралью Корню. Согласно оценке, полученной по приведенной формуле, для размеров частиц меньших 3 mkm интенсивность рассеяния будет расти с увеличением размера, а при превышении этого размера интенсивность отражений начнет уменьшаться, что и наблюдается в эксперименте.

[1]. Levin E.M. in *Phase Diagrams*, Ed. by A. M. Alper (Academic, New York, 1970), Vol. 3, p. 180.
[2]. Lia Ling, Zhou Shihong, Zhanga Siyuan, Solid State Sciences **10**, 1173 (2008).
[3]. Lin Jianhua, Sheptyakov Denis, Wang Yingxia, and Allenspach Peter, Chem. Mater. **16,** 2418 (2004).
[4]. Plewa J., and Jüstel T., Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, Vol. **88,** 531 (2007).

Восстановление трехмерных РТТ-изображений и исследование полей деформации вокруг дислокаций в кристаллах кремния

Д.А. Золотов[1], В.Е. Асадчиков[1], И.С. Беседин[1], А.В. Бузмаков[1], А.Э. Волошин[1], Ф.Н. Чуховский[1], Ю.Л. Иунин[2], И.А. Смирнова[2]
[1]*Институт кристаллографии РАН, Москва, Россия*
[2]*Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия*
e-mail: zolotovden@crys.ras.ru

Основной задачей рентгеновской топо-томографии является вопрос о количественном распределении полей деформации, связанных с наличием одиночных дефектов в кристаллической решетке. В данной работе представлены результаты теоретического и экспериментального исследования дислокационного контраста для описания линейных дефектов монокристаллов с помощью метода рентгеновской топо-томографии с применением лабораторных рентгеновских источников. Принципиальная схема экспериментальной установки рентгеновской топо-томографии показана на рис. 1 [1].

Для наших исследований мы использовали плоскопараллельные образцы монокристалла кремния с ориентацией поверхности (111), толщиной 1 мм, в которые были введены отдельные линейные дислокации с помощью метода четырехопорного изгиба. Эксперименты проводились на монохроматическом излучении с длиной волны MoKα1 (λ = 0,071 нм). Нами была получена серия экспериментальных рентгеновских топографических изображений при поворотах образца вокруг вектора дифракции (220) с шагом 2^0, общий диапазон углов - 360^0. Полученные таким образом двумерные изображения используются для получения трехмерных изображений с помощью модифицированного алгебраического метода SART [2].

Параллельно с этим, для трехмерной реконструкции было выполнено компьютерное моделирование соответствующих двумерных изображений винтовой и 60-градусной дислокаций на основе численного решения уравнений Такаги-Топэна [3], а также проведены количественные оценки их контраста в зависимости от угла поворота вокруг вектора дифракции и от глубины залегания дислокации.

Оба вышеуказанных подхода для получения трехмерных изображений используются для сравнительного анализа возможности определения трехмерных полей деформации вокруг дислокаций [3].

Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант № 13-02-00552.

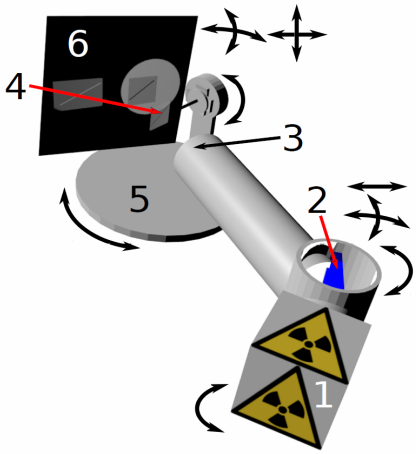


Рис. 1. Схема топо-томографического эксперимента. 1 - рентгеновская трубка; 2 - кристалл-монохроматор; 3 - трубчатый коллиматор; 4 - исследуемый образец; 5 - гониометр; 6 - ПЗС-детектор.

[1] Zolotov D. A., Buzmakov A. V., Asadchikov V. E. *et.al.*. Crystallography Reports, **56** (2011).
[2] Zolotov D.A., Buzmakov A.V., Asadchikov V.E. ICTMS, July 1-5, Ghent, Belgium. Book of Abstract. Posters (2013).
[3] Besedin I.L., Chukhovskii F.N., AsadchikovV.E. Crystallography Reports, **59** (2014).

Высокопористый наноберилий для подавления спекла рентгеновского излучения

А.Ю. Гойхман[1], И.И. Лятун[1], П.А. Ершов[1], И.И. Снигирева[2], А.А. Снигирев[1,2], В.В. Горлевский[3], А.А. Семенов[3], М.С.Шевердяев[3], В.О.Колецкий[3]

[1] *Балтийский Федеральный Университет им. И. Канта, Калининград*

[2] *Европейский центр синхротронного излучения, Гренобль, Франция*

[3] *Открытое акционерное общество "Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А.Бочвара"*

e-mail: AGoikhman@ymail.com

Рентгеновская фазово-контрастная микроскопия, реализуемая, в частности, на синхротронных источниках рентгеновского излучения - это мощная и гибкая методика для материаловедческих исследований, медицинских и биологических приложений, и т.д., позволяющая проводить анализ низко-контрастных материалов и интерфейсов с высоким разрешением [1-3]. В тоже время, полная характеризация объекта методами рентгеновской микроскопии возможна только при сравнении изображений объекта в фазовом и амплитудном контрасте, наблюдаемом при полностью некогерентной засветке объекта. Таким образом, возможность управления когерентностью рентгеновского излучения является очень востребованной.

Хорошо известно, что ультрадисперсные системы могут быть использованы как рентгеновские диффузоры, существенно уменьшающие значения когерентности рентгеновского излучения в точке их установки, однако согласно данным литературы наилучшее значение пропускания рентгеновского излучения, обнаруженное, в частности, для борного порошка, на сегодняшний день составляет не более 85% [4].

Данная работа посвящена результатам исследований применения высокопористого наноберилия как прозрачного рентгеновского диффузора с поглощением менее 1% для 1 мм толщины (при энергии излучения 12 КэВ). Высокопористый наноберилий произведен в ОАО «ВНИИНМ» (ГК «Росатом») с применением технологии гидрирования-дегидрирования. Специальное устройство подавления спекла, содержащие диск толщиной 4мм из пористого наноберилия, полностью закрытый бериллиевыми окнами с сапфировым покрытием, и вращающийся с постоянной скоростью 200 оборотов в минуту, было использовано для демонстрации эффекта подавления спекла в схеме in-line изображения на станции микрооптических исследований ID06 Европейского источника синхротронного излучения (ESRF). В качестве классического объекта фазового контраста было применено борное волокно [1], размещенное на расстоянии 57,93 м от источника; монохроматор настроен на энергию 9,5 КэВ; высокоразрешающий рентгеновский детектор расположен на расстоянии 2,62 м от объекта

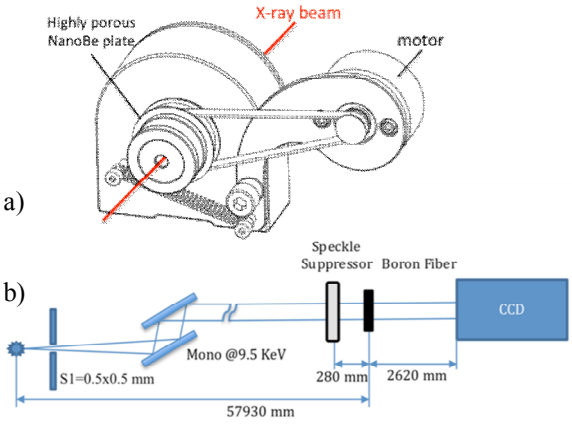


Рис. 1 a) внешний вид и схема устройства подавления спекла, b) оптическая схема эксперимента in-line изображения борного волокна

При установке в экспериментальной схеме (рис. 1) устройства подавления спекла перед бороной фиброй (на расстоянии 280 мм) в фиксируемом на детекторе изображении исчезали интерференционные полосы, регистрируемые от края объекта (рис. 2). Анализ зафиксированного изображения позволил вычислить угловой размер источника: при внесении в оптическую схему устройства подавления спекла размер источника увеличивался я в 4 раза (с 50 до 200 мкм)

Кроме того, была реализована схема рентгеновской микроскопии для исследования возможностей применения устройства подавления спекла: изображение тестовой структуры Siemens Star было увеличено в 63 раза с использованием 71 Be линзы, изготовленных из материала марки О30Н производства Materion

Brush (США), которые были размещены на расстоянии 220 мм от объекта.

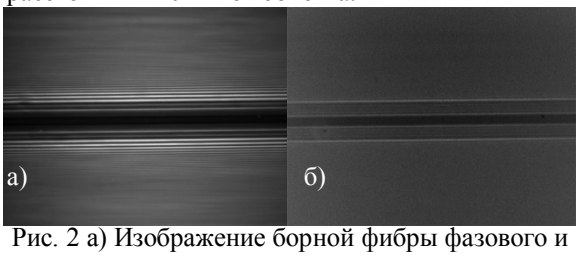


Рис. 2 а) Изображение борной фибры фазового и амплитудного контраста в стандратной изображающей радиографической схеме, наблюдается большое количество интерфренционных полос благодаря высокой когерентности излучения, б) Изображение борной фибры в случае чистого амплитудного контраста, наблюдаемое после внесения в схему устройства подавления спекла.

Для регистрации изображения был использован детектор высокого разрешения Photonic Sceince, с областью изображения 13x13 мм и размером пикселя 6.5 мкм, размещенный на расстоянии 14.8 метра от системы линз. На расстоянии 80 мм от объекта было размещено устройство подавления спекла.

а)

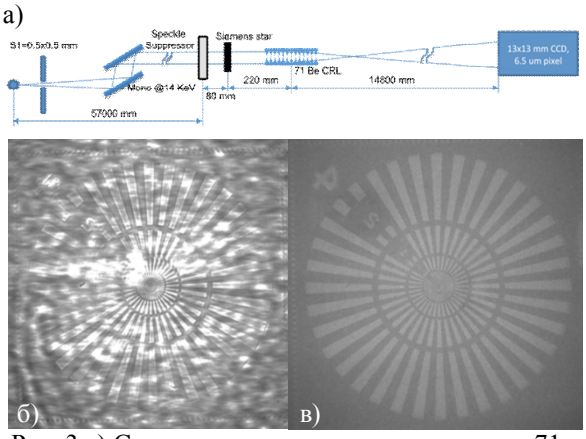


Рис. 3 а) Схема рентгеновского микроскопа с 71 бериллиевой линзой, б) увеличенное изображение тестового объекта (Siemnes Star) в) увеличенное изображение тестового объекта после введения устройства подавления спекла на рассоятнии 10мм перед объектом

На рис. 3 приведено изображение, полученное на детекторе без использования в оптической схеме устройства подавления спекла (рис. 3б) и с использованием (рис. 3в). Наличие устройства подавления спекла в системе существенно влияет на качество изображения практически полностью нивелируя спекл-структуру изображения, вклад в которую дает зернистая структура бериллия, использующегося в окнах и линзах. Важно отметить, что в данной схеме рентгеновского микроскопа были применены линзы из наиболее чистого коммерчески доступного бериллия марки О30Н.

Использование устройства подавления спекла на основе пористого наноберилия в схемах рентгеновской оптики позволяет существенно улучшить качество регистрируемого изображения, сделать его более чистым. При этом, как для любой ультрадисперсной системы, на образцах пористого наноберилия наблюдается малоугловое рассеяние, в связи с чем оптимальное положение устройства подавления спекла в схемах рентгеновской микроскопии должно быть близко к фокусу конденсорной линзы, или мнимому фокусу объективной линзы.

Работа выполнена при поддержке Министерства Образования и Науки Российской Федерации (грант № 14.Y26.31.0002, грант № 02.G25.31.0086).

Авторы выражают особую благодарность техническому персоналу станции ID06 ESRF (Гренобль, Франция): Carsten Detlefs и другим.

[1] A. Snigirev, I. Snigireva, V. Kohn, S. Kuznetsov, and I. Schelokov, “On the possibilities of x-ray phase contrast microimaging by coherent high-energy synchrotron radiation,” Rev. Sci. Instrum. **66**(12), 5486–5492 (1995).

[2] P. Cloetens, R. Barrett, J. Baruchel, J. P. Guigay, and M. Schlenker, “Phase objects in synchrotron radiation hard x-ray imaging,” J. Phys. D Appl. Phys. **29**(1), 133–146 (1996).

[3] S. W. Wilkins, T. E. Gureyev, D. Gao, A. Pogany, and A. W. Stevenson, “Phase-contrast imaging using polychromatic hard X-rays,” Nature **384**(6607), 335–338 (1996).

[4] Yoshiki Matsuura, Izumi Yoshizaki and Masahiko Tanaka “X-ray diffuser”, J. Appl. Cryst. (2004). 37, 841-842

Групповое время задержки при отражении волн от многослойных структур и мнимые парадоксы в нейтронной и рентгеновской оптике

В.А. Бушуев[1], А. И. Франк[2]
[1]*Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Москва, Россия*
[2]*Лаборатория Нейтронной физики имени И.М. Франка ОИЯИ, Дубна, Россия*
e-mail: vabushuev@yandex.ru

Аннотация. Проведен анализ понятия группового времени задержки (ГВЗ) при отражении электромагнитных волн и нейтронов от резонансных и нерезонансных сред и слоистых структур. Рассмотрена связь ГВЗ с временно́й задержкой импульсов и пространственным продольным сдвигом пучков. Обсуждены возникающие при этом мнимые парадоксы и влияние ГВЗ на форму отраженных импульсов и пучков. Помимо оригинальных результатов приведены сведения, представляющие общефизический и методологический интерес.

Введение. В классических работах [1, 2] на основе квантово механического рассмотрения рассеяния падающих частиц было введено понятие группового времени задержки (ГВЗ, group delay time) как меры времени взаимодействия в квантовой механике. Было получено, что ГВЗ τ определяется соотношением

$$\tau = \hbar(d\varphi/dE) = d\varphi/d\omega, \qquad (1)$$

где φ - фаза волновой функции частицы после акта рассеяния (взаимодействия), $E = \hbar\omega$ – энергия, ω - частота. При выводе (1) использовался фундаментальный принцип причинности.

Естественным образом возникают следующие вопросы: 1) Применимо ли соотношение (1) при рассмотрении взаимодействия произвольного излучения с макроскопическими объектами; 2) Может ли производная фазы быть отрицательной и как в этом случае интерпретировать отрицательное время задержки τ; 3) Имеется ли связь ГВЗ с известным в оптике эффектом Гуса-Хенхен [3], т.е. продольным смещением пучка при его отражении от границы раздела.

Применительно к случаю отражения соотношение (1) можно получить следующим простым образом. Совершенно очевидно, что для монохроматической волны, бесконечной во времени, говорить о времени задержки не корректно. Нужен некий "репер", каковым может служить ограниченный во времени импульс. Рассмотрим отражение импульса $A_{in}(t) = A_0(t)\times \exp(-i\omega_{in}t)$ от какой-либо среды, где $A_0(t)$ – огибающая импульса, ω_{in} – центральная частота. Разложим $A_{in}(t)$ в интеграл Фурье

$$A_{in}(t) = \int_{-\infty}^{\infty} A_{in}(\omega)\exp(-i\omega t)d\omega, \qquad (2)$$

где спектральные амплитуды

$$A_{in}(\omega) = \frac{1}{2\pi}\int_{-\infty}^{\infty} A_{in}(t)\exp(i\omega t)dt. \qquad (3)$$

Пусть $R(\omega) = |R(\omega)|\exp[i\varphi(\omega)]$ – амплитудный коэффициент отражения монохроматической волны с частотой ω, где $\varphi(\omega)$ – фаза отражения. Тогда амплитуда отраженного импульса

$$A_R(t) = \int_{-\infty}^{\infty} A_{in}(\omega)R(\omega)\exp(-i\omega t)d\omega. \qquad (4)$$

Предположим, что в пределах спектра падающего импульса модуль коэффициента отражения изменяется слабо. Тогда можно положить $|R(\omega)| \approx |R(\omega_{in})|$ и вынести его из под знака интеграла в (4). Фазу $\varphi(\omega)$ разложим в ряд и ограничимся первыми двумя членами: $\varphi(\omega) = \varphi(\omega_{in}) + (d\varphi/d\omega)|_{\omega in}\times(\omega - \omega_{in})$. Подставим $\varphi(\omega)$ в (4). В результате с точностью до несущественных фазовых множителей получим, что

$$A_R(t) = |R(\omega_{in})|\int_{-\infty}^{\infty} A_{in}(\omega)\exp[-i\omega(t-\tau)]d\omega, \qquad (5)$$

где $\tau = (d\varphi/d\omega)$, что совпадает с (1).

Из сопоставления (5) и (2) видно, что отраженный импульс $|A_R(t)| = |R(\omega_{in})|\times|A_{in}(t-\tau)|$ по форме совпадает с падающим импульсом, но смещен по времени на некоторое "время задержки" τ (1) и отличается на модуль $|R(\omega_{in})|$.

Если в (5) $\tau > 0$, то импульс отражается с некоторой временной задержкой, что вполне естественно, так как некоторое время импульс тратит на распространение в среде. Если же $\tau < 0$, то мы приходим к абсурдному и физически невозможному результату, а именно - импульс начинает отражаться еще до своего падения на поверхность среды. Следует отметить, что ситуации с отрицательной производной (1) реализуются в многослойных структурах (см. ниже).

Ясно, что такой парадокс возник из-за упрощения в (4) при разложении фазы в ряд. Легко показать, что учет второй производной приводит к некоторому расплыванию импульса и

к изменению его формы. В общем же случае следует точно учитывать спектральные зависимости функций $A_{in}(\omega)$ и $R(\omega)$ под знаком интеграла (4).

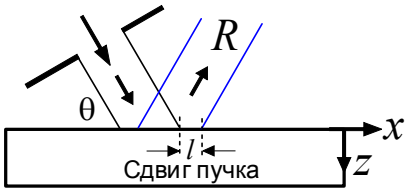


Рис. 1. Смещение пучка при отражении.

По аналогии с (2)-(5), разлагая амплитуду $A_0(x)$ ограниченного пучка на поверхности в интеграл по плоским волнам $\exp(ik_x x)$, можно описать продольное смещение пучка при отражении (эффект Гуса-Хенхен, рис. 1). Величина смещения $l = -d\varphi/dk_x$. С учетом законов дисперсии $\omega = kc$ для э.-м. волн и $E = \hbar^2k^2/2m$ для нейтронов получим связь между смещением l и ГВЗ τ: $l = \tau c\cos\theta$ и $l = \tau V_x$, где θ - угол скольжения, V_x -продольная компонента скорости нейтронов [4].

Резонансные системы. Для анализа фазы и ее производной рассмотрим вначале простейшую модель рассеяния частиц и фотонов, которую принято характеризовать амплитудой рассеяния

$$f(\omega) = f_0 + \Delta f'(\omega) + i\Delta f''(\omega), \qquad (6)$$

где f_0 и Δf – описывают потенциальный и резонансный вклады соответственно. Обычно используют следующие выражения для $f(\omega)$:

$$f(\omega) = f_0 - \Gamma/[\omega - \omega_0 + i\Gamma], \qquad (7.1)$$

$$f(\omega) = f_0 - \omega_e^2/[\omega^2 - \omega_0^2 + i\Gamma\omega]. \qquad (7.2)$$

Функции (7) замечательны тем, что они удовлетворяют соотношениям Крамерса-Кронига.

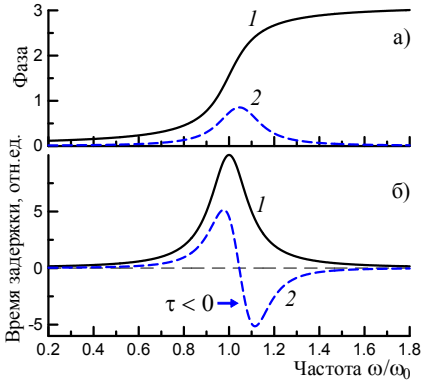


Рис. 2. Фаза (а) и групповое время задержки (б) для резонансного рассеяния (*1*) и с учетом интерференции потенциального и резонансного каналов (*2*). $\Gamma = 0.1\omega_0$; $f_0 = 0.01$ (*1*); $f_0 = 1.1$ (*2*).

На рис. 2 представлены фазы амплитуд $f(\omega)$ и их производные, т.е. ГВЗ. Кривые *1* соответствуют чисто резонансному рассеянию ($f_0 \approx 0$). Фаза монотонно увеличивается, а функция τ отражает хрестоматийно известный факт наличия состояния с временем жизни $\tau_0 \approx 1/\Gamma$. Однако учет потенциального канала рассеяния ($f_0 \neq 0$) приводит к кардинальному изменению φ и τ (кривые *2*). Самым примечательным является появление отрицательного времени задержки $\tau < 0$ в области частот $\omega > \omega_0$ выше резонанса.

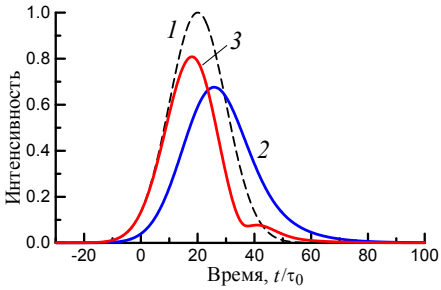


Рис. 3. *1* – падающий импульс; *2* – резонансное рассеяние, $\Delta t = +2.2\tau_0$; *3* – рассеяние с учетом потенциального канала, $\Delta t = -0.8\tau_0$. Длительность импульса $\tau_p = 4\tau_0$, $\omega_{in} = 1.2\omega_0$.

Из рис. 3 видно, что в случае наличия одного лишь резонансного канала максимум рассеянного импульса задержан, т.е. смещен на величину $\Delta t > 0$ в область положительного времени. Наличие потенциального канала рассеяния приводит к отрицательному смещению максимума и искажению форму импульса, однако $A_R(t) < A_{in}(t)$ при $t < 0$, т.е. принцип причинности сохраняется даже несмотря на отрицательное ГВЗ на рис. 2б.

С уменьшением длительности импульса τ_p его спектр расширяется и охватывает как положительные, так и отрицательные области функции $\tau(\omega)$. На первый взгляд кажется, что, наоборот, с увеличением τ_p, когда спектр $A_{in}(\omega)$ сужается, можно возбудить систему только в области отрицательных τ и получить импульс с отрицательной задержкой. Однако детальный анализ показывает, что самосогласованное поведение действительной и мнимой частей амплитуд рассеяния (7) “запрещает” ожидаемый эффект.

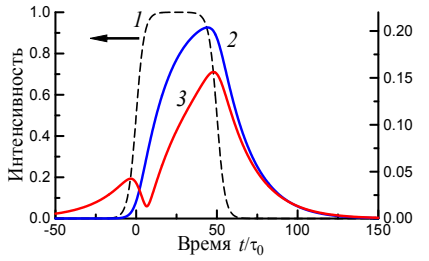


Рис. 4. *1* – падающий импульс, *2* – отраженный при соблюдении соотношений Крамерса-Кронига, *3* – отраженный при их несоблюдении (при заданном ε' величина ε'' уменьшена в 2 раза).

Для иллюстрации на рис. 4 на примере френелевского отражения импульса показано,

как, например, волюнтаристическое уменьшение мнимой части диэлектрической проницаемости $\varepsilon''(\omega)$ без соответствующей коррекции с $\varepsilon'(\omega)$ согласно соотношениям Крамерса-Кронига приводит к появлению опережающего импульса (кривая *3*).

Многослойные нерезонансные структуры. Вдали от резонансов диэлектрическая проницаемость (для рентгеновских лучей) и потенциал (для нейтронов) практически постоянны и ГВЗ достаточно мало́. Наиболее значительно фаза отражения меняется вблизи края области полного внешнего отражения (ПВО), где ГВЗ для рентгеновских лучей и нейтронов

$$\tau_X = 2\theta/[\omega(\theta_c^2 - \theta^2)^{1/2}], \quad \tau_n = \hbar/[E(U-E)]^{1/2}, \quad (8)$$

θ - угол скольжения, θ_c – критический угол ПВО, E – нормальная к поверхности энергия нейтронов, U – потенциал. Даже при $\theta = 0.95\theta_c$ и $E = 0.95U$ (типичные величины $U \sim$ 100-200 нэВ) получим, что $\tau_X \sim 10/\omega$, $\tau_n \sim 20$ нс).

Для существенного увеличения ГВЗ в [4] предложено использовать отражение нейтронов от многослойных структур. В результате многократной интерференции и образования стоячих волн в таких структурах можно также говорить о появлении резонансных мод, в определенной мере аналогичных энергетическим резонансам, рассмотренным выше.

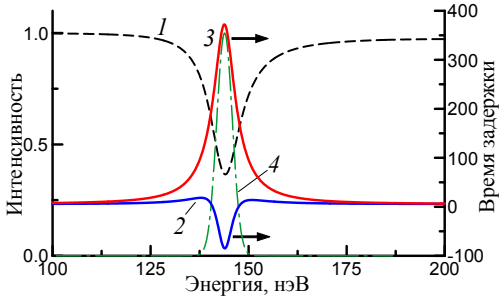


Рис. 5. Коэффициент отражения (*1*), групповые времена задержки для структур *1* (*2*) и *2* (*3*) и спектр падающего импульса (*4*).

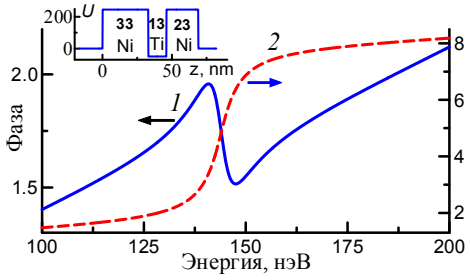


Рис. 6. Зависимость фазы отражения нейтронов от структур *1* (кривая *1*) и *2* (*2*). На вставке - профиль потенциала с указанием толщин слоев.

На рис. 5-7 приведены результаты расчета отражения нейтронов от трехслойной структуры *1* Ni/Ti/Ni (см. вставку на рис. 6). В области ПВО в окрестности энергии 144 нэВ на кривой отражения наблюдается резкий и достаточно глубокий провал, связанный с возбуждением волноводной моды (кривая *1* на рис. 5). Фаза отражения имеет ярко выраженный *S*-образный вид с отрицательной производной в этой области энергий (кривая *1* на рис. 6), что приводит к отрицательному времени задержки с $\tau_{min} = -85$ нс (кривая *2* на рис. 5). Максимум отраженного импульса смещен в отрицательную область времени по отношению к максимуму падающего импульса, но на несколько меньшую величину ($\Delta t = -45$ нс, кривая *2* на рис. 7), что связано с конкретным в данном случае выбором длительности падающего импульса. Несмотря на то, что ГВЗ $\tau(E) < 0$ и максимум сместился в отрицательную область, видно, что принцип причинности выполняется.

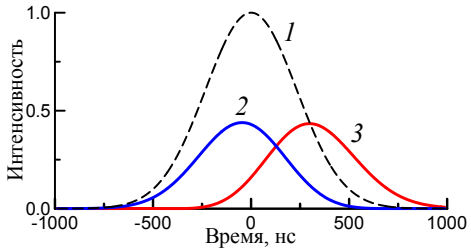


Рис. 7. Падающий (кривая *1*) и отраженные импульсы от структур *1* (*2*) и *2* (*3*).

Весьма неожиданными оказались результаты для той же самой структуры Ni/Ti/Ni, но в которой переставлены местами 1-й и 3-й слои (структура *2*). Кривая отражения не изменилась, но поведение фазы и ГВЗ изменилось кардинальным образом. Фаза всюду имеет положительный наклон (кривая *2* на рис. 6), а ГВЗ стало положительным и по абсолютной величине увеличилось более чем в 4 раза ($\tau_{max} = 372$ нс, кривая *3* на рис. 5). Отраженный импульс стал запаздывающим, т.е. сместился в положительную область ($\Delta t = +300$ нс, кривая *3* на рис. 7).

Современные технические возможности не позволяют оперировать с такими короткими импульсами нейтронов. Однако такое интересное явление, как групповое время задержки, можно изучать либо методом ларморовских часов [5], либо по измерению продольного сдвига в соответствии с соотношением $l = \tau V_x$. Если, например, длина волны 4 Å, т.е. $V_x \approx 990$ м/с, то при $\tau \approx 300$ нс продольный сдвиг $l \approx 300$ мкм, что можно зафиксировать экспериментально.

[1] Bohm D., *Quantum Theory*, Prentice-Hall, New York, 1951.
[2] Wigner E.P., Phys. Rev., 98, 145 (1955).
[3] Goos F., Hänchen F., Ann. Physik., 6, 333 (1947); Ann. Physik., 5, 251 (1949).
[4] Frank A.I., Goos-Hänchen Effect in Neutron Optics, JINR E3-2014-13, Dubna, P. 55 (2014).
[5] Frank A.I., Bondarenko I.V., Kozlov A.V., *et al*, Physica B: Condensed Matter, 297, 307 (2001).

Двухкоординатный детектор рентгеновского излучения

Салащенко Н.Н.,[1] Скороходов Е.В.,[1] Щербаков А.В.,[1] Чхало Н.И.[1]
[1]*Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия*
e-mail:SherbakovAV@ipm.sci-nnov.ru

Благодаря короткой длине волны, слабому рассеянию, относительно большой глубине проникновения излучения в веществе и резонансному характеру взаимодействия с атомами легких элементов (*O*, *N*, *C*), мягкое рентгеновское излучение (длины волн 1.7-13 нм) находит все большее применение при решении задач проекционной нано-литографии, биологии и нано-магнетизма [1-3]. В частности уже сейчас достигнуто пространственное разрешение на уровне 10 нм [4]. В качестве конденсора и изображающего элемента в большинстве работ используются зонные пластинки Френеля, а в качестве детектора – малошумящие Back Side Illuminated CCD камеры с характерным размером пикселя около 10 мкм.

Такая схема отличается высоко эффективностью регистрации изображений, так как практически все падающие на детектор рентгеновские кванты регистрируются. Более того, за счет вторичных ионизаций атомов кремния, наблюдается внутреннее усиление сигнала. Недостатками такой схемы микроскопа являются необходимость работы с высокими увеличениями (например, для достижения пространственного разрешения 20 нм необходимо увеличение порядка x1000) и сложности с изменением увеличения и поля зрения непосредственно в процессе эксперимента. Широкому внедрению в лабораторную практику таких микроскопов препятствуют низкая дифракционная эффективность, большие хроматические аберрации и малые апертуры зонных пластинок, предъявляющие жесткие требования к источнику рентгеновского излучения [5].

Альтернативой зонным пластинкам являются многослойные интерференционные зеркала нормального падения. В частности в [6] показано, что эффективность рентгеновских микроскопов может быть увеличена от единиц до тысяч раз, в зависимости от рабочей длины волны. Более того, в длинноволновой области мягкого рентгеновского излучения (длины волн более 5 нм), многослойные зеркала практически не имеют альтернативы. Однако расчеты, например в [6], показывают, что при разумных диаметрах зеркал (≥10мм) и числовых апертурах NA≈0.3, увеличение зеркального объектива не может превышать x100, а оптимально - x50. Поэтому, прямое использование Back Side Illuminated CCD матриц в высокоразрешающем зеркальном рентгеновском микроскопе невозможно.

Одним из решений повышения пространственного разрешения зеркального микроскопа является использование высокоразрешающего (на уровне 1 мкм и менее) двухкоординатного детектора мягкого рентгеновского излучения. В данной работе описывается такой детектор. Приводятся его основные характеристики. Оптическая схема детектора позволяет изменять кратность увеличения, пространственное разрешение и поле зрение рентгеновского микроскопа в процессе измерений, по аналогии с классической оптической микроскопией, когда объективы с различной кратностью увеличения установлены в револьверной головке и требуется только незначительная подстройка фокуса.

Схема и фотография детектора приведены на рис. 1. Входная поверхность сцинтиллятора (1- YAG:Ce оптическая керамика) располагается в предметной плоскости оптического объектива (2-Mitutoyo серии Plan Apo). Рентгеновское изображение, сформированное с помощью рентгеновского объектива в приповерхностном слое сцинтиллятора, преобразуется в оптическое. С помощью оптической системы, образованной объективом (2) и image-forming lens (3), это изображение с увеличением переносится на CCD камеру (4) с учетом размера CCD матрицы (диагональ 2/3”, камера BRM 1400HM-U производства ES Experts, Санкт-Петербург) [7].

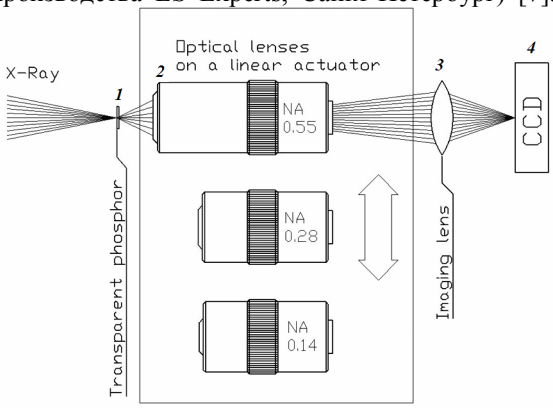


Рис. 1. Принципиальная схема детектора.

Важным достоинством предложенной схемы детектора является то, что при замене объектива из серии Mitutoyo Plan Apo относительное расположение элементов детектора практически не изменяется, требуется лишь незначительная подстройка плоскости

изображения (подфокусировка), по аналогии с классической оптической микроскопией. Тем самым за счет замены оптического объектива, без перенастройки рентгеновской части, имеется возможность изменять кратность увеличения и, соответственно, пространственное разрешение, и поле зрения микроскопа.

Для изучения пространственного разрешения использовался другой тест объект, фотография которого, снятая с помощью описанного детектора приведена на рис. 2. Тест объект представлял систему полос с ширинами 0.7, 1.0, 1.5 и 2 мкм.

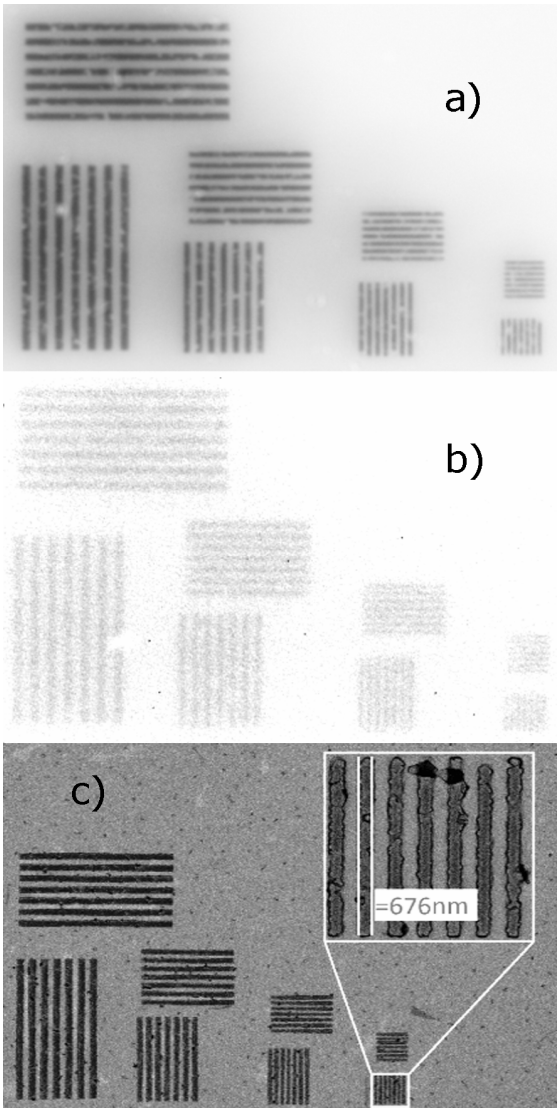


Рис. 2. Изображение тест-объекта a) снятое объективом детектора с NA=0.55 в видимом свете, б) изображение тест-объекта, снятое объективом детектора с NA=0.55 на длинне волны 13.5нм, c) полученное с помощью электронного микроскопа.

Наличие на рисунках прерывистых линий и шероховатостей краев наблюдается и на электронно-микроскопических изображениях и связано с качеством литографического рисунка. Сечения сфотографированных полос приведены на рис.3.

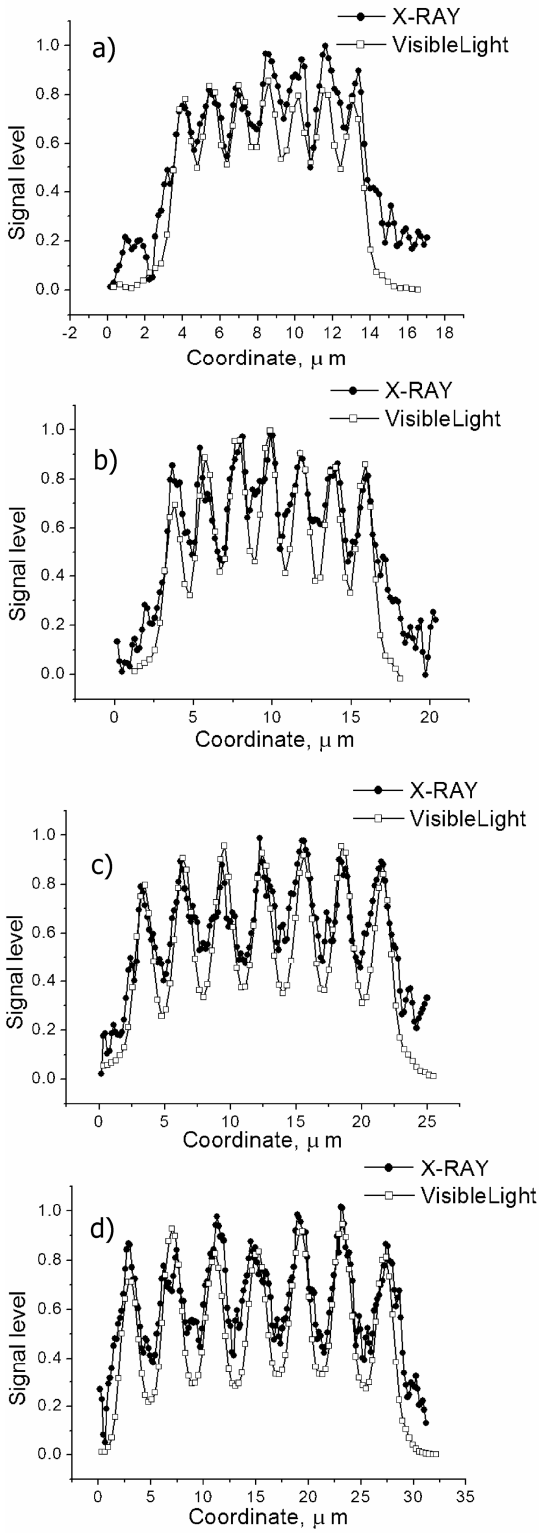


Рис. 4. Сечения полос шириной a) 0.7мкм, b) 1мкм, c) 1.5мкм и d) 2мкм

Предложенный и реализованный детектор мягкого РИ обладает пространственным разрешением на уровне 0.6-0.7 мкм, что

позволяет существенно снизить требования к рентгеновской части проекционной схемы микроскопа. Его энергетическая эффективность (максимум 7.2%) примерно в 14 раз уступает эффективности back-side illuminated CCD матриц, однако ее достаточно для регистрации рентгеновских изображений, полученных с использованием маломощного лазера (энергия в импульсе менее 200 мДж, длительность импульса 8 нс, угловая апертура коллектора-монохроматора 0.03 страд) в составе лазерно-плазменного источника мягкого рентгеновского излучения. При этом детектор более чем на порядок превосходит малошумящие back-side illuminated CCD матрицы по разрешающей способности.

Литература

1. Naulleau P., Golberg K.A., Anderson E.H. et. al., Journ.Vac. Sci. Technol. B. 2002. V. 20. P. 2829.

2. Kirz, Jacobsen, and Howells,Q. Rev.Biophys.28, 33{130 (1995)

3. Peter Fischer.Viewing spin structures with soft X-ray microscopy. Materials today. 2010. V.13. N. 9. Pp. 14-22.

4. W. Chao, P. Fischer, T. Tyliszczak, S. Rekawa, E. Anderson, and P. Naulleau Optics Express, Vol. 20, Issue 9, pp. 9777-9783 (2012).

5. W. Chao, B.D. Harteneck, J.A. Liddle, et al. Nature Letters. 2005. V. 435, № 30. P. 1210.

6. Barysheva M M, Pestov A E, Salashchenko N N, Toropov M N, Chkhalo N I. Precision imaging multilayer optics for soft X-rays and extreme ultraviolet. Physics-Uspekhi. 55 (7) 681-699 (2012).

7. Web Site: http://www.es-exp.ru/

Диагностика дефектов рентгеновской преломляющей линзы и фазовая проблема

В. Г. Кон
Национальный исследовательский центр «Курчатовский Институт», Москва, Россия
e-mail: kohnvict@yandex.ru

Начиная с 1996-го года [1] рентгеновские преломляющие линзы (РПЛ) широко используются для фокусировки пучков на источниках синхротронного излучения третьего поколения, которые отличаются малыми поперечными размерами и высокой степенью пространственной когерентности. Хотя эффективная апертура РПЛ имеет размер менее одного миллиметра, она вполне соизмерима с размерами пучков на таких источниках, а также на новых источниках – рентгеновских лазерах на свободных электронах.

С самого начала развития рентгеновской преломляющей оптики, и особенно в последние годы, важное значение имеет проблема диагностики дефектов изготовления таких линз. За прошедшие годы было предложено много вариантов преломляющих линз [2], однако наиболее перспективными являются бериллиевые линзы с круглой апертурой и планарные линзы на поверхности пластины из кремния [3].

Дефекты РПЛ приводят к двум следствиям: (1) увеличивается размер пучка в фокальной плоскости по сравнению с дифракционным пределом; (2) за пределами фокуса возникает дополнительное излучение малой интенсивности, что нежелательно, например, при использовании линз для изучения малоуглового рассеяния в образце. Интуитивно ясно, что за первое следствие отвечают длинноволновые отклонения профиля линзы от идеальной параболической формы, а за второе следствие – коротковолновые отклонения.

Наиболее привлекательным методом диагностики дефектов является такой метод, который дает возможность автоматического определения отклонений от параболического профиля на всей апертуре линзы из одного эксперимента. Максимальное отклонение толщины материала в почти совершенной линзе может быть невелико. В этом случае на дополнительной толщине поглощением рентгеновского излучения можно пренебречь, и проблема сводится к определению профиля сдвига фазы, то есть к разновидности фазовой проблемы.

Она состоит в том, что фаза не регистрируется детектором и должна вычисляться из распределения интенсивности. Известно, что РПЛ делает преобразование Фурье волновой функции излучения в фокальной плоскости. Экспериментально можно измерить интенсивность излучения сразу за линзой и в фокальной плоскости, то есть определить модули волновой функции и ее преобразования Фурье.

Имея такой набор данных, для вычисления фазы можно применить итерационный метод Герчберга-Сэкстона (МГС) [4]. Однако, такой подход сложно реализовать экспериментально. Дело в том, что распределение интенсивности в фокальной плоскости имеет характерную длину изменений (ХДИ) меньше микрона, и такое распределение невозможно зафиксировать современными детекторами, разрешение которых по факту не лучше, чем один микрон.

Можно увеличить ХДИ переходя к условиям, при которых РПЛ имеет большое фокусное расстояние. Но при этом увеличивается проекция поперечного размера источника в фокальной плоскости, и распределение интенсивности искажается вследствие неполной когерентности излучения. Для короткофокусных систем МГС был использован как раз для вычисления распределения интенсивности в фокальной плоскости [5], поскольку его невозможно измерить экспериментально.

Заметим, что МГС используется также в методах когерентного дифракционного изображения объектов очень малых размеров (наномикроскоп) [6] и птайкографии [7], как разновидности этого метода для объектов с более крупными размерами. Последний метод требует больших экспериментальных и вычислительных затрат, что снижает его привлекательность.

В данной работе для решения задачи определения дефектной структуры РПЛ из одного эксперимента итерационным методом предлагается использовать распределение интенсивности не в фокальной плоскости линзы, а на более близких расстояниях. Это необходимо по двум причинам. Во-первых, на близких расстояниях пучок слабо сжимается и ХДИ больше, чем разрешение детектора. Во-вторых, на малых расстояниях проекция размера источника мала и излучение можно считать полностью когерентным.

Наиболее интересным является анализ возможностей метода для одномерной РПЛ типа планарной кремниевой линзы. Для круглых линз одномерный подход можно использовать, если ограничить апертуру линзы узкой щелью, проходящей через ее центр, что повышает локальность определения дефектов. Важно также, что в одномерном случае точность численных расчетов намного выше за счет использования метода быстрого преобразования Фурье (FFT) с большим числом точек.

Математическая формулировка задачи состоит в следующем. Волновая функция падающего

на РПЛ монохроматического излучения, нормированная на единицу в максимуме, имеет вид $(\lambda z_0)^{1/2}P(x,z_0)$, где λ – длина волны излучения, x – координата вдоль оси, перпендикулярной направлению пучка, $P(x,z) = (i\lambda z)^{-1/2}\exp(i\pi x^2/\lambda z)$ – пропагатор Френеля [8], и z_0 – расстояние от точечного источника до РПЛ.

В приближении тонкой линзы РПЛ модифицирует излучение таким образом, что волновая функция умножается на множитель, называемый трансмиссионной функцией. В результате эта функция сразу за линзой имеет вид

$$\psi_0(x) = \psi_{0i}(x)\exp(-i\varphi(x)), \quad (1)$$

$$\psi_{0i}(x) = (\lambda z_0)^{1/2}P(x,z_0)T(x) \quad (2)$$

$$T(x) = \exp(-i\pi(x^2/\lambda f)(1 - i\gamma)), \quad (3)$$

где $\varphi(x) = K\delta t(x)$, $f = R/2\delta$ – фокусное расстояние линзы в параксиальном приближении, R – радиус кривизны параболического профиля линзы у его вершины, $\gamma = \beta/\delta$, параметры δ и β определяют комплексный коэффициент преломления материала линзы как $n = 1 - \delta + i\beta$, $K = 2\pi/\lambda$ и $t(x)$ – профиль отклонений толщины материала РПЛ от параболической формы.

Функция $t(x)$ является неизвестной функцией, которую требуется определить из экспериментальных данных. Формула (3) для $T(x)$ справедлива в пределах геометрической апертуры линзы, то есть в области $|x| < x_0 = A/2$, где A – размер апертуры РПЛ. За пределами апертуры переменную x в функции $T(x)$ надо заменить на x_0 , а $\varphi(x) = 0$.

На расстоянии z_1 от РПЛ волновая функция излучения $\psi_1(x)$ равна свертке пропагатора Френеля $P(x,z_1)$ и функции $\psi_0(x)$. Обозначим символом * интегрирование по дважды повторяющейся переменной. Тогда формулу для пропагирования вперед (ФПВ) на расстояние от РПЛ до детектора можно записать в виде $\psi_1(x) = P(x - x_i, z_1) * \psi_0(x_i)$.

Детектор измеряет кривую $I(x) = |\psi_1(x)|^2$. Вычисляя квадратный корень можно получить модуль функции $\psi_1(x)$. С другой стороны, зная параметры экспериментальной схемы и параметры РПЛ можно вычислить функцию $\psi_{0i}(x)$ вместе с ее фазой. Заметим, что справедлива также формула для пропагирования назад (ФПН) от детектора до РПЛ в обратном направлении $\psi_0(x) = P(x - x_i, -z_1) * \psi_1(x_i)$.

Итерационный метод решения задачи состоит в следующем. Первоначально заменяем неизвестную функцию $\psi_0(x)$ на известную функцию $\psi_{0i}(x) = \psi_0^{(n)}(x)$, $n = 0$. Затем выполняем следующие шаги: (1) Делаем вычисление по ФПВ. (2) В вычисленной функции $\psi_1^{(n)}(x)$, заменяем модуль на величину, известную из эксперимента для РПЛ, у которой есть дефекты, а неизвестную фазу оставляем как есть. (3) Делаем вычисление по ФПН. (4) Вычисленную функцию делим на функцию $\psi_{0i}(x)$ в каждой точке. В результате получаем комплексную функцию $C^{(n)}(x)$, фаза которой $\varphi^{(n)}(x)$ является n-м приближением к решению. (5) Заменяем модуль функции $C^{(n)}(x)$ на единицу и снова умножаем ее на функцию $\psi_{0i}(x)$ в каждой точке. В результате получаем следующее приближение $\psi_0^{(n+1)}(x)$.

Шаги (1) – (5) представляют собой одну итерацию перехода от n-го к (n+1)-му приближению для $\psi_0(x)$. Для получения решения задачи таким способом необходимо выполнить большое число итераций до тех пор, пока функция $\varphi^{(n)}(x)$ не перестанет изменяться при выполнении новых итераций. Как показывают численные эксперименты такой момент всегда наступает. Главной проблемой в таком подходе является доказательство утверждения, что полученная функция и есть единственное решение задачи, и что другие решения отсутствуют.

Очевидно, что полученное решение будет удовлетворять экспериментальному профилю $I(x)$. Во многих работах по развитию итерационных методов решения обратной задачи используют именно экспериментальные данные и получают какие-то сведения о дефектах в конкретной РПЛ, а вопрос о единственности решения вообще не обсуждается.

Этот вопрос можно исследовать в численном эксперименте, если отказаться от реальных экспериментов и смоделировать заранее заданные дефекты, то есть функцию $\varphi(x)$. Тогда появляется возможность сравнить полученное решение с исходным профилем дефектной фазы, и, соответственно, получить представление о единственности решения итерационного процесса при старте с идеальной РПЛ.

Конкретные расчеты были выполнены для энергии фотонов 6 кэв и составной РПЛ из 15 элементов, каждый их которых представлял собой двояко-вогнутую бериллиевую линзу с R = 50 мкм и A = 450 мкм. Расстояние z_0 = 50 м, а расстояние z_1 выбиралось из оптимальных условий решения задачи. Фокусное расстояние составной РПЛ f = 17.7 см. Вычисление сверток проводилось методом обратного фурье-преобразования произведения фурье-образов исходных функций с использованием процедуры FFT на сетке из 16384 точек с шагом 0.04 мкм.

Очень малая энергия фотонов была выбрана по двум причинам: чтобы иметь малое значение фокусного расстояния f, и чтобы линза почти полностью поглощала на краях апертуры при относительно небольшом числе элементов. Как известно [9], эффективная апертура линзы равна $A_e = 0.66(\lambda f/\gamma)^{1/2}$ = 143 мкм ($\gamma = 7.8\times10^{-4}$), а полуширина модуля функции $\psi_{0i}(x)$ равна 202 мкм.

Функция $\varphi(x)$, определяющая дефектность линзы может иметь разные максимальные значения φ_m и зависимость от координаты. Изучить

все многообразие вариантов не представляется возможным, да это и не требуется. Ясно, что если $\varphi_m << 1$, то линзу можно считать идеальной независимо от профиля дефектов. Если же $\varphi_m >> 1$, то такая линза очень плохая и опять нет смысла ее изучать.

По этой причине рассмотрено значение $\varphi_m = 1$. Для моделирования равномерно распределенных искажений в пределах апертуры линзы, функция $\varphi(x)$ задавалась конечным рядом Фурье на всей апертуре, причем рассматривались лишь такие функции, которые равны нулю на краях апертуры. Все коэффициенты ряда задавались генератором случайных чисел, кроме первого, который определялся из условия равенства нулю интеграла от $\varphi(x)$. ХДИ для такой деформации равна отношению апертуры линзы на число членов ряда Фурье такого искажения.

Результаты расчетов можно сформулировать следующим образом. Для профилей со средним периодом 12 мкм уже на расстоянии $z_1 = 6$ см интенсивность заметно отклоняется от таковой для идеальной линзы. За 1000 итераций можно получить решение достаточно близкое к исходному, за 5000 итераций решение можно чуть улучшить, при дальнейшем увеличении числа итераций ничего не происходит. Интересно, что решение получается одинаково точным на всей апертуре линзы.

Однако полученное решение все же не идеально точно совпадает с исходным, хотя и описывает все минимумы и максимумы с точностью, достаточной для получения правильной информации о дефектности линзы. Типичный пример функции $\varphi(x)$ показан на Рис. 1, где синяя кривая описывает исходный профиль, а красная кривая – полученное решение.

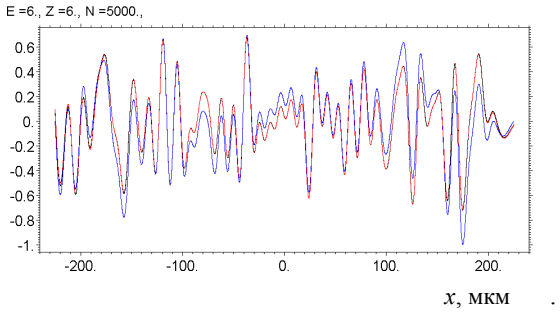


Рис.1. Функция $\varphi(x)$

Для профилей со средним периодом 25 мкм нужно брать большее расстояние $z_1 = 8$, и решение слегка улучшается даже при 10000 итераций. Снова решение не вполне точно совпадает с исходным, но правильно описывает все максимумы и минимумы.

Для профилей со средним периодом 50 мкм интенсивность очень слабо меняется на малых расстояниях от линзы. Решение с разумной точностью можно получить при $z_1 = 25$ см, то есть дальше фокальной плоскости. Расстояния, очень близкие к фокусному расстоянию не годятся по причине конечного разрешения детектора.

Полученные результаты можно объяснить следующим образом. Чем плавнее деформация, тем слабее она изменяет интенсивность на малых расстояниях и нужно отходить все дальше. Но вблизи фокуса пучок очень сильно сжимается и работать в этой области нельзя. Для очень плавных деформаций можно работать на расстояниях за фокусом.

Решение получается достаточно близким к исходному, что указывает на его однозначность. Однако получить весьма высокое совпадение не удается по той причине, что распределение интенсивности содержит недостаточно информации, то есть интенсивность нечувствительна к малому изменению деформации.

Интересно также изучить возможность получения локальной деформации. Типичным искажением является перетрав в центральной части линзы, когда там возникает микро-линза с другим радиусом кривизны (обычно меньше, чем основной радиус). Результаты расчетов показали, что для такого дефекта тоже можно получить однозначное решение, причем достаточно точное при разумном выборе расстояния z_1.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 13-02-00469 и Министерства образования и науки Российской Федерации, соглашение 8364

[1] A. Snigirev, V. Kohn, I. Snigireva, B. Lengeler, 1996, Nature, 384, 49-51.

[2] В. В. Аристов, Л. Г. Шабельников, 2008, УФН, 178, 61-83

[3] B. Lengeler, C. G. Schroer, M. Kuhlmann, B. Benner, T. F. Gunzler, O. Kurapova, F. Zontone, A. Snigirev, I. Snigireva, 2005, J. Phys. D: Appl. Phys., 38, A218-A222

[4] R. W. Gerchberg, W.O.Saxton, 1975, Optik, 35, 237.

[5] H. M. Quiney, A. G. Peele, Z. Cai, D. Paterson, K. A. Nugent, 2006, Nature Physics, 2, 101-104

[6] S. Boutet, I. K. Robinson, 2008, J. Synchr. Rad., 15, 576-583

[7] I. Peterson, B. Abbey, C.T. Putkunz, D.J. Vine, G.A. van Riessen, G.A. Cadenazzi, E. Balaur, R. Ryan, H.M. Quiney, I. McNulty, A.G. Peele, K.A. Nugent, 2012, Opt. Express, 20, 24678-24685

[8] Дж. Каули, Физика дифракции, Мир, Москва, 1979, 431 с.

[9] V. G. Kohn, J. Synchrot. Rad., 2012, 19, 84-92.

Динамическая теория дифракции нейтронов на движущейся решетке

В.А. Бушуев[1], А. И. Франк[2], Г. В. Кулин[2]
[1]*Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Москва, Россия*
[2]*Лаборатория Нейтронной физики имени И.М. Франка ОИЯИ, Дубна, Россия*
e-mail: vabushuev@yandex.ru

Аннотация. В рамках приближения медленно меняющихся амплитуд развита многоволновая динамическая теория дифракции нейтронов на движущейся фазовой решетке. Проанализировано влияние скорости движения решетки, ее периода и высоты штрихов на дискретный энергетический спектр и интенсивности дифракционных отражений различных порядков.

Введение. В работе [1] было предсказано, что дифракционная решетка, движущаяся поперек пучка медленных нейтронов, является нестационарным квантовым модулятором, преобразующим энергетический спектр падающих нейтронов в серию квантовых состояний с дискретными энергиями. Впоследствии дискретный спектр при дифракции ультрахолодных нейтронов (УХН) на движущейся решетке наблюдался в экспериментах [2-5]. Кроме того, было показано, что движущаяся решетка с переменным пространственным периодом может служить квантовой временной линзой для УХН [6].

Приведем кратко результат соответствующей квантовой задачи. В лабораторной системе координат плоская нейтронная волна $\Psi_{in}(x, z, t) = A_0\exp(ik_0z - i\omega_0t)$ падает вдоль оси z на периодическую решетку нормально к ее поверхности (рис. 1*a*), где $k_0 = mV_0/\hbar$ - волновое число, m - масса нейтрона, $\hbar$ – постоянная Планка, $\omega_0 = \hbar k_0^2/2m$. Решетка движется с постоянной скоростью V в положительном направлении вдоль оси x (рис. 1*b*), штрихи решетки ориентированы вдоль оси y. Следуя [1-4], перейдем в движущуюся систему координат (x', z), в которой решетка покоится. В этой системе волна падает на решету наклонно:

$$\Psi'_{in}(x', z, t) = A_{in}(x')\exp(ik_0z - i\omega't), \qquad (1)$$

где $A_{in}(x')=A_0\exp(-ik_Vx')$, $k_V = mV/\hbar$, $\omega' = \omega_0 + \omega_V$, $\omega_V = \hbar k_V^2/2m$. После прохождения решетки в области $z > 0$

$$\Psi'(x', z, t) = A_0\int_{-\infty}^{\infty} F(q)\exp(iqx' + ik_zz - i\omega't)dq\,, \quad (2)$$

где $k_z = (k_0^2 + k_V^2 - q^2)^{1/2}$, $F(q)$ – фурье-преобразование произведения $F(x) = A_{in}(x)f(x)$, где $f(x)$ – функция прохождения решетки. Для периодической функции $f(x) = \Sigma_j a_j\exp(iq_jx)$, где j – целые числа, $q_j = 2\pi j/d$, d – пространственный период решетки, $F(q) = A_0\Sigma_j\delta(q - q_j + k_V)$, коэффициенты

$$a_j = \frac{1}{d}\int_0^d f(x)\exp(-iq_jx)dx\,, \quad j = 0, \pm1, \pm2, \ldots \quad (3)$$

Переходя в лабораторную систему координат $x = x' + Vt$, получим суперпозицию плоских волн с амплитудами a_j, дискретными частотами ω_j и волновыми векторами $\mathbf{k}_j = (q_j, k_{zj})$ (рис. 1*c*):

$$\Psi(x, z, t) = \sum_j a_j\exp(iq_jx + ik_{zj}z - i\omega_jt)\,, \qquad (4)$$

где $k_{zj} = (k_0^2 + 2k_Vq_j - q_j^2)^{1/2}$, $\omega_j = \omega_0 + j\Omega$, $\Omega = 2\pi/T$, $T = d/V$. Подчеркнем, что волны с разными j не влияют друг на друга.

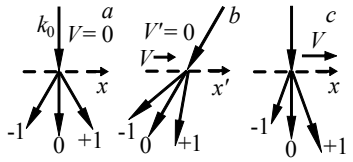


Рис. 1. Схемы дифракции. *a* – неподвижная решетка, $\omega_j = \omega_0$; *b* – система координат движется вместе с решеткой, $\omega_j = \omega'$; *c* – движущаяся решетка в лабораторной системе, $\omega_j = \omega_0 + j\Omega$.

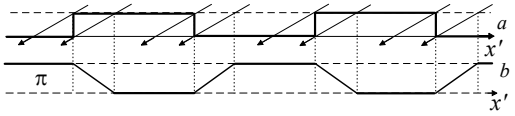


Рис. 2. *a* - профиль решетки, *b* - профиль фазы.

Рассмотрим прямоугольную решетку с шириной штрихов $d/2$ и высотой h такой, что разность фаз $\Delta\varphi = k_0(1 - n)h = \pi$, где n – показатель преломления нейтронов. При нормальном падении амплитуды четных порядков, включая нулевой, $a_j = 0$, а нечетных $a_j = 2i/\pi j$ $(j = 2s - 1)$. Ясно, что для увеличения спектрального расщепления $\Omega = 2\pi V/d$ необходимо увеличивать скорость движения решетки V и (или) уменьшать величину периода d. Однако, из-за наклонного падения нейтронов при увеличение скорости V профиль фазы меняется и принимает вид трапеций [3] (рис. 2). Из (3) следует, что для четных порядков $a_j = cB_j$, а для нечетных $a_j = -B_j/j$, где

$$B_j = [1 + \exp(-i\pi jc)]/[i\pi(1 - j^2c^2)]\,, \qquad (5)$$

где введен безразмерный параметр $c = 2hV/dV_0$ [3]. При $c = 1$ профиль фазы принимает треугольный вид. В случае движущейся решетки $(c \neq 0)$ амплитуды нулевого и четных порядков уже не равны нулю, интенсивности соответствующих

волн $|a_j|^2$ увеличиваются с увеличением c, тогда как интенсивности волн нечетных порядков, напротив, уменьшаются (см. также рис. 3). В эксперименте [5] действительно наблюдалось уменьшение интенсивности минус 1-го порядка с увеличением скорости решетки, однако более значительное, чем предсказывают соотношения (5).

Квантовая модуляция нейтронной волны движущейся решеткой является методической основой экспериментов по проверке принципа эквивалентности для нейтрона [5, 7]. Поэтому имеется потребность в более строгом теоретическом исследовании явления. В настоящей работе развита динамическая теория дифракции нейтронов на движущейся решетке, в какой-то степени удовлетворяющая этому требованию. Она основана на методе связанных медленно меняющихся амплитуд и учитывает взаимное влияние волн разных порядков по мере прохождения нейтронов в глубь 3D фазовой решетки.

Теория. Распространение нейтронов в среде описывается уравнением Шредингера

$$\Delta\psi(\mathbf{r}, t) + [k^2 - k_b^2(\mathbf{r})]\psi(\mathbf{r}, t) = 0, \qquad (6)$$

где Δ – оператор Лапласа, k – волновое число нейтронов в вакууме, $k_b^2(\mathbf{r}) = 4\pi N(\mathbf{r})b(\mathbf{r})$, $N(\mathbf{r})$ – плотность ядер, $b(\mathbf{r})$ – длина когерентного рассеяния в среде. Представим периодическую в области $0 \le z \le h$ функцию $k_b^2(x)$ в виде

$$k_b^2(x) = \sum_{n=-\infty}^{\infty} \chi_n \exp(iq_n x), \qquad (7)$$

где $q_n = 2\pi n/d$ - векторы обратной решетки,

$$\chi_n = \frac{1}{d}\int_0^d k_b^2(x)\exp(-iq_n x)dx. \qquad (8)$$

Нулевая фурье-амплитуда χ_0 определяет величину среднего показателя преломления решетки $n_e = (1 - \chi_0/k^2)^{1/2}$ в слое толщиной h.

Волновую функцию нейтронов в области $0 \le z \le h$ в движущейся системе координат запишем, с учетом (1), в виде суммы блоховских функций с амплитудами $\Psi_m(z)$, зависящими от вертикальной координаты z:

$$\Psi'(x', z, t) = \sum_{m=-\infty}^{\infty} \Psi_m(z)\exp(i\mathbf{q}_m\mathbf{r}' - i\omega' t), \qquad (9)$$

где проекции волновых векторов $q_{mx} = q_m - k_V$, $q_{mz} = k_{0z} = (k_0^2 - \chi_0)^{1/2}$. Здесь учтено, что волновое число в вакууме $k' = (k_0^2 + k_V^2)^{1/2}$, а в слое $0 \le z \le h$ величина $k_{0z} = (k'^2 n_e^2 - k_V^2)^{1/2}$.

Подставим (7) и (9) в (6), приравняем члены с одинаковыми экспонентами и пренебрежем второй производной от Ψ_m по z. В итоге получим систему дифференциальных уравнений:

$$\frac{d\Psi_m}{dz} = i\alpha_m\Psi_m - i\sum_{n\ne 0}\beta_n\Psi_{m-n}, \qquad (10)$$

где $\alpha_m = q_m(2k_V - q_m)/2k_{0z}$, $\beta_n = \chi_n/2k_{0z}$. Систему (10) необходимо дополнить граничными условиями: $\Psi_0(z = 0) = A_0$, $\Psi_{m\ne 0}(z = 0) = 0$. Пренебрегая вторыми производными при выводе (10), мы исключили из рассмотрения отраженные волны. По-видимому, это не должно привести к серьезным ошибкам, так как для типичных экспериментальных условий [2-6] френелевский коэффициент отражения достаточно мал: $|R_F|^2 \approx$ 2-4 %.

Из (10) видно, что, в отличие от изложенной выше простой модели, амплитуды волн произвольного m-го порядка зависят от амплитуд других порядков. Коэффициенты связи β_n, помимо номера рефлекса, определяются также материалом и формой профиля решетки. В нашем случае $\chi_n = k_b^2\sin(\pi n/2)/\pi n$. Величины α_m зависят от скорости движения решетки и порядка дифракции. Они равны нулю как при $m = 0$, так и при условии Брэгга $2k_V = q_m$. Система (10) решается методом Рунге-Кутта 4-го порядка.

В лабораторной системе координат волновая функция также определяется соотношением (4), в котором следует заменить амплитуды a_m на $\Psi_m(z = h)$ из (10). Необходимо учитывать соблюдение условия $q_m(q_m - 2k_V) \le k_0^2$, которое исключает экспоненциально затухающие эванесцентные волны и накладывает определенные ограничения на допустимые значения порядков дифракции m и скорости движения решетки V. На практике дифракция нейтронов на движущейся решетке осуществляется при их прохождении через вращающийся диск [2-7], на поверхности которого изготовлены радиальные прямоугольные канавки с периодом d и глубиной h. Если R – расстояние кольца с решеткой от центра диска, а f_d – частота вращения диска, то $V = 2\pi Rf_d$.

Если выполняется условие Брэгга $\alpha_1 = 0$ и можно пренебречь всеми порядками отражения кроме $m = 0$ и $m = 1$, то система (10) сводится к известным в рентгеновской кристаллооптике уравнениям Такаги в геометрии Лауэ, решение которых имеет следующий простой вид:

$$\Psi_0(z) = A_0\cos(\pi z/L_{ex}), \quad \Psi_1(z) = -iA_0\sin(\pi z/L_{ex}).$$

Здесь $L_{ex} = \pi^2 k_{0z}/k_b^2$ – так называемая длина экстинкции, на которой излучение из нулевого порядка полностью перекачивается в первый порядок и наоборот. В условиях экспериментов [2-7] она составляет доли микрометра, что соизмеримо с глубиной канавок решетки $h = 0.14$ мкм.

На рис. 3 представлены интенсивности волн трех порядков дифракции $I_m = |a_m|^2$, где a_m определены в (3) (модель *1*) и $J_m = |\Psi_m(h)|^2$ в рамках динамической теории (модель *2*) в зависимости от параметра $c = 2hV/dV_0$. Видно, что с увеличением c (т.е. скорости решетки) интенсивность нулевого порядка в модели *2*

увеличивается быстрее, чем в модели *1*. Интенсивность минус 1-го порядка в модели *2* спадает быстрее, чем в модели *1*, что лучше согласуется с экспериментом. Использовались следующие данные [5]: $V_0 = 4.52$ м/с, $h = 0.14$ мкм, $d = 5$ мкм, $R = 6$ см. При максимальной частоте вращения диска $f_d = 105$ Гц скорость $V = 39.6$ м/с и $c_{max} = 0.49$.

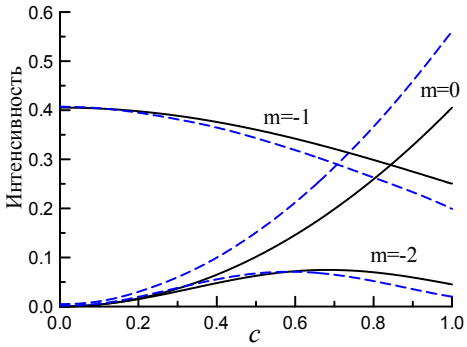


Рис. 3. Интенсивности I_m (сплошные кривые, модель *1*) и J_m (штриховые кривые, модель *2*).

На рис. 4 изображены спектры

$$I(E) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \sum_m |\Psi_m(h)|^2 \exp[-\frac{(E-E_m)^2}{2\sigma^2}], \quad (11)$$

рассчитанные при разных частотах вращения f_d, где дисперсия $\sigma^2 = \sigma_m^2 + \sigma_a^2$ определяется сверткой спектральных функций монохроматора и анализатора гравитационного спектрометра [2], в котором сканирование по энергии $E = mg\Delta H$ осуществляется вертикальным перемещением анализатора на расстояние ΔH, где g – ускорение свободного падения. Ширина спектра вертикальных скоростей $\Delta V/V_0 \approx 0.02$ [2-4].

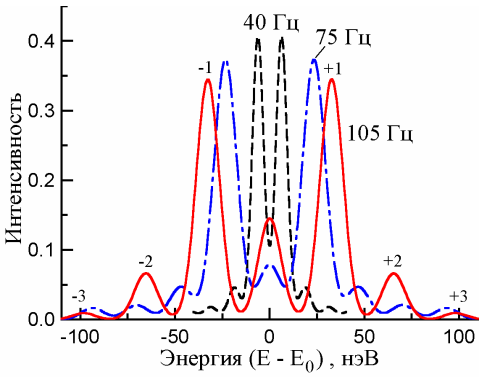


Рис. 4. Энергетические спектры дифракции при частотах вращения решетки $f_d = 40$, 75 и 105 Гц.

Выше мы считали глубину канавок фиксированной ($h = 0.14$ мкм). Интересно проследить, как зависят интенсивности порядков отражения J_m от h. Из рис. 5 видно, например, что при глубине $h = 0.19$ мкм интенсивность нулевого порядка полностью погашена, а интенсивность второго порядка выросла. При $h = 0.23$ мкм интенсивности минус 1-го и минус 2-го порядков сравниваются, а при дальнейшем увеличении h главным становится минус 2-й порядок. Отметим, что $J_m(h)$ зависят также и от частоты f_d.

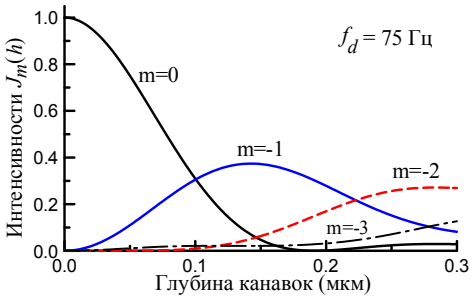


Рис. 5. Зависимость J_m от глубины канавок h.

При рассмотрении дифракции УХН на решетке мы считали, что на нее падает плоская, т.е. не расходящаяся волна. В действительности же в типичных экспериментальных условиях [2-5] существует достаточно широкое по сравнению с вертикальной скоростью V_0 распределение нейтронов по горизонтальным скоростям v_x. Абсолютное значение этой скорости может достигать 4.5 м/с, что определяется граничной величиной скорости для отражения от стенок вертикального нейтроновода [3]. Для учета влияния этого распределения на дифракцию необходимо в приведенных выше рассуждениях заменить k_V на $k_V + q_v$, где $q_v = mv_x/\hbar$ - случайные приращения x-компоненты волнового вектора, и провести свертку δ-образного углового спектра $F(q)$ в (2) с функцией распределения по скоростям. Особенностью дифракции на движущейся решетке является такой важный факт, как уменьшение угловой расходимости $\Delta\theta$ падающего излучения в системе координат, связанной с решеткой, с увеличением скорости ее движения. При этом улучшается условие $\Delta\theta < \lambda/d$ для более уверенного наблюдения дифракции. Распределение горизонтальных скоростей v_x с дисперсией σ_v приводит к дополнительному к σ в (11) энергетическому уширению $\sigma_{Em} = \hbar|q_m|\sigma_v$ порядков отражения. Это уширение не зависит от скорости решетки и увеличивается с увеличением номера порядка. Типичные значения $\sigma_{E1} \sim$ 1-2 нэВ.

[1] Frank A.I., Nosov V.G., Phys. Lett. A, **188**, 120 (1994).
[2] Frank A.I., Balashov S.N., Bondarenko I.V. *et al.*, Phys. Lett. A, **311**, 6 (2003).
[3] Франк А.И., Гелтенборт П., Кулин Г.В. и др., Сообщение ОИЯИ, Дубна, Р3-2004-207.
[4] Франк А.И., Гелтенборт П., Кулин Г.В. и др., Письма в ЖЭТФ, **81**, 541 (2005).
[5] Франк А.И., Гелтенборт П., Жентшель М. и др., Письма в ЖЭТФ, **86**, 255 (2007).
[6] Франк А.И., Гелтенборт П., Кулин Г.В. и др., Письма в ЖЭТФ, **78**, 224 (2003).
[7] Frank A.I., Geltenbort P., Jentschel M., *et al.*, NIM A, **611,** 314 (2009).

Динамическая теория дифракции рентгеновских лучей в латерально ограниченном кристалле

С. И. Колосов, В. И. Пунегов
Коми научный центр УрО РАН, Сыктывкар, Россия
e-mail: vpunegov@dm.komisc.ru

В последние годы заметно возрастает интерес к дифракции рентгеновских лучей на латеральных структурах [1]. Разные методы динамической дифракции в рамках уравнений Такаги [2] были использованы для вычисления кривых дифракционного отражения от совершенных кристаллов прямоугольного сечения [3-6]. Кинематическая теория дифракции применялась для описания дифракции в искаженных кристаллах трапецеидального [7] и произвольного поперечного сечения [8].

Предложенные методы динамической дифракции [3-6] являются трудоемкими, требуют больших временных затрат в процессе вычислений и малопригодны для расчетов карт распределения интенсивности рассеяния в обратном пространстве. Цель данной работы состоит в разработке подхода Дарвина для исследования динамической дифракции рентгеновских лучей в латеральных кристаллах. Отметим, что в [9] получено решение только для отраженной волны. Поскольку рассматриваемая задача относится к случаю Брэгг - Лауэ дифракции (рис.1), то в данной работе получено решение и для проходящего рентгеновского пучка.

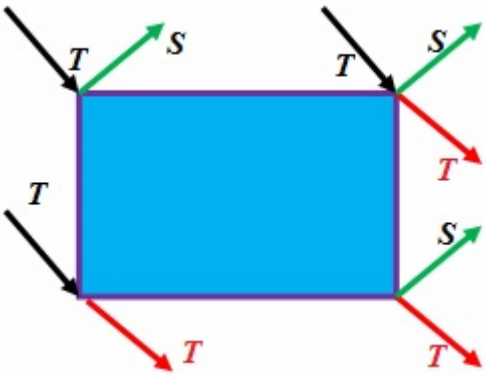


Рис.1. Схема Брэгг-Лауэ дифракции на латерально ограниченном кристалле

В рассмотрении используется подход Дарвина для описания дифракции от латерально ограниченного кристалла. Исследуется симметричная дифракция Брэгга в кристалле шириной L_x и толщиной L_z. Выбрана система координат, где ось x направлена вдоль входной поверхности кристалла, ось z - вглубь кристалла. Левая грань кристалла, на которую падает рентгеновская волна под углом θ_1 к оси x, проходит через начало координат. Нанесем на атомные плоскости вдоль оси x разностную сетку с узлами $x_m = m\Delta x$, в которых рентгеновская волна частично отражается и частично проходит к следующей плоскости.

Пусть T_n^m - значение амплитуды проходящей волны непосредственно в узле (m; n), S_n^m - соответствующее значение амплитуды отраженной волны в этом же узле. С учетом динамического рассеяния для отраженных S и проходящих T волн можно записать следующие рекуррентные соотношения:

$$T_{n+1}^m = a\,T_n^{m-1} + b_1 S_n^{m-1},$$
$$S_n^m = a\,S_{n+1}^{m-1} + b_2 T_{n+1}^{m-1}, \qquad (1)$$

где в общепринятых обозначениях [9]

$a = (1 - iq_0)\exp(i\varphi_l)$, $b_1 = -i\overline{q}\exp(i\varphi_l)$,

$b_2 = -iq\exp(i\varphi_l)$, $\varphi_l = 2\pi d/(\lambda\sin\theta_B)$.

Коэффициенты, описывающие симметричное отражение и прохождение одной атомной плоскостью в рекуррентных соотношениях Дарвина запишутся как $q_0 = \pi d\chi_0/(\lambda\sin\theta_B)$, $q = \pi d\chi_h/(\lambda\sin\theta_B)$, $\overline{q} = \pi d\chi_{-h}/(\lambda\sin\theta_B)$, где θ_B - угол Брэгга, d – межплоскостное расстояние, χ_g, $(g = 0, h, -h)$ – Фурье-коэффициенты поляризуемости.

Число узлов решетки вдоль осей x и z, соответственно равное M_x и N_z, определяется размерами прямоугольного сечения кристалла $L_x = M_x \cdot \Delta x$ и $L_z = N_z \cdot d$. Граничные условия на левой боковой и верхней поверхности латерально ограниченной структуры запишется как:

$$T_n^0 = \exp(i\varphi_{z,in}^n),\ \varphi_{z,in}^n = (2\pi/\lambda)\,n\,d\sin\theta_1,$$
$$T_0^m = \exp(i\varphi_{x,in}^m),\ \varphi_{x,in}^m = (2\pi/\lambda)\,m\,\Delta x\cos\theta_1.$$

Для рентгеновского пучка, прошедшего через латерально ограниченный кристалл под углом θ_2, необходимо учитывать возникающую разность фаз между волнами в конкретных узлах разностной сетки. Для рентгеновской волны, выходящей из нижней границы кристалла фазовый коэффициент (ФК) равен

$$\varphi_{x,T}^m = (2\pi/\lambda)[m\,\Delta x\cos\theta_2 + N_z\sin\theta_2].$$

Для волны, выходящей через правую боковую грань в направлении прохождения, ФК имеет вид

$$\varphi_{z,T}^n = (2\pi/\lambda)[n\,d\sin\theta_2 + M_x\Delta x\cos\theta_2].$$

Соответственно, для отраженной волны, выходящей под углом θ_2 через входную (верхнюю) поверхность кристалла, ФК запишется как

$$\varphi_{x,S}^m = -(2\pi/\lambda)\,m\,\Delta x\cos\theta_2.$$

Наконец, для дифракционной рентгеновской волны, выходящей через правую грань кристалла, для ФК получаем

$$\varphi^n_{z,S} = (2\pi/\lambda)[n\,d\sin\theta_2 - M_x\Delta x\,\cos\theta_2]\,.$$

Поскольку в рассматриваемой геометрии дифракционная волна выходит из верхней и правой боковой грани кристалла, граничные условия для отраженной волны S запишутся как $S^0_n = 0$ на левой грани кристалла, $S^m_{N_z} = 0$ на нижней границе кристалла. Таким образом, в отличие от плоскопараллельного кристалла, для которого дифракционная задача требует всего два граничных условия, в нашем рассмотрении таких условий четыре.

Амплитудный коэффициент пропускания $T(q_x, q_z)$ и отражения $S(q_x, q_z)$ рентгеновской волны от кристалла прямоугольного сечения находится суммированием рентгеновских волн с учетом приведенных выше ФК:

$$T(q_x,q_z) = \sum_{m=0}^{M_x} T_0^m \exp(i\varphi^m_{x,T}) + \sum_{n=1}^{N_z} T_n^{M_x} \exp(i\varphi^n_{z,T}) \quad (2)$$

$$S(q_x,q_z) = \sum_{m=0}^{M_x} S_0^m \exp(i\varphi^m_{x,S}) + \sum_{n=1}^{N_z} S_n^{M_x} \exp(i\varphi^n_{z,S}) \quad (3)$$

В соотношениях (2) и (3) первые слагаемые в правой части формируют амплитуды волн, характерные дифракции по Брэггу, вторые слагаемые описывают выход рентгеновских пучков из правой грани кристалла, тем самым относятся к случаю Лауэ.

Численное моделирование кривых дифракционного отражения и карт распределения интенсивности рассеяния проводилось на основе решений (2) и (3) с использованием рекуррентных соотношений (1). Расчеты выполнены с использованием параметров, соответствующих (111) отражению Cu$K_{\alpha 1}$ излучения от монокристалла кремния. Для этой геометрии угол Брэгга равен 14.22 угл. градуса. Длина первичной экстинкции для амплитуды отраженной волны составляет 1.509 μm. Карты распределения интенсивности рассеяния в обратном пространстве вычислялись для кристалла шириной L_x= 10 μm и толщиной L_z= 3 μm. Максимумы кривых дифракционного отражения нормировались на единицу.

Расчеты углового распределения интенсивностей отраженного и проходящего пучков выполнялись в обратном пространстве. Углы $\theta_{1,2}$ в выражениях для фазовых коэффициентов задавались через малые отклонения $\Delta\theta_{1,2}$ от точного условия Брэгга падающего и отраженного (проходящего) пучка, соответственно [9]. Отклонение вектора дифракции $\boldsymbol{Q} = \boldsymbol{k}' - \boldsymbol{k}$ от конца вектора обратной решетки $\boldsymbol{h}$ определяется вектором $\boldsymbol{q}$. Проекции q_x и q_z вектора $\boldsymbol{q}$ связаны с угловыми параметрами $\Delta\theta_{1,2}$ соотношениями:

$$q_x = k\sin\theta_B(\Delta\theta_1 - \Delta\theta_2)\,,\; q_z = -k\cos\theta_B(\Delta\theta_1 + \Delta\theta_2)\,.$$

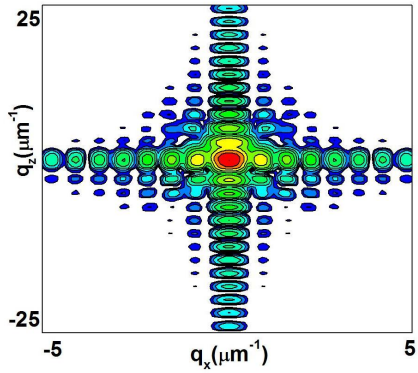


Рис. 1. Карта распределения интенсивности рассеяния вблизи узла обратной решетки кремния (111) в направлении дифракции от латерального кристалла с параметрами L_x= 10 μm и L_z = 3 μm.

Обозначив $\Delta\theta_1 = \omega$ и $\Delta\theta_2 = \varepsilon - \omega$, эти соотношения преобразуются в выражения, используемые в трехкристальной рентгеновской дифрактометрии $q_x = k\sin\theta_B(2\omega - \varepsilon)$, $q_z = -k\cos\theta_B\varepsilon$, где ω и ε - параметры, определяющие угловое положение образца и анализатора

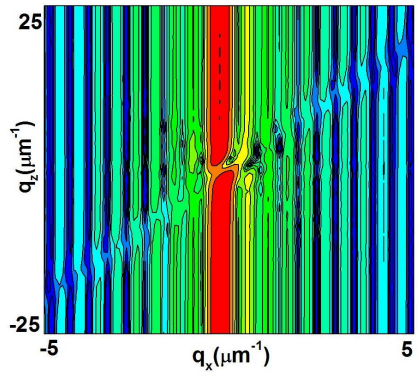


Рис. 2. Карта распределения интенсивности проходящей волны в обратном пространстве в условиях дифракции (111) на латеральном кристалле кремния с параметрами L_x= 10 μm и L_z = 3 μm

На рис.1 показана карта распределения интенсивности рассеяния вблизи узла обратной решетки (111) для латерально ограниченного кристалла кремния. Как в вертикальном, так и в латеральном направлении на карте наблюдаются осцилляции интенсивности рассеяния, период которых связан с размерами кристалла.

Рисунок 2 демонстрирует угловое распределение интенсивности проходящего пучка через латерально ограниченный кристалл. Посередине центральной вертикальной полосы наблюдается экстинкционный провал.

Вертикальные интерференционные полосы обусловлены латеральными размерами кристалла. При увеличении ширины кристалла L_x эти полосы становятся уже, а при переходе к кристаллу бесконечного размера вдоль оси x полосы исчезают, q_x-сечение карты распределения интенсивности прохождения трансформируется в δ-функцию.

На рис.3a показано q_z- сечение карты дифракционного отражения. Профиль этого сечения соответствует переходу от кинематического рассеяния к динамической дифракции [9]. Сдвиг максимума кривой дифракционного отражения на q_z = 2μm^{-1} обусловлен преломлением рентгеновских лучей в кристалле. Латеральное сечение отраженной интенсивности представлено на рис. 3b. Вид этого сечения характерен для кинематической кривой отражения [10].

На рис.3c,d показаны q_z- и q_x-сечения карты распределения интенсивности проходящего пучка. Провалы в центральной части кривых прохождения обусловлены явлением первичной экстинкции в условиях рентгеновской дифракции на латеральном кристалле.

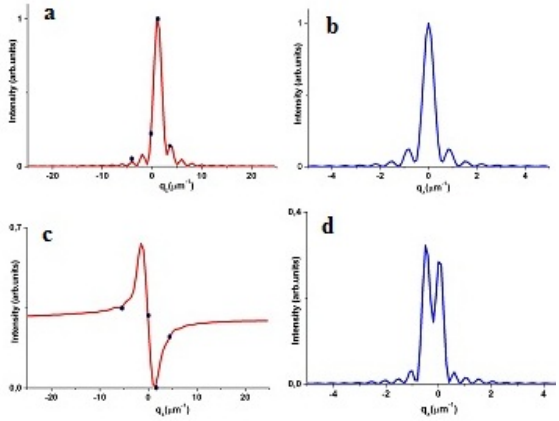


Рис. 3. q_z- (a,c) и q_x-сечения (b,d) карт распределения интенсивности отраженной (a,b) и проходящей (c,d) волны на латеральном кристалле кремния с параметрами L_x= 10 μm и L_z = 3 μm

На основе рекуррентных соотношений (1) проведены вычисления интенсивности в объеме кристалла кремния для отраженного и проходящего рентгеновского пучка.

На рис.4 показаны контуры равной интенсивности в направлении брэгговской дифракции для углового значения отстройки $\Delta\theta_1 = 5''$ (q_z = 2 μm^{-1}) в режиме θ-2θ сканирования. Это соответствовало максимальному значению интенсивности отраженной рентгеновской волны и, соответственно, минимальному значению интенсивности проходящей волны. Из рисунка видно, что основной вклад в дифракционное отражение дает правый верхний участок латерального кристалла (рис. 4). Максимальное значение интенсивности в этой части кристалла возникает из-за динамического взаимодействия рентгеновских полей. Таким образом, первичная экстинкция в латерально ограниченном кристалле имеет неоднородное распределение по его объему.

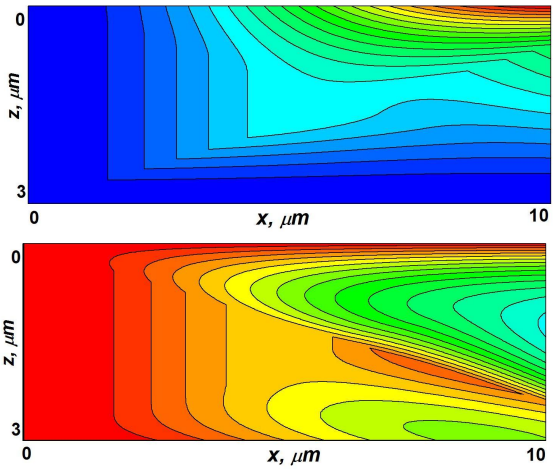


Рис. 4. Распределения интенсивности в объеме кристалла кремния для отраженного (сверху) и проходящего пучка при значениях угловых параметров q_x = 0 μm^{-1} и q_z = 2 μm^{-1}

Что касается проходящей волны, то максимальное значение ее интенсивности концентрируется в левой и верхней части объема кристалла. Это связано с тем, что интенсивность падающего рентгеновского пучка еще не успевает в большей ее части «перебросится» в дифракционную волну из-за явления первичной экстинкции.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (проект № 13-02-00272-а), программы Президиума РАН 12-П-1-1014 и программы фундаментальных исследований УрО РАН 12-У-1-1010..

[1] Lee K., Yi H., Park W.-H., Kim Y.K., Baik S., J. Appl. Phys. **100**, 051615 (2006)
[2] Takagi S., Acta Cryst., **15**,1311 (1962)
[3] Olekhnovich N.M., Olekhnovich A.I., Acta Cryst. A, **34**, 321 (1978)
[4] Thorkildsen G., Larsen H.B., Acta Cryst. A, **55**, 840 (1999)
[5] Колосов С.И., Пунегов В.И., Кристаллография, **50**, 401 (2005)
[6] Yan H., Li L., Phys. Rev. B, **89**, 014104 (2014)
[7] Пунегов В.И., Колосов С.И., Кристаллография, **52**, 215(2007)
[8] Пунегов В.И., Максимов А.И., Колосов С.И, Павлов К.М., Письма в ЖТФ, **33**(3), 64 (2007)
[9] Punegov V.I., Kolosov S.I., Pavlov K.M., Acta Cryst. A, **70**, 64 (2014).
[10] Authier A., Dynamical Theory of X-Ray Diffraction. Oxford University Press. New York. 2001

Динамическая теория рассеяния жесткого рентгеновского излучения на многослойной дифракционной решетке

А. В. Карпов[1]

[1]Отдел математики Коми НЦ УрО РАН, Сыктывкар, Россия
e-mail: andrewk@dm.komisc.ru

Динамическая теория Такаги, которая используется в данной работе, широко представлена в современной научной литературе [].

нужен краткий лит обзор по проблеме, разные дин. Теории для решетки. Что есть. Далее задача. Задача данной работы заключается в построении...

используется простая идеализированная модель многослойной дифракционной решетки; на её основе рассматривается дифракционная решетка апроксимирующая произвольный профиль штриха; учитывается азимутальное положение дифракционной решетки.

- краткий лит обзор в котором указать то, что еще не опубликовано и что здесь будет опубликовано

Рассмотрим монохроматическую поляризованную рентгеновскую волну, длина волны которой равна λ. Электрическая компонента $\mathbf{E}(\mathbf{r})$ этой волны в среде подчиняется волновому уравнению $\operatorname{rot}\operatorname{rot}\mathbf{E}(\mathbf{r})-k^2(1+\chi_{mg}(\mathbf{r}))\mathbf{E}(\mathbf{r})=0$. Рентгеновскую поляризуемость многослойной дифракционной решетки представим в виде $\chi_{\mathrm{mg}}(\mathbf{r})=G(\mathbf{r})\chi_{\mathrm{mr}}(\mathbf{r})$. Функция G принимает значение либо 1, когда в точке $\mathbf{r}$ присутствует рассеивающее вещество многослойного рентгеновского зеркала (находимся внутри штриха дифракционной решетки), рентгеновская поляризуемость которого равна χ_{mr}, либо 0 – когда в точке $\mathbf{r}$ нет рассеивающего вещества (находимся в канавке). Следуя теории Такаги [Authier, P.279] искомое решение волнового уравнения запишем в виде супперпозиции двух сильных волн – падающей и рассеянной: $\mathbf{E}(\mathbf{r})=\mathbf{E}_0(\mathbf{r})e^{i\mathbf{K}_0\mathbf{r}}+\mathbf{E}_H(\mathbf{r})e^{i\mathbf{K}_H\mathbf{r}}$. Волновой вектор падающей волны в вакууме $|\mathbf{K}_0|=k=\frac{2\pi}{\lambda}$, вектор обратной решетки многослойного рентгеновского зеркала $|\mathbf{H}|=H=\frac{2\pi}{d}$ и волновой вектор $|\mathbf{K}_H|=K_H=|\mathbf{K}_0+\mathbf{H}|=\sqrt{k^2+H^2-2kH\sin\theta_0}$ лежат в одной плоскости – плоскости дифракции. Угол θ_0 – угол между падающим излучением и поверхностью образца.

Пренебрегая непоперечностью электрической составляющей рентгновской волны в среде, а также считая, что скорость изменения амплитуд E_h очень медленное в сравнении с множителем $e^{i\mathbf{K}_h\mathbf{r}}$ (пренебрегаем производными выше первого порядка), от волнового уравнения можем перейти к системе уравнений:

$$\begin{cases}\mathbf{s}_0\nabla E_0=i\Omega_{00}E_0+iC\Omega_{0\mathrm{H}}E_H\\ \mathbf{s}_H\nabla E_H=i\frac{k}{K_H}C\Omega_{HH0}E_0+i\frac{k}{K_H}(\Omega_{HH}-i\frac{k\alpha_H}{2})E_H\end{cases}$$

$$\Omega_{gh}(\mathbf{r})=\frac{k}{2\mathrm{V}}\int_V\chi_{\mathrm{mg}}(\mathbf{r}+\mathbf{r}')e^{i(\mathbf{K}_h-\mathbf{K}_g)(\mathbf{r}+\mathbf{r}')}d\mathbf{r}'$$

Здесь $C=\mathbf{s}_0\mathbf{s}_H$ – фактор поляризации, $\mathbf{s}_0=\frac{\mathbf{K}_0}{K_0}$ и $\mathbf{s}_H=\frac{\mathbf{K}_H}{K_H}$ – направляющие вектора, $\alpha_H=\frac{H^2}{k^2}+\frac{2\mathbf{s}_0\mathbf{H}}{k}$ – аккомадация, V – объем элементарной ячейки МРЗ. Для Ni/C МРЗ с периодом $d=3.9$ нм и для рентгеновской волны с $\lambda=0.154$ нм в малоуголовой скользящей брэгговской дифракции с $\theta_0\approx1^\circ$ отношение $\frac{k}{K_H}\approx0.99991\approx1$.

Пренебрегая краевыми эффектами на переходах $G(\mathbf{r}+\delta\mathbf{r})\neq G(\mathbf{r})$, где $\delta\mathbf{r}$ – бесконечно малый вектор, будем использовать приближения: $\frac{\Omega_{00}}{\sin\theta_0}\approx a_0\frac{\sin\theta_B}{\sin\theta_0}G=a_{00}G$, $\frac{C\Omega_{0\mathrm{H}}}{\sin\theta_0}\approx Ca_H\frac{\sin\theta_B}{\sin\theta_0}G=a_{0\mathrm{H}}G$, $\frac{C\Omega_{H0}}{\sin\theta_H}\approx Ca_H\frac{\sin\theta_B}{\sin\theta_H}G=a_{H0}G$ и $\frac{\Omega_{HH}}{\sin\theta_H}\approx a_0\frac{\sin\theta_B}{\sin\theta_H}G=a_{HH}G$. Здесь $a_0=\frac{\pi}{\lambda\sin\theta_B}\frac{d_1\chi_1+d_2\chi_2}{d_1+d_2}$ – динамический коэффициент МРЗ [Punegov], $a_H=\frac{\chi_1-\chi_2}{\lambda\sin\theta_B}\sin(\pi\frac{d_1}{d_1+d_2})$ – расеивающая способность МРЗ, d_1 и d_2 – толщины верхнего и нижнего слоя бислоя МРЗ, d_1 и χ_2 –рентгеновские поляризуемости соответствующих слоёв, $\theta_B=\arcsin\frac{H}{2k}$ – угол брэгга, $\theta_H=\operatorname{arccot}\frac{k\cos\theta_0}{H-k\sin\theta_0}$. Удобно ввести обозначение $a=\frac{k^2\alpha_H}{2K_H}$. Таким образом получаем следующую систему уравнений

$$\begin{cases}\left(\cot\theta_0\frac{\partial}{\partial x}-\frac{\partial}{\partial z}\right)E_0=ia_{00}GE_0+ia_{0\mathrm{H}}GE_H\\ \left(\cot\theta_H\frac{\partial}{\partial x}+\frac{\partial}{\partial z}\right)E_H=ia_{H0}GE_0+i(a_{HH}G-a)E_H\end{cases}$$

Рассмотрим простой случай – идеальную прямоугольную дифракционную решетку (ПДР) с периодом P, с шириной штриха B, высотой T и с произвольным азимутальным положением Φ (рис. 2). Для такой решетки выполняется условие $\forall n\in\mathbb{Z}$ $G(\mathbf{r}+n\mathbf{P})=G(\mathbf{r})$, где $\mathbf{P}=P(\cos\Phi,\sin\Phi,0)^{\mathrm{T}}$. Используя Фурье преобразования

$$\begin{cases} E_0(\xi,\psi,z)=\int\int E_0(x,y,z)e^{-i\xi x-i\psi y}dxdy \\ E_H(\xi,\psi,z)=\int\int E_H(x,y,z)e^{-i\xi x-i\psi y}dxdy \end{cases}$$

наши уравнения для ПДР примут вид:

$$\begin{cases} \dfrac{\partial E_{0,n}}{\partial z}=i(\xi-\kappa_x n)\cot\theta_0 E_{0,n} \\ \qquad -i\sum\limits_{n'=-\infty}^{\infty} G_{n'-n}(a_{00}E_{0,n'}+a_{0\mathrm{H}}E_{H,n'}) \\ \dfrac{\partial E_{H,n}}{\partial z}=-i((\xi-\kappa_x n)\cot\theta_H+a)E_{H,n} \\ \qquad +i\sum\limits_{n'=-\infty}^{\infty} G_{n'-n}(a_{H0}E_{0,n'}+a_{HH}E_{H,n'}) \end{cases}$$

Здесь для краткости используется $\kappa_x=\frac{2\pi}{P}\cos\Phi$, $\kappa_y=\frac{2\pi}{P}\sin\Phi$, $E_{0|H,n}=E_{0|H}(\xi-\kappa_x n,\psi-\kappa_y n,z)$, а также коэффициенты разложения в Фурье ряд функции G: $G_n=\frac{B}{P}\mathrm{sinc}(\frac{B}{P}\pi n)$. Последняя система представляет собой неограниченный набор уравнений по индексу n.

Чтобы была возможность численно её решить, необходимо ограничится числом неизвестных. Неизвестные разобьем на две группы: $\mathbf{E}_0=(E_{0,-N},\ldots E_{0,N})^{\mathrm{T}}$ и $\mathbf{E}_H=(E_{H,-N},\ldots E_{H,N})^{\mathrm{T}}$. Всего будет $4N+2$ неизвестных. Систему уравнений перепишем в матричном виде:

$$\left\|\begin{matrix}\mathbf{E}_0(z)\\ \mathbf{E}_H(z)\end{matrix}\right\|=i\mathbf{M}\left\|\begin{matrix}\mathbf{E}_0(z)\\ \mathbf{E}_H(z)\end{matrix}\right\|$$

Матрица коэффициентов составляется по следующему правилу:
$\{\mathbf{M}\}_{F+r,F+c}=(\xi-\kappa_x r)\cot\theta_0\delta_{rc}-a_{00}G_{c-r}$,
$\{\mathbf{M}\}_{F+r,S+c}=-a_{0\mathrm{H}}G_{c-r}$, $\{\mathbf{M}\}_{S+r,F+c}=a_{H0}G_{c-r}$,
$\{\mathbf{M}\}_{S+r,S+c}=a_{HH}G_{c-r}-((\xi-\kappa_x r)\cot\theta_H+a)\delta_{rc}$, где $F=N+1$ и $S=3N+2$ являются целочисленными константами, $r|c=-N..N$ индексами, а δ_{rc} символом Кронекера. Обозначим через λ_n собственные числа матрицы $\mathbf{M}$, где $n=1..4N+2$. Собственным числам λ_n соответствуют собственные вектора $\mathbf{v}_n$. Решение нашего матричного уравнения ищем виде: $\left\|\begin{matrix}\mathbf{E}_0(z)\\ \mathbf{E}_H(z)\end{matrix}\right\|=\sum_{n=1}^{4N+2}u_n e^{i\lambda_n z}\mathbf{v}_n$. Здесь коэффициенты u_n определяются из граничных условий: $E_0(x,y,T)=\frac{1}{(2\pi)^2}$ (плоская волна), $E_H(x,y,0)=0$. Или то же самое: $\{\mathbf{E}_0(T)\}_{F+r}=\delta(\xi-\kappa_x r)\delta(\psi-\kappa_y r)$, $\{\mathbf{E}_H(T)\}_{F+r}=0$, где $\delta()$ – функция Дирака.

Рассмотрим задачу в более общем виде. Апроксимирум произвольный профиль дифракционной решетки набором плоских слоёв прямоугольного сечения. Всего будет L слоёв, которые будем маркировать $i=1..L$ индексом. Слой с индексом 1 лежит на подложке, а с индексом L является поверхностью образца. Для каждого i-го слоя с $z\in[z_{i-1},z_i]$ задается своя матрица коэффициентов $\mathbf{M}_i$, в которой используются свои коэффициенты $G_{i,n}=e^{-i\frac{C_i}{P}2\pi n}\frac{B_i}{P}\mathrm{sinc}(\frac{B_i}{P}\pi n)$, где C_i и B_i – центр и ширина i-ой области. Для краткости введем обозначения: $\mathbf{E}_{0|H,i}\equiv\mathbf{E}_{0|H}(z_i)$. Решение для i-го слоя представим в виде:

$$\begin{cases}\mathbf{E}_{0,i}=\mathbf{T}_{00,i}\mathbf{E}_{0,i-1}+\mathbf{T}_{0\mathrm{H},i}\mathbf{E}_{H,i-1}\\ \mathbf{E}_{H,i}=\mathbf{T}_{H0,i}\mathbf{E}_{0,i-1}+\mathbf{T}_{HH,i}\mathbf{E}_{H,i-1}\end{cases}$$

На основе этого решения можно предложить рекуррентную схему вычислений:

$$\begin{cases}\mathbf{U}_{00,i}=\mathbf{T}_{00,i}\mathbf{U}_{00,i-1}+\mathbf{T}_{0\mathrm{H},i}\mathbf{U}_{H0,i-1}\\ \mathbf{U}_{0\mathrm{H},i}=\mathbf{T}_{00,i}\mathbf{U}_{0\mathrm{H},i-1}+\mathbf{T}_{0\mathrm{H},i}\mathbf{U}_{HH,i-1}\\ \mathbf{U}_{H0,i}=\mathbf{T}_{H0,i}\mathbf{U}_{00,i-1}+\mathbf{T}_{HH,i}\mathbf{U}_{H0,i-1}\\ \mathbf{U}_{HH,i}=\mathbf{T}_{H0,i}\mathbf{U}_{0\mathrm{H},i-1}+\mathbf{T}_{HH,i}\mathbf{U}_{HH,i-1}\end{cases}$$

с начальными условиями: $\mathbf{U}_{00,1}=T_{00,1}$, $\mathbf{U}_{0\mathrm{H},1}=\mathbf{T}_{0\mathrm{H},1}$, $\mathbf{U}_{H0,1}=\mathbf{T}_{H0,1}$, $\mathbf{U}_{HH,1}=\mathbf{T}_{HH,1}$. Учитывая условие задачи $\mathbf{E}_{H,0}=\mathbf{0}$, получаем решение для стека матричных уравнений: $\mathbf{E}_{H,L}=\mathbf{U}_{H0,L}\mathbf{U}_{00,L}^{-1}\mathbf{E}_{0,L}$. Напомним, что $z_0=0$, $z_L=T$. Более короткая запись решения будет

$$\mathbf{E}_H(T)=\mathbf{R}(\xi)\mathbf{E}_0(T)$$

где матрица отражений $\mathbf{R}(\xi)=\mathbf{U}_{H0,L}(\xi)\mathbf{U}_{00,L}^{-1}(\xi)$. Матрицы $\mathbf{T}_{xx,i}$ размерами $(2N+1)\times(2N+1)$ вычисляются следующим образом:

$$\begin{cases}\mathbf{T}_{00,i}=[\mathbf{W}_i]_{1..2N+1,1..4N+2}[\mathbf{V}_i^{-1}]_{1..4N+2,1..2N+1}\\ \mathbf{T}_{0\mathrm{H},i}=[\mathbf{W}_i]_{1..2N+1,1..4N+2}[\mathbf{V}_i^{-1}]_{1..4N+2,2N+2..4N+2}\\ \mathbf{T}_{H0,i}=[\mathbf{W}_i]_{2N+2..4N+2,1..4N+2}[\mathbf{V}_i^{-1}]_{1..4N+2,1..2N+1}\\ \mathbf{T}_{HH,i}=[\mathbf{W}_i]_{2N+2..4N+2,1..4N+2}[\mathbf{V}_i^{-1}]_{1..4N+2,2N+2..4N+2}\end{cases}$$

Здесь используется оператор выборки подматрицы $[\ ]_{r_1..r_2,c_1..r_2}$ с r_1 по r_2 строку и с c_1 по c_2 столбец. Матрицы $\mathbf{V}_i$ и $\mathbf{W}_i$ строятся из собственных чисел $\lambda_{i,n}$ и векторов $\mathbf{v}_{i,n}$ матрицы $\mathbf{M}_i$:

$$\begin{cases}\mathbf{V}_i=\left\|e^{i\lambda_{i,1}z_{i-1}}\mathbf{v}_{i,1}\quad\ldots\quad e^{i\lambda_{i,4N+1}z_{i-1}}\mathbf{v}_{i,4N+1}\right\|\\ \mathbf{W}_i=\left\|e^{i\lambda_{i,1}z_i}\mathbf{v}_{i,1}\quad\ldots\quad e^{i\lambda_{i,4N+1}z_i}\mathbf{v}_{i,4N+1}\right\|\end{cases}$$

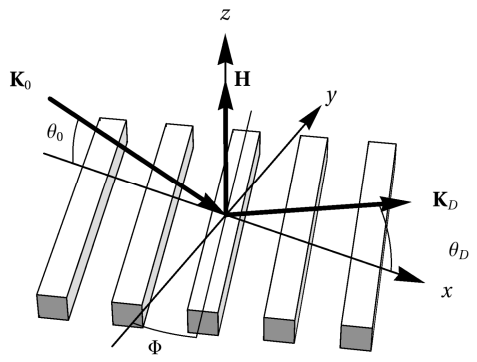


Рис. 1. Лабораторная система координат.

Полученное решение – это решение в Фурье пространстве. Чтобы связать Фурье пространство с обратным пространством многослойной

дифракционной решетки, введём вектор рассеяния: $\mathbf{Q}=\mathbf{K}_D-\mathbf{K}_0$ (рис. 1). Результирующая амплитуда в положении наблюдения D в приближении Фраунгофера (размеры образца много меньше расстояния от образца до точки D) равна

$$E_D(\mathbf{Q})=A\int\int E_H(x,y,T)\,e^{-iQ_x x-iQ_y y}\,dx\,dy$$

где A – некий нормирующий множитель. Интенсивность рассеяния в компланарной схеме дифракции, регистрируемая в точке D, равна:

$$I_D=A\left\langle\left|\int E_D(\mathbf{Q})\,dQ_y\right|^2\right\rangle$$

Полагаем, что образец по площади ограничен размером S_x вдоль оси x. Выбираем нормирующий множитель так, чтобы выполнялось уравение $AS_xS_y\int \mathrm{sinc}^2\left(S_y\frac{Q_y-\kappa_y s}{2}\right)dQ_y=\frac{\sin\theta_B}{\sin\theta_0}$. Подставляя Фурье образ $E_H(x,y,T)$ в E_D, получаем результат нашей задачи:

$$I_D=\left(\frac{\sin\theta_B}{\sin\theta_0}\right)^2\left|\{\mathbf{R}(\xi=\kappa_x s)\}_{F,F+s}\right|^2\mathrm{sinc}^2\left(S_x\frac{Q_x-\kappa_x s}{2}\right)$$

Здесь $s=\mathrm{round}(Q_x/\kappa_x)$ – номер сателлита. Отметим, что матрица отражений через параметры a_{xx} и a зависит от Q_x и Q_z, а именно:

$$\sin\theta_0=\frac{Q_x}{2k}\sqrt{\left(\left(\frac{Q_x}{2k}\right)^2+\left(\frac{Q_z}{2k}\right)^2\right)^{-1}-1}+\frac{Q_z}{2k}$$

1) Как меняются сечения по глубине и от азимутального угла
2) пример трапецивидного профиля
3) сравнение с экспериментом

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (проект № 13-02-00272-а), программы Президиума РАН 12-П-1-1014 и программы фундаментальных исследований УрО РАН 12-У-1-1010.

Список литературы

Дифракция рентгеновского излучения на X-срезе монокристалла $Ca_3TaGa_3Si_2O_{14}$, промодулированного поверхностной акустической волной

Д. В. Иржак, Д. В. Рощупкин
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия
e-mail: irzhak@iptm.ru

Акустоэлектронные приборы, основанные на поверхностных акустических волнах (ПАВ), являются важной частью современной техники. Значительное число исследований посвящено изучению свойств материалов для акустоэлектроники. Основной задачей данных исследований является измерение материальных констант, необходимых для расчета акустических свойств кристаллов: компонент упругого и пьезоэлектрического тензоров. В настоящее время основным способом измерения как упругих, так и пьезоэлектрических констант является метод, основанный на измерении скоростей распространения акустических волн в исследуемом кристалле [1]. Однако даже для хорошо изученных акустических кристаллов приведенные в справочнике значения упругих и пьезоэлектрических констант могут достаточно сильно различаться [2]. Таким образом, проблема выбора набора материальных констант, описывающих акустические свойства монокристаллов, является одной из основных при разработке акустоэлектронных приборов.

Явление дифракции рентгеновского излучения на кристаллах, промодулированных ПАВ, достаточно хорошо исследовано как экспериментально [3-5], так и теоретически [5-7]. Характерной особенностью дифракции рентгеновского излучения на кристалле, промодулированном ПАВ, является появление на кривой качания кристалла дифракционных сателлитов, угловая расходимость между которыми определяется следующим выражением:

$$\delta\Theta = d/\Lambda, \qquad (1)$$

где $\delta\Theta$ – угловая расходимость между дифракционными сателлитами, d – межплоскостное расстояние для исследуемого брэгговского отражения кристалла, Λ – длина волны ПАВ. Интенсивность рентгеновского излучения, дифрагированного в дифракционные сателлиты, зависит от амплитуды ПАВ [3-5]. Важным результатом ранее выполненных исследований является вывод о том, что форма кривой качания кристалла зависит не только от амплитуды и длины волны ПАВ, но и от характера деформации кристаллической решетки, вызванной распространением акустической волны [5-6].

В настоящей работе на основании экспериментальных исследований и численного моделирования процесса дифракции рентгеновского излучения на монокристалле $Ca_3TaGa_3Si_2O_{14}$ (CTGS), промодулированном ПАВ, обоснован выбор набора материальных констант для кристалла CTGS.

В качестве объекта исследований был выбран X-срез монокристалла CTGS (отражение 110). На поверхности подложки для возбуждения ПАВ с длиной волны Λ=4 мкм методом электроннолучевой литографии был сформирован встречноштыревой преобразователь (ВШП), состоящий из 50 пар электродов. Резонансная частота возбуждения ПАВ составляла f=700 МГц. ПАВ распространяется вдоль оси Y со скоростью V=2800 м/с.

Исследования дифракции рентгеновского излучения на акустически промодулированном кристалле CTGS были выполнены на источнике синхротронного излучения BESSY II в схеме двухкристального дифрактометра. Энергия рентгеновского излучения E=11 кэВ была выделена с помощью двойного кристалла монохроматора Si(111). Значение угла Брэгга для отражения от плоскостей (110) в кристалле CTGS составляло Θ_B=7.7764°.

В ходе проведения экспериментальных исследований были измерены кривые качания кристалла CTGS, полученные при различных значениях амплитуды входного высокочастотного электрического сигнала на ВШП.

С ростом амплитуды входного сигнала на ВШП наблюдается увеличение числа дифракционных сателлитов на кривой качания. На основе экспериментальных данных были получены зависимости интенсивности дифракционных сателлитов от амплитуды входного высокочастотного электрического сигнала.

На рисунке 1 представлены зависимости интенсивности дифракционных сателлитов от амплитуды входного высокочастотного сигнала на ВШП.

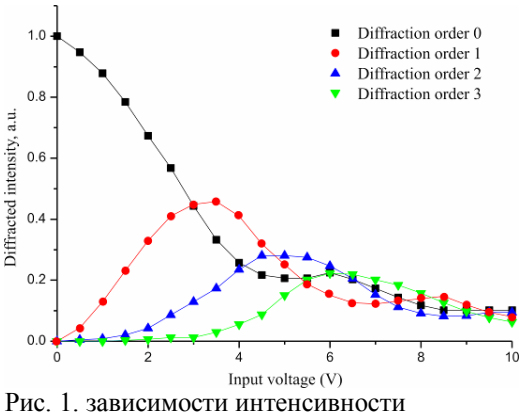


Рис. 1. зависимости интенсивности дифракционных сателлитов от амплитуды входного высокочастотного сигнала на ВШП.

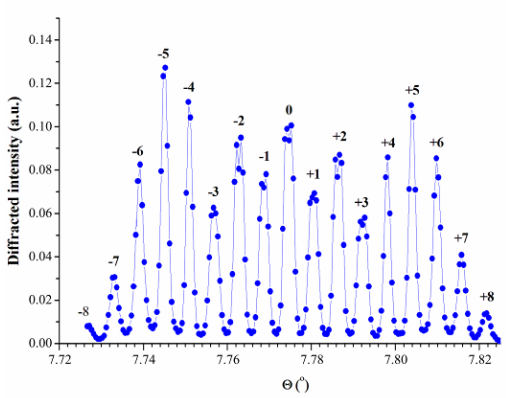


Рис. 2. Кривая качания, полученная при амплитуде высокочастотного сигнала на ВШП U=10 В.

При амплитуде входного сигнала на ВШП U=10 В на кривой качания можно наблюдать по 8 дифракционных сателлитов двух сторон от нулевого брэгговского пика (рис. 2). Угловая расходимость между дифракционными сателлитами на кривой качания составляет $\delta\Theta$=0.0067°, что соответствует расчетному значению из выражения (1). При амплитуде входного высокочастотного электрического сигнала, превышающего 7.5 вольт, наблюдается расщепление дифракционных сателлитов на кривой качания. Причина возникновения расщепления дифракционных сателлитов обсуждалась в ряде работах [5-7]. Кроме того, было обнаружено, что угол сноса потока акустической энергии при распространении ПАВ в X – срезе кристалла CTGS близок к нулю.

Для моделирования кривых качания акустически промодулированного кристалла CTGS необходима информация о деформации кристаллической решетки, вызванной распространением ПАВ. В рамках решения задачи расчета деформации необходимо определить набор материальных констант кристалла. В настоящее время известно три таких набора материальных констант кристалла CTGS, измеренные тремя независимыми группами исследователей [8-10].

Величины упругих, пьезоэлектрических и диэлектрических констант, измеренные в данных работах, существенно различаются. Значения скоростей ПАВ, рассчитанные с использованием материальных констант так же различны. Сравнение расчетов скоростей ПАВ и углов сноса потока акустической энергии с результатами экспериментальных измерений представлено в Таблице 1.

Таблица 1. Скорости ПАВ и угол сноса потока энергии для X - среза кристалла CTGS

Источник	V, м/с	PFA, °
[8]	2825	0.20
[9]	2856	0.049
[10]	2801	-0.89
Данная работа	2800	~0

Следует отметить, что для всех трех случаев [8-10] PFA достаточно мал, что совпадает с результатами экспериментального исследования. Отличие рассчитанных в [8-10] значений скоростей ПАВ от измеренного экспериментально в настоящей работе значения скорости ПАВ не превышает 2 %. Таким образом, основание для выбора материальных констант, использующихся при численном моделировании дифракции рентгеновского излучения на кристалле, промодулированном ПАВ, отсутствует. Это означает, что выбор следует производить на основании наилучшего совпадения результатов численного моделирования с реальным рентгеновским экспериментом, выполненным в настоящей работе.

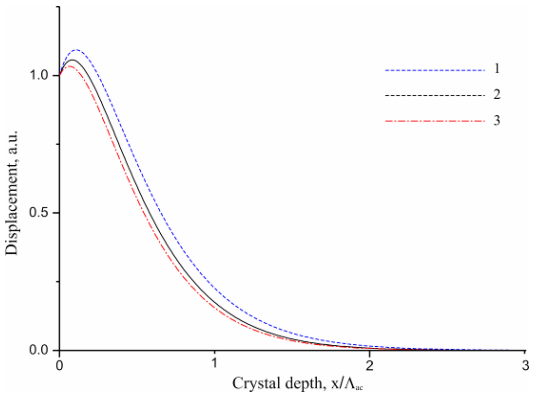
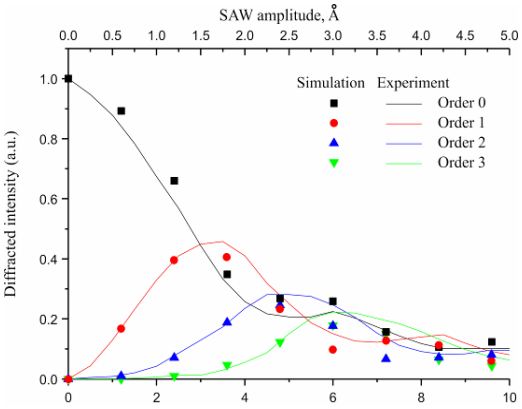
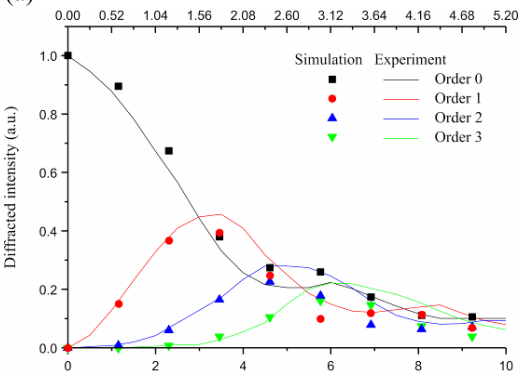


Рис. 3. Зависимости вертикальной компоненты вектора смещения X-срезе кристалла CTGS от глубины кристалла рассчитанные с использованием различных наборов материальных констант: 1 - [10], 2 - [8], 3 - [9].

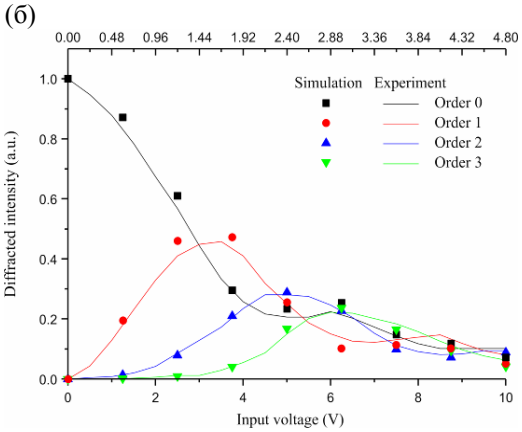
Расчет деформации был выполнен на основе метода парциальных волн [11]. Зависимости величин вертикальной компоненты векторов смещения кристаллической решетки от координаты, направленной вглубь кристалла, рассчитанные с использованием различных наборов материальных констант представлен на рисунке 3.



(а)



(б)



(в)

Рис. 4. Сравнение результатов эксперимента и расчета зависимости интенсивности дифракционных сателлитов от амплитуды входного высокочастотного сигнала на ВШП: [8] (а), [9] (б), [10] (в).

Зависимости различаются как по амплитуде, так и по положению максимума вертикальной компоненты вектора смещения. Учитывая чувствительность рентгеновского излучения к деформациям кристаллической решетки на уровне $\Delta d/d \sim 10^{-5}$, то данное различие может проявиться при численном моделировании кривых качания кристалла, промодулированного ПАВ. Моделирование кривых качания кристалла CTGS, промодулированного ПАВ, проводилось на основе численного решения системы уравнений Такаги с учетом деформации кристаллической решетки (рис. 3). Сравнение результатов расчетов удобнее всего проводить на основе анализа зависимостей интенсивности дифракционных сателлитов от амплитуды входного высокочастотного сигнала на ВШП и сопоставлении их с результатами расчетов. Данные зависимости представлены на рисунке 4. Из сравнения видно, что наилучшее совпадение результатов расчетов с экспериментальными данными достигается при различных коэффициентах пропорциональности между электрическим сигналом и амплитудой ПАВ. Это можно объяснить различием максимальной амплитуды вертикальных компонент смещения.

1. Mason, W. P. (1950). Piezoelectric Crystals and Their Application to Ultrasonics. New York: Van Nostrand.
2. Sirotin Y.I., Shaskolskaya M.P. Fundamentals of Crystal Physics. Moscow: Mir Publishers (1982)
3. Roshchupkin DV; Erko AI; Ortega L; Irzhak DV; Applied Physics A, 94, 3, 477-484, 2009
4. Roshchupkin Dmitry; Ortega Luc; Plotitcyna Olga; Erko Alexei; Zizak Ivo; Irzhak Dmitry; Journal of Applied Physics, 113, 14, 144909-144909-4, 2013
5. Schelokov Igor A; Roshchupkin Dmitry V; Irzhak Dmitry V; Tucoulou Remi, Journal of applied crystallography, 37, 1, 52-61, 2004
6. Punegov, V. I., Technical Physics Letters 29.10 (2003): 815-818.
7. Punegov, Vasily I., Yakov I. Nesterets, and Dmitry V. Roshchupkin., Journal of Applied Crystallography 43.3 (2010): 520-530.
8. Yu.V. Pisarevsky, B.V. Mill, N.A. Moiseeva, A.V. Yakimov, “Ordered $Ca_3TaGa_3Si_2O_{14}$ crystals: growth, electromechanical and optical properties”, Proc. 18 Eur. Frequency and Time Forum, pp. 216-219, 2004.
9. X. Shi, D. Yuan, X. Yin, A. Wei, S. Guo, F. Yu, Solid State Comm., vol. 142, pp. 173-176, 2007.
10. Sotnikov, A.; Schmidt, H.; Weihnacht, M.; Buzanov, O.; Sakharov, S., "Material parameters of $Ca_3TaGa_3Si_2O_{14}$ single crystal revisited," Ultrasonics Symposium (IUS), 2013 IEEE International , p.1688-1691, 21-25 July 2013
11. Dieulesaint E., Royer D., Ondes Elastique dans les solides, Paris: Masson, 1974
12. Takagi S., Acta Crystal., vol. 15, p. 1311-1313, 1962.

Использование VLS решётки для создания стигматического спектрометра высокого разрешения на область длин волн 11 – 30 нм

Е.А.Вишняков[1], Е.Н.Рагозин[1], А.Н.Шатохин[1]
[1]*Физический институт им. П.Н. Лебедева Российской академии наук, Москва, Россия*
e-mail: shatohinal@gmail.com

Особенностью использования классических оптических и спектральных элементов в мягком рентгеновском диапазоне спектра является скользящее падение излучения. Как следствие, спектральные приборы, построенные на подобных элементах, являются астигматическими. Так, при использовании вогнутой дифракционной решётки скользящего падения излучение фокусируется в спектральном направлении и не фокусируется в скрещенном направлении. Поэтому спектральное изображение точечного источника (например, точки входной щели) представляет собой отрезок, длина которого может в разы превосходить освещенную высоту штриха решетки. С этим связано уменьшение освещенности в спектральных линиях и утрата информации о пространственном распределении интенсивности в источнике излучения.

Использование фокусирующих многослойных зеркал (МЗ) нормального падения в сочетании с дифракционными решетками (ДР), у которых шаг изменяется на апертуре по заданному закону, позволяет преодолеть эти ограничения.

Для построения стигматического прибора необходимо, чтобы каждый элемент не вносил сильного астигматизма и при этом происходила компенсация астигматизма за счёт совместного использования различных элементов.

В нашей работе речь идёт о возможности создания стигматического спектрографа, обладающего высоким разрешением и сильной дисперсией, характерными для схем скользящего падения, и одновременно относительно высокой светосилой и большим полем зрения за счёт использования решетки с переменной частотой штрихов в комбинации с вогнутым МЗ нормального падения, которое направляет на нее сходящийся почти гомоцентрический пучок.

Многослойная структура зеркала может быть как периодической, так и апериодической (Рис. 1). В первом случае спектральный контур коэффициента отражения имеет колоколообразную форму и относительно узок, во втором случае коэффициенту отражения может быть придана форма, например, плато – постоянного коэффициента отражения в заданном интервале длин волн [1]. Рабочий спектральный диапазон такого спектрометра будет определяться спектром отражения МЗ.

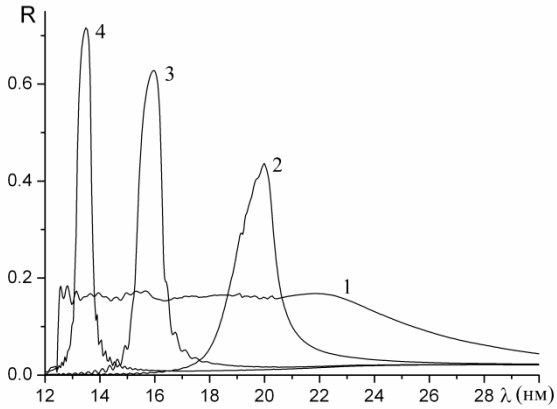


Рис. 1. Коэффициент отражения апериодического МЗ, оптимизированного на максимальное равномерное отражение при нормальном падении в области 12.5 – 25 нм (кривая 1). Для сравнения показаны коэффициенты отражения периодических МЗ, оптимизированных на максимум отражения на длинах волн 20 (2), 16 (3) и 13.5 нм (4)

В данной работе мы будем иметь в виду апериодическое многослойное Mo/Si-зеркало, обладающее равномерным отражением (~15–20%) в диапазоне 125–250 Å. Апериодические многослойные зеркала такого типа синтезировались в Национальном техническом университете "Харьковский политехнический институт" (ХПИ) в лаборатории В.В. Кондратенко и неоднократно использовались в экспериментах (например, [2, 3]).

Зеркало используется в Роуландовской установке при почти нормальном падении излучения. В такой установке астигматизм зеркала мал, а именно, расхождение вертикального и горизонтального фокусов равно $2R\alpha^2$, где R – радиус кривизны зеркала, а α – угол падения излучения.

Для спектрального разложения излучения предлагается использовать решётку с неэквидистантными штрихами (так называемую VLS-решетку).

Впервые использование дифракционной решётки с переменной густотой штрихов было предложено М. А. Корню в 1893 году [4]. Он

провёл исследование по изменению фокальной поверхности в случае, когда у дифракционной решётки монотонно меняется частота штрихов. Варьирование частоты штрихов позволяет искривить фокальную поверхность так, чтобы излучение падало нормально на детектор, и компенсировать астигматизм как самой решётки, так и падающего пучка [5,6].

При использовании отражении сходящегося гомоцентрического пучка от классической ДР с эквидистантными штрихами возникает астигматизм: вертикальный фокус находится на окружности с центром в точке О и радиусом ОА, а горизонтальный фокус находится вне этой окружности для внутренних порядков дифракции и внутри неё, для внешних (Рис. 2).

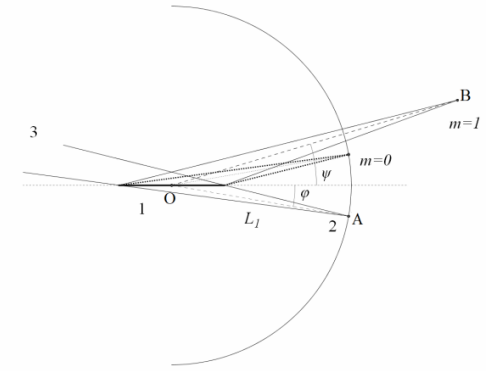


Рис. 2. Астигматизм плоской дифракционной решетки (ДР) скользящего падения при падении на нее сходящегося гомоцентрического пучка. 1 – плоская ДР с эквидистантными штрихами, 2 – фокус гомоцентрического пучка, 3 – гомоцентрический пучок.

В работе [7] показано, каким должен быть закон изменения шага плоской VLS-решетки, на которую направляется сходящийся гомоцентрический пучок, для совмещения спектрального и вертикального фокусов на выбранной длине волны (Рис. 3):

$$p(w)=\frac{1}{m\lambda_1}\left(\cos\left(arcctg\left(ctg(\varphi_0)-\frac{w}{L_1\sin(\varphi_0)}\right)\right)-\cos\left(arcctg\left(ctg(\psi_0)-\frac{w}{L_2\sin(\psi_0)}\right)\right)\right), \quad (1)$$

где $p(w)$ – частота штрихов в данной точке на апертуре VLS-решетки, m – рабочий порядок дифракции, φ_0 и ψ_0 – скользящие углы падения и дифракции, L_1 и L_2 – расстояние ОА.

Однако подобные выкладки позволяют получить строго точечные изображения только на одной длине волны λ_1. Несмотря на это, в окрестности выбранной длины волны расхождение сагиттального и спектрального фокуса будут невелики.

Более того, такой подход позволяет компенсировать астигматизм на одной длине волны, даже если световой пучок не совсем гомоцентрический, а имеет два фокуса – горизонтальный L_1 и вертикальный L_2 (Обладает астигматизмом).

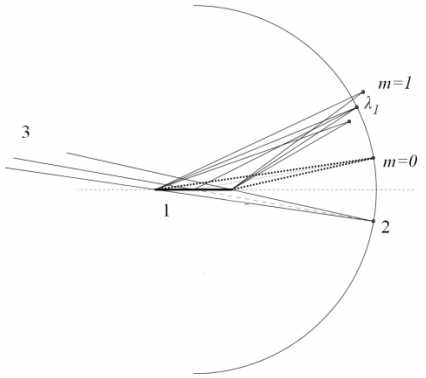


Рис. 3. Компенсация астигматизма плоской VLS-решетки на одной длине волны. 1 – плоская ДР с неэквидистантными штрихами, 2 – фокус гомоцентрического пучка, 3 – гомоцентрический пучок.

Теперь отметим, что параметры φ_0, ψ_0, λ_1, $p_0 = p(0)$ и m связаны уравнением дифракции центрального луча

$$\cos\varphi_0 - \cos\psi_0 = mp_0\lambda_1. \quad (2)$$

В этом уравнении свободными являются любые четыре параметра из набора, а пятый однозначно определяется через остальные. Например, зафиксировав $m\lambda_1$, мы получаем ещё два свободных параметра. Традиционно это параметры φ_0 и p_0, а угол дифракции центрального луча ψ_0 находится из уравнения (2). После этого из условия (1) можно найти выражение для густоты штрихов $p(m)$.

Используя остающиеся степени свободы, можно потребовать стигматизма на второй длине волны λ_2. После этого остается лишь одна степень свободы. Если задаться “круглым” значением p_0, и тогда значение φ_0 задается уравнением

$$\sin(\psi_0) = mp_0\sqrt{\lambda_1\lambda_2}\left(\frac{L_1}{L_2}-1\right)^{-\frac{1}{2}}. \quad (3)$$

После этого из уравнения (2) находим угол дифракции ψ_0. Подставляя все эти параметры в уравнение (1), получаем закон изменения частоты штрихов $p(w)$. Из уравнения (3) видно, что компенсация астигматизма прибора на второй длине волны оказывается возможной именно из-за наличия слабого астигматизма ($L_1 \neq L_2$) в пучке, направляемом на ДР при помощи МЗ.

В результате ограничения числа степеней свободы в схеме добиваемся совпадения горизонтального и вертикального фокусов для двух длин волн λ_1 и λ_2. А именно, происходит пересечение поверхностей горизонтального и вертикального фокусов для

двух выбранных длин волн. Расчёты показывают, что эта поверхность гладкая, а значит условие нестрогого стигматизма выполняется для целого промежутка длин волн. Нестрогий стигматизм (остаточный астигматизм) означает, что спектрограф строит двумерные спектральные изображения объекта с хорошим пространственным разрешением вдоль дисперсии и поперёк (Рис. 4).

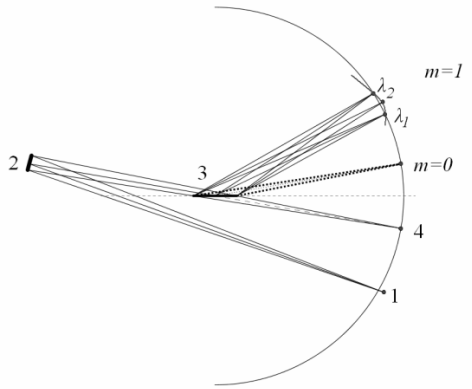


Рис. 4. Оптическая схема спектрометра с компенсацией астигматизма на двух длинах волн. 1 – источник излучения, 2 – вогнутое АМЗ, 3 – плоская VLS-решётка, 4 – вертикальный фокус сходящегося пучка.

Ниже приведены расчеты изображающих характеристик спектрометра, выполненные методом численной трассировки лучей с помощью программы XOP (X-ray Oriented Programs) версии 2.3 с расширением SHADOWVUI. В качестве примера выбраны следующие параметры схемы: спектральный рабочий диапазон 120–300 Å, радиус кривизны зеркала 1000 мм, расстояние “МЗ–центр решетки” 500 мм. Значения λ_1 и λ_2 выбираются с таким расчетом, чтобы минимизировать максимальную геометрическую расфокусировку изображения точечного источника, обусловленную отступлением горизонтальной фокальной кривой от вертикальной на интервале 120–300 Å, и при этом на длинах волн λ_1 и λ_2 изображение точечного источника имеет минимальные размеры.

Произведён расчёт для решётки с частотой штрихов в середине решётки 1200 шт/мм и углом падения на зеркало 3˚, λ_1 и λ_2 выбраны 144 Å и 272 Å. Тогда, угол падения на решётку ≈ 13˚. В этом случае получаем следующий закон распределения частоты штрихов: $p(w) = 1200 + 4.52w + 12.3\cdot10^{-3}\ \ w^2 + 2.83\cdot10^{-5}w^3$. На решетке с шириной заштрихованной части 50 мм (w изменяется в пределах ±25 мм) частота штрихов изменяется в пределах 1095 – 1320 мм$^{-1}$; в центре 1200 мм$^{-1}$. При этом указанный спектральный интервал занимает участок 35 мм на детекторе, средняя обратная линейная дисперсия составляет 5.1 Å/мм. Рабочая область на решетке составляет 50x20 мм, что соответствует входному приемному углу спектрометра $2.3\cdot10^{-2}\times4\cdot10^{-2}=9.1\cdot10^{-4}$ ср. На Рис. 5 показано изображение точечного источника на $\lambda_1 = 144$ Å, лежащего в главной плоскости, а также распределение интенсивности в направлении дисперсии (гистограмма справа) и в вертикальном направлении (гистограмма сверху). Видно, что астигматическое размытие изображения составляет по основанию ~10 мкм, а размытие в направлении дисперсии, также по основанию, ~6 мкм. Таким образом, размер изображения точечного источника соответствует размеру ячейки (13 мкм) современных CCD-детекторов. Получаем, что размер ячейки соответствует разрешению 0.063 Å и разрешающей способности $2.3\cdot10^3$.

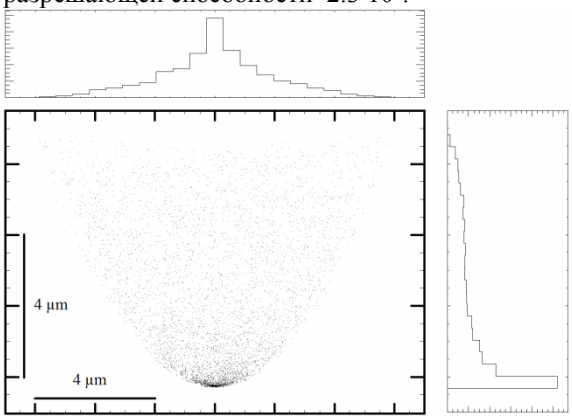


Рис. 5. Изображение точечного источника, лежащего в главной плоскости, на длине волны 144Å,.

1. Колачевский Н. Н. , Пирожков А. С. , Рагозин Е. Н. Квантовая электрон., 30 (5), 428 (2000).

2. Kando M., Pirozhkov A.S., Kawase K., et al. Phys. Rev. Lett., 103 (23), 235003(4) (2009).

3. Вишняков Е.А. , Каменец Ф.Ф., Кондратенко В.В., Лугинин М.С., Панченко А.В., Першин Ю.П., Пирожков А.С., Рагозин Е.Н. Квантовая электрон., 42 (2), 143 (2012).

4. M. A. Cornu, Comptes Rendus Acad. Sci. number 117 (1893). p. 1032-1039

5. Tatsuo Harada, Toshiaki Kita. Applied optics, volume 19, number 23, 1 December, 1980, p. 3987 – 3993.

6. Michael C. Hettrick, Stuart Bowyer, Roger F. Malina, Christopher Martin, and Stanley Mrowka. Applied optics, volume 24, number 12, 15 June, 1985, p. 1737 – 1756.

7. Hettrick M.C. et al. Appl. Optics, 24 (12), 1737 (1985).

Исследование многослойных эпитаксиальных структур на основе Si и GaAs методами рентгеновской топографии

И.Л. Шульпина [1], В.А Козлов [2,3], Ф.Ю. Солдатенков [1,2].

[1] *Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия*
[2] *ООО «Силовые Полупроводники», Санкт-Петербург, Россия*
[3] *ЗАО НПО «Фид-Техника», Санкт-Петербург, Россия*
e-mail: iren.shulpina@mail.ioffe.ru

.

Не смотря на выдающиеся достижения в использовании синхротронного излучения, рентгеновская топография на лабораторных источниках излучения остается основным практическим методом для решения разнообразных задач материаловедения, в частности, для совершенствования технологии создания приборных структур. Настоящая работа посвящена исследованию дефектов в многослойных эпитаксиальных структурах реальных силовых приборов на основе Si и GaAs традиционными методами топографии.

Многослойные эпитаксиальные структуры на основе кремния являются сегодня основным исходным материалом для крупносерийного производства таких массовых силовых полупроводниковых приборов как быстро-восстанавливающиеся эпитаксиальные диоды, биполярные транзисторы с изолированным затвором, силовые транзисторы с МОП-затвором и т.д. Поэтому исследование дефектов, оказывающих отрицательное влияние на электрические характеристики приборов и снижающих выход годных структур, является важной практической и экономической задачей.

В то же время сегодня в соответствии со стратегией развития мировой силовой электроники сформирована дорожная карта по постепенному переходу с кремния, основного на данный момент материала для производства силовых приборов, на более широкозонные полупроводники. Разработанная в ФТИ им. А.Ф. Иоффе технология выращивания высоковольтных силовых структур на основе GaAs позволяет изготавливать приборы, демонстрирующие совокупность статических и динамических характеристик, не уступающих приборам на таких широкозонных полупроводниках, как SiC и GaN [1,2]. Первые результаты исследования дефектов в таких структурах на основе GaAs описаны в [1].

Для анализа структурного совершенства и дефектов в монокристаллических кремнии и арсениде галлия, а также в гомо- и гетероэпитаксиальных слоях на их основе в настоящее время успешно используются методы рентгеновской дифракционной топографии (РДТ). Эти методы позволяют выявлять и различать ростовые и технологические дефекты реальной структуры кристаллов, исследовать их распределение в кристаллических слоях, прослеживать их взаимодействие между собой и таким образом получать важную информацию о природе и эволюции дефектов в технологическом процессе изготовления приборов. Такая информация позволяет оптимизировать подбор исходных материалов и технологических режимов с целью управления структурными и электрически-активными дефектами, влияющими на основные характеристики приборов и определяющими их надежность.

Слаболегированные слои структур силовых Si приборов выращиваются преимущественно газо-фазной эпитаксией (VPE) на сильно легированных подложках Si, а чистые слои GaAs и твердых растворов A3B5 – методом эпитаксии из жидкой фазы (LPE).

Ранее было показано, что основным типом дефектов в эпитаксиальных слоях, выращенных на сильно легированных подложках кремния, являются дислокации несоответствия.

В данной работе исследованы особенности распределения дислокаций несоответствия в многослойных эпитаксиальных структурах силовых приборов и проанализировано влияние этих дефектов на электрические характеристики высоковольтных p-n – переходов.

По своему строению силовые структуры на основе Si и GaAs похожи. Они представляют собой толстые (толщиной 300-400 мкм) пластины сильнолегированных подложек с наращенными на них одним или несколькими толстыми эпитаксиальными слоями толщиной до 150 μm. Поэтому исследование таких структур выполнялось по единому плану, но с учетом существенного различия в поглощении рентгеновских лучей в этих материалах. GaAs в сравнении с Si является сильнопоглощающим материалом. Поэтому для исследования GaAs приходится обычно ограничиваться методом отражения, тогда как для кремниевых структур могут успешно применяться и трансмиссионные методики. Общими проблемами исследования обоих типов структур методами РДТ являются остаточный изгиб пластин, оценка качества подготовки рабочих поверхностей подложек для последующей эпитаксии и определение распределения дефектов по толщине и площади эпитаксиальных слоев.

Для исследования кремниевых структур применялся проекционный метод Ланга в MoKα – излучении и метод обратного отражения (Брэгга) в CuKα с использованием набора отражений. Для предотвращения наложения лауэпятен на топограммы в методе отражения в связи с большим размером пластин и их изгибом между образцом и фотопленкой устанавливался непрозрачный экран со щелью для пропуска отраженного пучка. Образец и пленка сканировались. Из-за большой суммарной толщины эпитаксиальных слоев достаточно серьезной задачей было изучение распределения дефектов по их толщине. Самым надежным способом ее решения было применение метода отражения к специально приготовляемым косым шлифам. Другой способ – последовательное удаление эпитаксиальных слоев, начиная с рабочей поверхности до интерфейса с подложкой. Это разрушительные способы. Однако для наблюдения распределения дефектов по толщине пластин в их локальных сечениях можно использовать методику стоп-кадров. Она состоит в получении топограмм в сильно асимметричном отражении на просвет при неподвижных образце и фотопленке в условиях, когда ширина падающего пучка составляет приблизительно треть толщины образца. Методика не обладает хорошим разрешением, но позволяет получить изображение интерфейса (границы слоев с подложкой), определить, присутствуют ли вблизи него дислокации и распространяются ли они к рабочей поверхности пластин. Это быстрый и неразрушительный метод определить, является ли сетка дислокаций несоответствия, возникающая вблизи интерфейса, объемной или плоской. При комплексном применении вышеописанных методов к кремниевым структурам были получены следующие основные результаты [3,4].

Наблюдались 2 типа дефектной структуры. При большом несоответствии параметров решетки (10^{-3} – 10^{-4}) сильнолегированной подложки и слаболегированных эпитаксиальных слоев на границе интерфейса возникала сетка дислокаций несоответствия, состоящая из прямолинейных дислокаций. Она была объемной, плотной у интерфейса, постепенно разреживающейся по толщине слоев в направлении к рабочей поверхности пластин. Особенность сетки – часто наблюдаемая неоднородность в распределении дислокаций по площади структур, с локальными сгущениями в виде рядов близко расположенных друг к другу дислокаций, рис. 1.

Было выяснено, что неоднородность распределения дислокаций в сетках связана с дефектами поверхности подложек ростового или технологического происхождения.

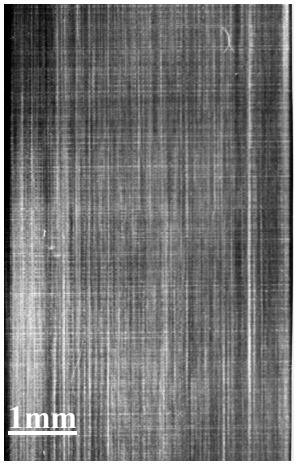


Рис.1. Сетка дислокаций несоответствия в пластине Si с ориентацией (100) с неравномерным распределением дислокаций. Метод Ланга, MoKα, 220.

В случае слабо легированной подложки, когда рассогласования решеток недостаточно для генерации дислокаций несоответствия, дефекты в эпитаксиальных слоях тоже наблюдались. Это были полосы скольжения или стенки дислокаций, происхождение которых было явно связано с дефектами подложки, в частности, с недостаточным удалением поверхностного слоя, нарушенным при полировке пластин. Полосы скольжения разреживались в направлении от интерфейса к поверхности и при достижении поверхности могли наблюдаться даже невооруженным глазом как гораздо более мощные дефекты, чем отдельные дислокации. В структурах такого типа распределение дислокаций в слоях было крайне неравномерным как по толщине, так и по площади.

При сопоставлении дефектной структуры пластин с электрическими характеристиками приборов был сделан вывод о том, что именно неравномерность распределения дефектов в структурах обоих типов оказывает главное влияние на их ухудшение. Приборы, созданные на основе структур с неравномерным распределением дислокаций в эпитаксиальных слоях характеризовались пониженными среднестатистическими рабочими напряжениями p-n-переходов в блокирующем состоянии и повышенными генерационно-рекомбинационными токами [4].

Для исследования реальной кристаллической структуры эпитаксиальных слоев в GaAs-A3B5 гетероструктурах использовались асимметричные отражения 422, 533, 331 и CuKα-излучение в методе обратного отражения. В гетероэпитаксиальных слоях приборных структур на основе GaAs наблюдались сетки дислокаций несоответствия, вид которых

определялся концентрацией твердого раствора, толщиной слоев и кристаллической ориентацией пластин. Квазиоднородная и симметричная сетка прямолинейных дислокаций несоответствия была типична для слоев $In_xGa_{1-x}As$ толщиной 50-65 μm при **x**, изменяющимся от 1,5 до 3 молярных %, рис. 2.

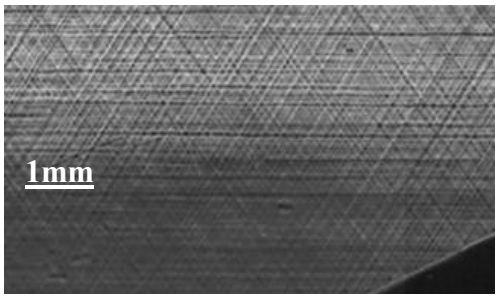


Рис.2. Сетка дислокаций несоответствия в структуре InGaAs/GaAs (111) с толщиной слоя 50 μm и содержанием InAs 2 мол.%. Метод Брэгга, CuKα, 422.

При дальнейшем увеличении **x** для той же толщины слоев форма ячеек сетки изменялась от треугольной с прямыми границами для ориентации (111) до округлой, перестраиваясь при x=5 мол % в ячеистую дислокационную структуру с плотными границами ячеек, рис.3. Средняя плотность дислокаций увеличивалась до 10^6 sm^{-2} .При изучении образцов с высоким уровнем легирования x>4mol% методами оптической микроскопии на поверхности эпитаксиальных слоев были выявлены характерные фигуры роста, объединяющие как правило сразу несколько дислокационных ячеек. Фигуры роста хорошо идентифицируются на рентгеновских топограммах, полученных в отражениях с малым углом падения рентгеновского пучка (331 в сравнении с 422 или 533). Их наличие свидетельствовало о высоком уровне содержания структурных дефектов в эпитаксиальном слое InGaAs.

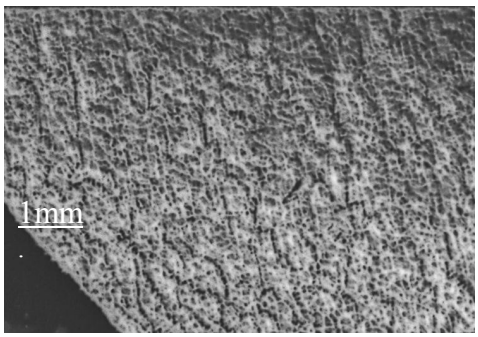


Рис.3.Ячеистая дислокационная структура при содержании InAs 5 мол. % с фигурами роста. Метод Брэгга, , CuKα, 331.

Методами топографии можно было наблюдать постепенную перестройку формы отдельных ячеек сетки дислокаций несоответствия, рис.4.

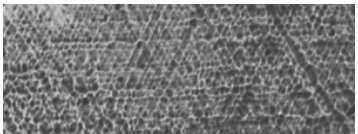


Рис.4. Промежуточное состояние сетки дислокаций несоответствия. Метод Брэгга, CuKα, 511.

Процесс изменения дислокационной структуры гетеослоев сопровождался существенным уменьшением времени жизни неосновных носителей заряда вблизи p-n-перехода от сотен до единиц наносекунд.

Проведенные исследования закономерностей образования дефектов на гетерогранице и в эпитаксиальных слоях на основе изовалентного легирования GaAs позволили контролируемо управлять качеством и количеством дефектов в таких структурах и создать на их основе сверхбыстродействующие GaAs-A3B5 импульсные силовые диоды с наносекундным быстродействием [1,2]. Этот результат стал возможен благодаря контролируемому образованию дефектов на гетерогранице и в эпитаксиальных слоях, включающему изовалентное легирование GaAs и использование рентгеновской топографии.

Отметим существенное различие в образовании дефектов в приборных силовых структурах на основе кремния и арсенида галлия. Если в структурах на кремнии в образовании дефектов, определяющих важные свойства приборов, большое значение имели дефекты приповерхностного слоя подложек, то в структурах на основе арсенида галлия превалирующее значение имел состав твердого раствора в гетеослоях, то есть уровень рассогласования по параметру решетки слоя твердого раствора и подложки.

[1] Kozlov V.A., Soldatenkov F.Yu., Danilchenko V.G., Korolkov V.I., Shulpina I.L., Proc. of 25th Advanced Semiconductor Manufacturing Conference, Saratoga Springs, USA, **139**, (2014).
[2] Солдатенков Ф.Ю., Данильченко В.Г., Корольков В.И. ФТП, **41** (2), 217, (2007).
[3] Shulpina I.L., Kozlov V.A., Book of abstracts of XTOP2012. St – Petersburg, Russia, 182, (2012).
[4] Шульпина И.Л., Козлов В.А., Изв. ВУЗов. Материалы электр. техники, **1**, 28, (2013).

Исследование процесса распространения поверхностных и псевдоповерхностных акустических волн в упорядоченных и неупорядоченных кристаллах семейства лантангаллиевого силиката

Д.В. Рощупкин[1], О.А. Плотицына[1], L. Ortega[2], I. Zizak[3]
[1]*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия*
[2]*Laboratoire de Physique des Solides, Univ. Paris-Sud, CNRS, UMR 850, France*
[3]*Institute for Nanometre Optics and Technology, Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie GmbH, Berlin, Germany*
e-mail: rochtchr@iptm.ru

Акустоэлектронные устройства на поверхностных акустических волнах (ПАВ) широко используются в телекоммуникационных системах обработки информации и передачи данных. Такие устройства также эффективны в сенсорных устройств, включая беспроводные. В последние годы ведется активный поиск новых перспективных пьезоэлектрические материалов для акустоэлектроники. Большое внимание уделяется кристаллам группы лантангаллиевого силиката, обладающими, как хорошими пьезоэлектрическими, так и хорошими термическими свойства [1-4].

Методы рентгеновской топографии и дифрактометрии представляют особый интерес для изучении акустических свойств кристаллов, поскольку они позволяют визуализировать акустические волновые поля в кристаллах в режиме реального времени. Распространение ПАВ в кристаллах может быть исследовано с помощью рентгеновской дифрактометрии, которая позволяет определять амплитуду ПАВ на основе анализа дифракционных спектров. Распространения ПАВ в кристалле вызывает синусоидальное модуляции кристаллической решетки и приводит к появлению дифракционных сателлитов на кривой качания. Интенсивность дифракционных сателлитов определяется амплитудой акустической волны, а угловая расходимость между дифракционными сателлитами определяется длиной волны ПАВ. Дифракции рентгеновских лучей может быть использован для изучения ПАВ и псевдоповерхностных акустических волн (ППАВ). Ранее нами был изучен процесс распространения ПАВ и ППАВ W в неупорядоченном кристалле $La_3Ga_{5.5}Ta_{0.5}O_{14}$ [5].

Целью данной работы являлось изучение процессов возбуждения и распространения ПАВ и ППАВ в неупорядоченном $La_3Ga_5SiO_{14}$ (LGS) и упорядоченном кристалле $Ca_3TaGa_3Si_2O_{14}$ (CTGS). ППАВ являются интересмным объектом исследований, поскольку ППАВ, как и ПАВ, могут быть возбуждены с помощью стандартного ВШП. ПАВ и ППАВ имеют одну и ту же длину волны, но разные скорости и, следовательно, возбуждаются на разных частотах. В данной работе двухкристальный рентгеновский дифрактометр был использован для изучения процессов возбуждения и распространения ПАВ и ППАВ в $Z-$срезе кристаллов LGT и CTGS и измерения углов сноса потока пкустической энергии.

На рисунке 1 представлена схема двухкристального рентгеновского дифрактометра на оптической линии KMC 2 источника синхротронного излучения BESSY II. Энергия рентгеновского излучения $E=11$ кэВ был выделена с помощью кристалла-монохроматора Si (111) с двукратным отражением. Рентгеновское излучение коллимировалось входной щелью с размером 60×60 мкм^2. рентгеновское излучения падает на исследуемый акустически промодулированный кристалл под углом Брэгга. Акустическая модуляция кристаллической решетки приводит к появлению дифракционных сателлитов на кривой качания с угловой расходимостью между сателлитами

$$\delta\Theta = d/\Lambda, \qquad (1)$$

где d - межплоскостное расстояние, Λ - длина звуковой волны. Угловая расходимость между дифракционными сателлитами определяется из выражения (1), а интенсивность дифракционных сателлитов зависит от амплитуды акустических колебаний кристаллической решетки [6-7]. Стандартный NaI сцинтилляционный детектор с входной щели 60 мкм использовался для регистрации дифрагированной рентгеновской интенсивности.

$Z-$срезы неупорядоченного кристалла LGS и упорядоченного кристалла CTGS (плоскости (001) параллельны поверхности кристалла) были использованы для изучения распространение ПАВ и ППАВ. Для возбуждения ПАВ и ППАВ на поверхности кристаллов методом электронно-лучевой литографии были сформированы встречноштыревые преобразователи (ВШП).

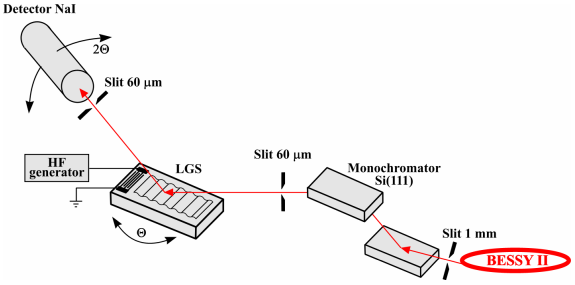


Рис. 1. Схема двухкристального рентгеновского дифрактометра.

ВШП были сформированы на поверхности кристаллов так, чтобы волновые вектора ПАВ были направлены вдоль X, $(X+30°)$, $(X+45°)$, $(X+60°)$ и $(X+90°)$. ВШП состоит из 50 пар металлических электродов с периодом 3 мкм, что соответствует длине волны ПАВ $\Lambda = 6$ мкм. Амплитуда акустической волны может изменяться линейно от нуля до нескольких ангстрем путем изменения амплитуды входного высокочастотного сигнала на ВШП. Распространение ПАВ и ППАВ в $Z-$срезе кристалла ЛГС характеризуется углом потока акустической энергии, т.е. направление вектора потока акустической энергии (PFV) не совпадает с направлением волнового вектора акустической волны.

Распространение ПАВ и ППАВ приводит к синусоидальной модуляции кристаллической решетки и появлекнию дифракционных сателлитов на кривой качания с интенсивностью и угловой расходимостью между дифракционными сателлитами, определяемыми амплитудов и длиной волны акустистических колебаний кристаллической решетки. На рис. 2 представлены дифракционные рентгеновские спектры Z-среза кристалла LGS, промодулированного ПАВ (а) с длиной волны $\Lambda = 6$ мкм и амплитудой h=3.1 Å и ППАВ (б) с амплитудой h=2.3 Å. ПАВ и ППАВ возбуждались одним и темже ВШП при амплитуды входного $ВЧ$ сигнала $U = 20$ В. ПАВ возбуждалась на резонансной частоте $f = 416$ МГц и распространялась со скоростью $V = 2496$ м/с в то время, как ППАВ была возбуждалась на частоте $f = 496$ МГц и распространялась со скоростью $V = 2976$ м/с. Таким образом, ПАВ и ППАВ имеют разные скорости и разные частоты возбуждения. Анализ дифракционных спектров позволяет определить амплитуды акустических волн и углы сноса потока акустической энергии. Распределение дифрагировавшего рентгеновской интенсивности на поверхности кристаллов было использован для исследования распространения ПАВ и ППАВ в кристаллах LGS и CTGS.

Процессы распространения ПАВ и ППАВ в неупорядоченном кристалле LGS характеризуются различием в углах сноса потока акустической энергии ПАВ и ПАВ.

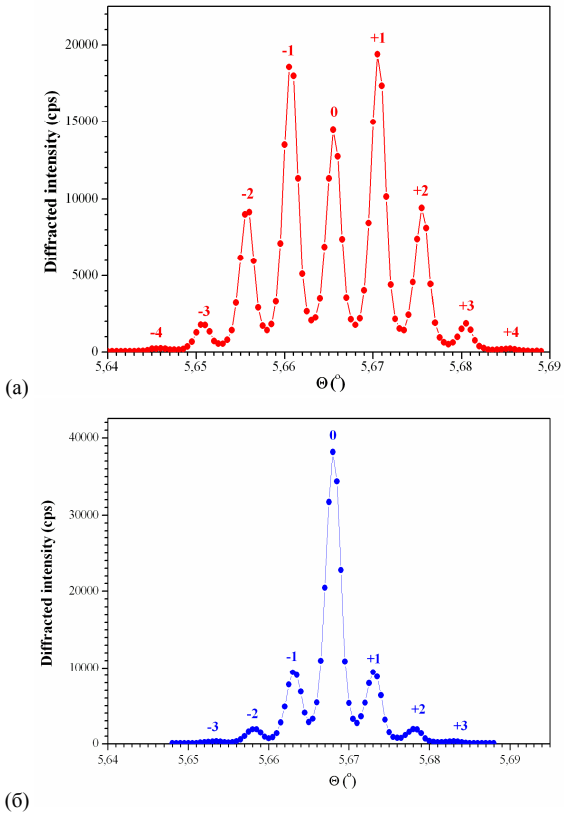


Рис. 2. Кривые качания Z-среза кристалла LGS, промодулированного ПАВ (а) и ППАВ (б) м длиной волны Λ=6 мкм, распространяющимися вдоль направления (X+30°).

На рис. 3 представлен процесс распространения ПАВ (а) и ППАВ (б) в Z-срезе кристалла LGS вдоль направления (X+30°). ПАВ возбуждался на частоте $f = 416$ МГц, в то время как ППАВ возбуждалась на частоте $f = 496$ МГц. ПАВ и ППАВ имеют разные знаки и значения углов сноса потока акустической энергии (α): α=-18º для ПАВ и α=4º для ППАВ.

На рис. 4 представлен процесс распространения ПАВ и ППАВ в Z-срезе кристалла LGS вдоль направления (X+60°). Частота возбуждения ПАВ с длиной волны $\Lambda = 6$ мкм была $f = 396$ МГц при скорости ПАВ $V = 2376$ м/с. ППАВ возбуждалась при частоте $f = 516$ МГц, что соответствует скорости распространяется $V = 3096$ м/с. ПАВ и ППАВ также имеют разные знаки и значения углов сноса потока акустической энергии (α): α=-4º для ПАВ и α=8º для PSAW.

На рис. 5 показан процесс распространения ПАВ (а) и ППАВ (б) в Z-срезе кристалла LGS вдоль направления (X+90°). ПАВ была возбуждена при частоте $f = 433$ МГц ($V = 2598$ м/с), в то время как ППАВ была возбуждена на частоте $f = 471$ МГц ($V = 2826$ м/с).

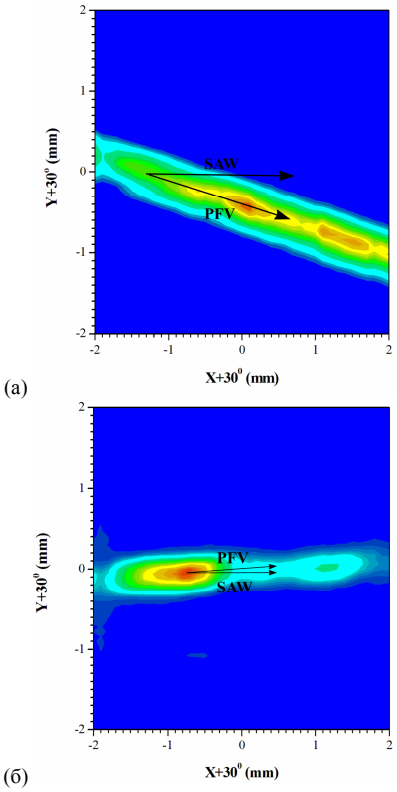


Рис. 3. Карты дифрагированной рентгеновской интенсивности: (а) ПАВ, (б) ППАВ. E=11 кэВ; отражение (001); Θ_B=5.667°; Λ=6 мкм; ПАВ и ППАВ распространяются вдоль направления (X+30°).

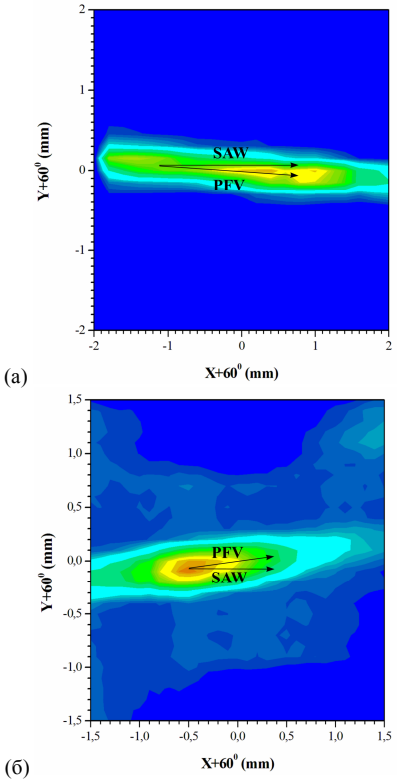


Рис. 4. Карты дифрагированной рентгеновской интенсивности: (а) ПАВ, (б) ППАВ. E=11 кэВ; отражение (001); Θ_B=5.667°; Λ=6 мкм; ПАВ и ППАВ распространяются вдоль направления (X+60°).

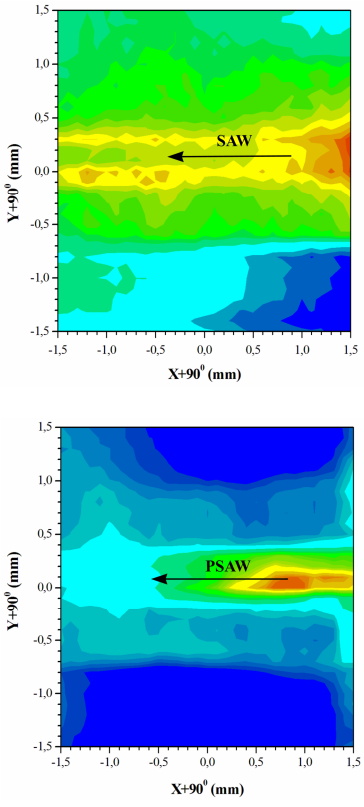


Рис. 5. Карты дифрагированной рентгеновской интенсивности: (а) ПАВ, (б) ППАВ. E=11 кэВ; отражение (001); Θ_B=5.667°; Λ=6 мкм; ПАВ и ППАВ распространяются вдоль направления (X+90°).

В данной геометрии направление волновых векторов ПАВ и ППАВ совпадают с направлением распространения потока акустической энергии. Углы сноса потока акустической энергии для ПАВ и ППАВ равны α =0°.

В упорядоченном кристалле CTGS ВШП возбуждает только ПАВ с волновым вектором, направление которого совпадает с направлением потока акустической энергии. Скорость ПАВ в кристалле CTGS превышает скорость в кристалле LGS, что связано с уменьшением плотности кристалла.

На рис. 6 представлены кривая качания (а) и карта распределения дифрагированной рентгеновского интенсивности на Z-срезе кристалла CTGS, промодулированного ПАВ с длиной волны $\Lambda = 6$ мкм, распространяющейся вдоль направления (X+60°) (б). Кривой качания была измерена при амплитуде входного $ВЧ$ сигнала на ВШП U=20 В (амплитуда ПАВ составляет h=3.3 Å). ПАВ возбуждалась на частоте $f = 475$ МГц и распространяется со скоростью $V = 2850$ им/с. Угол сноса потока акустической энергии равен α=0°.

На рис. 7 приведены кривая качания (а) и карта распределения дифрагированной

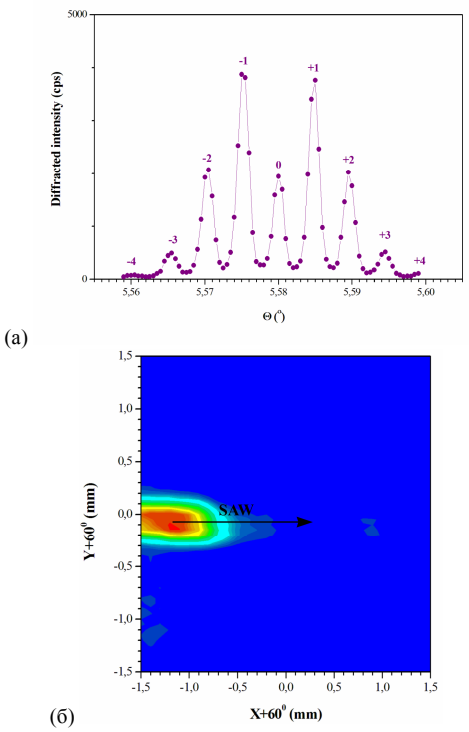


Рис. 6. Распространение ПАВ в Z-срезе кристалла CTGS вдоль направления (X+60^0): (а) кривая качания промодулированного кристалла, (б) карта распределения дифрагированной рентгеновской инстенсивности. E=11 кэВ; отражение (001); Θ_B=5.58°; Λ=6 мкм, h=3.3 Å.

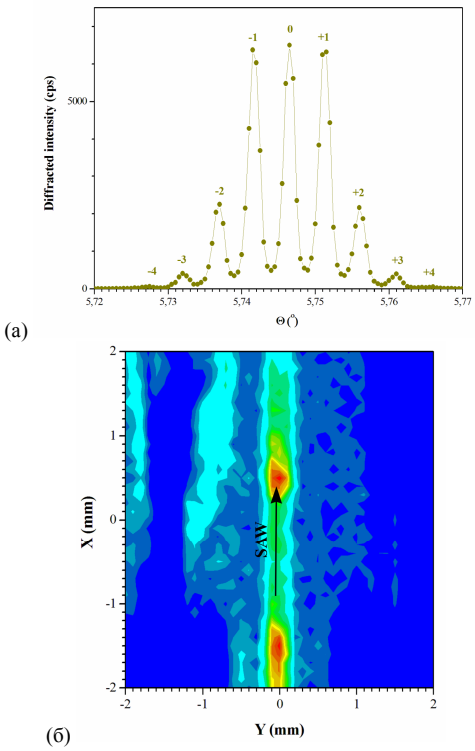


Рис. 7. Распространение ПАВ в Z-срезе кристалла CTGS вдоль направления X: (а) кривая качания промодулированного кристалла, (б) карта распределения дифрагированной рентгеновской инстенсивности. E=11 кэВ; отражение (001); Θ_B=5.58°; Λ=6 мкм, h=2.9 Å.

рентгеновского интенсивности на Z-срезе кристалла CTGS, промодулированного ПАВ с длиной волны $\Lambda = 6$ мкм, распространяющейся вдоль направления X (б).). Кривой качания была измерена при амплитуде входного $ВЧ$ сигнала на ВШП U=20 В (амплитуда ПАВ составляет h=2.9 Å). ПАВ возбуждалась на частоте $f = 475$ МГц и распространяется со скоростью $V = 2850$ м/с. Угол сноса потока акустической энергии равен α=0°.

Также процесс распространения бегущей ПАВ изучался для направлений (X+30º), (X+45º) и (X+90º). Для всех направлениях частота резонансное возбуждение ПАВ с длиной волны $\Lambda = 6$ мкм составляет $f = 475$ МГц. Таким образом, скорость ПАВ на поверхности Z-срезе CTGS кристалла составляет $V = 2850$ м/с для всех направлений (изотропное свойство). Но на кривых качания на рис. 6(а) и 7(б) видно, что ПАВ имеют разные амплитуды для различных направлений распространения ПАВ, что связано с различием коэффициентов электромеханической связи для различных направлений распространения ПАВ.

Таким образом в данной работе методом рентгеновской дифрактометрии был исследован процесс распространения ПАВ в неупорядоченном кристалле LGS и упорядоченном кристалле CTGS. Анализ дифракционных спектров позволил определить скорости распространения и углы сноса потока акустической энергии ПАВ и ППАВ. Показано, что скорость ППАВ превышает скорость ПАВ. Также ПАВ и ППАВ имеют разные по знаку и величине углы сноса потока акустической энергии. Было также установлено, что ПАВ и ППАВ возбуждаются одним и тем же ВШП, но на различных частотах. Рэлеевская ПАВ распространяется по поверхности кристаллов, а ППАВ является оттекающей волной и распространяется вглубь кристалла под углом к поверхности кристалла.

Установлено, что в упорядоченном кристалле CTGS волновые вектора ПАВ совпадают с направлением распространения потока акустической энергии. Кроме того показано, что ППАВ не возбуждаются в упорядоченном кристалле CTGS.

Данная работа была поддержана Российским Фондом Фундаментальных Исследований (грант № 13-02-00459-А).

[1] M.P. du Cunha and S.A. Fagundes, “Investigation on recent quartz−like materials for SAW applications,” IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control, 1999, vol. 46, pp. 1583-1694.

[2] R.C. Smythe, R.C. Helmbold, G.E. Hague, and K.A. Snow, "Langasite, Langanite, and Langatate Bulk-Wave Y-Cut Resonators," IEEE

Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control, vol. 47, pp. 355-360.

[3] H. Fritze and H.L. Tuller, “Langasite for High-Temperature Bulk Acoustic Wave Applications,” Appl. Phys. Lett, 2001, vol. 78, pp. 976-977.

[4] N. Naumenko, “Optimal cuts of langasite, $La_3Ga_5SiO_{14}$ for SAW devices,” IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control., 2001, vol. 48, pp. 530-537.

[5] D. Roshchupkin, L. Ortega, O. Plotitcyna, A. Erko, I. Zizak, D. Irzhak, “X-ray diffraction study of surface acoustic waves and pseudo-surface acoustic waves propagation in $La_3Ga_{5.5}Ta_{0.5}O_{14}$ crystal”, J. Appl. Phys., 2013, vol. 113, pp. 144909(4).

[6] D. V. Roshchupkin, D. V. Irzhak, R. Tucoulou, and O. A. Buzanov, “X-ray Bragg diffraction from langasite crystal modulated by surface acoustic wave,” J. Appl. Phys., vol. 94, pp. 6692-6696, 2003.

[7] D. V. Roshchupkin, A. I. Erko, L. Ortega, and D. V. Irzhak, “X-ray diffraction analysis of the surface acoustic wave propagation in langatate crystal,” Appl. Phys. A, vol. 94, pp. 477-484, 2009.

Исследование пьезоэлектрических и акустических свойств кристалла $Ca_3NbGa_3Si_2O_{14}$

Д.В. Рощупкин[1], О.А. Плотицына[1], Д.В. Иржак[1], Е.В. Емелин[1], L. Ortega[2]
[1]*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия*
[2]*Laboratoire de Physique des Solides, Univ. Paris-Sud, CNRS, UMR 850, France*
e-mail: rochtchr@iptm.ru

Разработка и поиск новых перспективных материалов группы лантана-галлия силикатного (LGS) с уникальными термическими свойствами принципиально важны для прогресса в акустоэлектронике на основе применения поверхностных и объемных акустических волн. Кристаллы лантана-галлия силикатов обладают симметрией класса 32, как и кристалл пьезокварца SiO_2. В данной группе кристаллов могут быть синтезированы несколько сотен новых кристаллов, которые могут найти применение не только в акустоэлектронике, но и в акустооптики, оптоэлектроники, магнитооптике и магнитоакустике. Материалы данной группы обладают высокой термической стабильностью [1].

Значения коэффициентов электромеханической связи и пьезоэлектрических констант кристаллов группы LGS, хотя и ниже, чем у кристаллов $LiNbO_3$, но превышает соответствующие значения кристаллов кварца в несколько раз. Ранее нами были подробно изучены акустические свойства лангасита $La_3Ga_5SiO_{14}$ (LGS) [2], лангатата $La_3Ga_{5.5}Ta_{0.5}O_{14}$ (LGT) [3] и $Ca_3TaGa_3Si_2O_{14}$ (CTGS) [4], которые в настоящее время являются основными материалы для высокотемпературных датчиков, основанных на поверхностных и объемных акустических волн. Отметим также, что интерес к кристаллам группы лангасита связан с отсутствием фазовых переходов в данных кристаллах вплоть до температуры плавления.

В данной работе представлены результаты синтеза пятикомпонентного кристалла лантан-галлиевого силикатов $Ca_3NbGa_3Si_2O_{14}$ (CNGS) методом Чохральского и исследование его пьезо-электрических и акустических свойств на лабораторном и синхротронном источнике рент-геновского излучения методом высокораз-решающей рентгеновской дифрактометрии.

Исходная шихта для роста кристаллов CNGS была подготовлена методом твердофазного синтеза. Карбонат кальция $CaCO_3$, пятиокись ниобия Nb_2O_5, оксид галлия Ga_2O_3 и диоксид кремния SiO_2 были использованы в качестве исходных компонентов. Все оксиды были классификации высокой чистоты с чистотой 99,99%. Шихта была изготовлена из предварительно отожженных исходных компонентов в соответствии со стехиометрическим составом формулы $Ca_2NbGa_3Si_2O_{14}$. Метод виброкипящего слоя был использован для приготовления смеси исходной шихты. Продолжительность периода гомогенизации составила 4 часа. Исходная шихта была синтезирована в высокотемпературной печи при 1000°C в течение 8 ч и последующем отжиге при 1150°C в течение 20 часов. Завершение процесса контролировали с помощью рентгенофазового анализа. Рентгенофазовый анализ продемонстрировал получение шихты, состоящей из 100% основной фаз CNGS.

Кристалл CNGS был выращен методом Чохральского при индукционном нагреве тигля, изготовленного из иридия. Тигель имел цилиндрическую форму с диаметром, равным его высоты. Рост кристалла CNGS проводили в атмосфере чистого аргона, который, к сожалению, не предотвращает термическое разложение и испарение оксидов галлия с поверхности расплава. Это вызывает отклонение состава расплава от стехиометрии. Плавление исходной шихты и рост кристаллов проводили в атмосфере аргона, к которому был добавлено 0.5% кислорода по объему. Затравки были ориентированы вдоль направления кристаллографической оси [11.0]. Кристаллы вытягивались из расплава со скоростью 2 мм/ч при скорости вращения 10÷40 об/мин. После роста кристаллы отжигали на воздухе при 1100°C в течение 42 часов.

На рисунке 1 представлен кристалл CNGS, выращенный вдоль оси роста [11.0]. Межплоскостные расстояния и параметры элементарной ячейки кристалла были определены из положений брэгговских пиков на рентгеновском дифракционном спектре с использованием закона Брэгга

$$2d\cdot\sin\Theta_B=n\lambda, \qquad (1)$$

где d - межплоскостное расстояние, Θ_B - угол Брэгга для соответствующих плоскостей, а λ - длина волны рентгеновского излучения. Так как кристалл CTGS имеет пространственную группу симметрии 32, элементарная ячейка является гексагональной с $a=b=2d_{(110)}=8.1313$ Å, $c=d_{(001)}=5.0265$ Å.

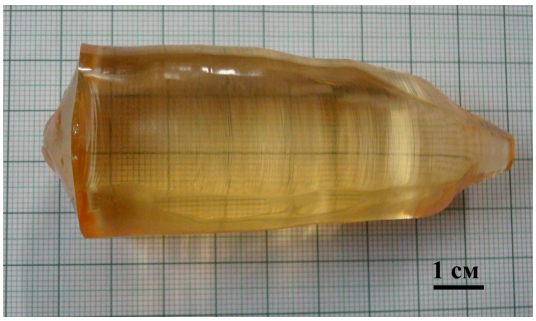


Рис. 1. Кристалл CNGS, выращенный вдоль оси [11.0].

Высокоразрешающая рентгеновская дифрактометрия в схеме трехкристального дифрактометре была использована для измерения независимых пьезомодулей d_{11} и d_{14} в кристалла CNGS. Для измерения пьезомодулей d_{11} и d_{14} к пластине монокристалла CNGS было приложено внешнее электрическое поле, которое вызывает изменения межплоскостного расстояния из-за обратного пьезоэлектрического эффекта и, соответственно, приводит к изменению углового положения брэгговского пика. Этот подход является прямым методом для измерения пьезоэлектрических коэффициентов [5].

Независимые пьезоэлектрические модули d_{11} и d_{14} в кристаллах семества лангасита с пространственной группой симметрии 32 могут быть измерены с использованием только одной пластины X-среза. В данном случае, пьезоэлектрический модуль d_{11} измеряется при отражении от плоскостей (110) в геометрии дифракции по-Брэгга, а пьезомодуль d_{14} измеряется при отражении от плоскостей (201) в геометрии дифракции по-Лауэ. Измеренные значения независимых пьезомодулей составили d_{11}=4.4432×10^{-12} Кл/Н и d_{14}=-12.637×10^{-12} Кл/Н.

Исследование процесса распространение ПАВ в кристалле CNGS было выполнено на оптической линии КМС 2 источника синхротронного излучения BESSY II. Акустические свойства были проанализированы на основе анализа дифракционных спектров, полученных при дифракции рентгеновских лучей на акустически модулированном кристалле CNGS. Процесс дифракции рентгеновского излучения на *Y*-, *X*- и *yxl*/36°-срезах кристалла CNGS был исследован в схеме двухкристального рентгеновского дифрактометра, схематично представленной на рис. 2. Угловое разрешение дифрактометра составляет 0.5 угловых секунд, что позволяет разрешение дифракционных сателлиты на кривой качания акустически промодулированного кристалла.

Энергия рентгеновского излучения E=11 кэВ (длина волны λ=1.13 Å) была выделена с помощью двойного Si(111) кристалла-монохроматора. Первичные и вторичные щели с горизонтальными и вертикальными размерами 1×1 мм^2 и 60×60 мкм^2, соответственно, были использованы для коллимации рентгеновского излучения. Сцинтилляционный детектор CyberStar NaI был использован для регистрации дифрагированной рентгеновской интенсивности.

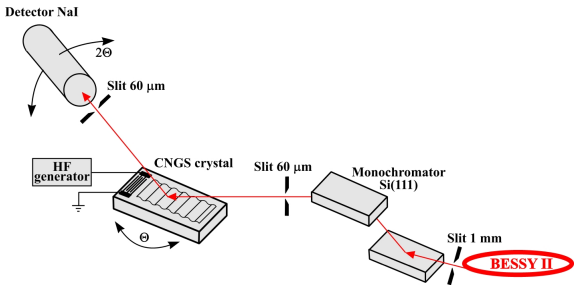


Рис. 2. Экспериментальная схема двухкристального рентгеновского дифрактометра.

Для возбуждения рэлеевских поверхностных акустических волн Рэлея (ПАВ) на поверхности кристалла с помощью метода электронно-лучевой литографии были сформированы встречно-штыревые преобразователи (ВШП). ВШП состоят из 50 пар штырей с периодами 2 и 3 мкм, что соответствует длинам волн ПАВ Λ=4 и 6 мкм. Амплитуда ПАВ на поверхности кристалла может варьироваться от 0 до нескольких ангстрем за счет изменения амплитуды высокочастотного электрического входного сигнала на ВШП.

Распространение ПАВ приводит к синусоидальной модуляции кристаллической решетки. Волны Рэлея обладают эллиптической поляризацией. В случае симметричной брэгговской дифракции только нормальные составляющие смещения кристаллической решетки влияют на процесс дифракции рентгеновского излучения [2-4]. Дифракции рентгеновских лучей на ПАВ модуляцией кристаллической решетки приводит к дифракции спутников с обеих сторон пика Брэгга. Угловая расходимость дифракционных сателлитов на кривой качания определяется как [2-4]

$$\delta\Theta_{mRC} = md/\Lambda, \qquad (2)$$

где m - номер дифракционного сателлита, d - межплоскостное расстояние, λ - длина волны ПАВ.

На рис. 3 представлены результаты, полученные при брэгговской дифракции рентгеновских лучей на $Y-$срезе кристалла CNGS (отражение (100), межплоскостное расстояние $d_{(100)}$=7.321 Å), промодулированном ПАВ с длиной волны Λ=4 мкм при энергии рентгеновского излучения E=11 кэВ. Брэгговский угол падения рентгеновского излучения равен $\Theta_B = 4.125°$. Анализ дифракционных спектров позволил определить резонансную частоту возбуждения ПАВ, при которой максимальное количество дифракционных сателлитов можно наблюдать на

кривой качания. Для Y – среза кристалла CNGS резонансная частота возбуждения ПАВ с длиной волны $\Lambda = 4$ мкм составляет $f = 710$ МГц. Скорость ПАВ в Y – срезе кристалла CNGS вдоль оси X составляет $V = f \cdot \Lambda = 2840$ м/с.

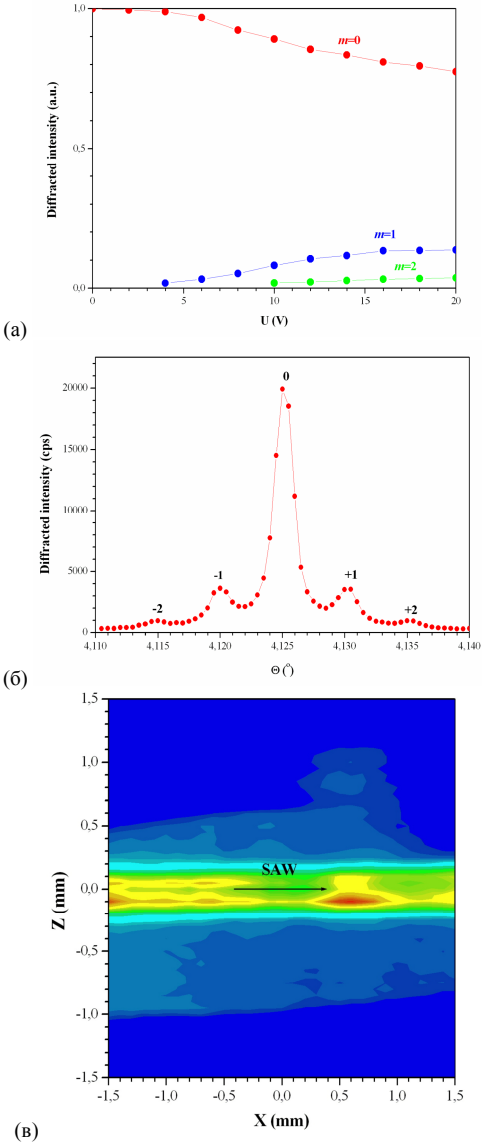


Рис. 3. Дифракции рентгеновских лучей на Y-среза кристалла CNGS, промодулированном ПАВ с длиной волны Λ = 4 мкм: (а) интенсивности дифракционных сателлитов в виде функции амплитуды входного $ВЧ$ сигнала на ВШП; (б) кривая качания, измеренный при U=20 В; (в) карта распространения ПАВ.

На рис. 3(а) показаны зависимости интенсивности дифракционных спутников ($m = 0,\ 1,\ 2$) в зависимости от амплитуды $ВЧ$ синусоидальной входного сигнала, подаваемого на ВШП. Дифракционные сателлиты (за исключением нулевого дифракционного сателлита, $m = 0$) появляются на кривой качания при определенных амплитуд ПАВ, которые увеличиваются с увеличением номера дифракционного сателлита. Интенсивности дифракционных сателлитов быстро увеличиваются с ростом амплитуды ПАВ. На рис. 3(б) показана кривой качания, измеренная при амплитуде входного сигнала $U = 20$ В, при которой $m = 1$ сателлит достигает 10% от интенсивности брэгговского пика без возбуждения ПАВ. Амплитуду ПАВ можно оценить как $h_0 \approx md / 2\pi \approx 2.33$ Å ($m = 2$ - количество наблюдаемых дифракционных сателлитов, $d_{(100)} = 7.321$ Å - межплоскостное расстояние). На рис. 3(с) представлена карта распространения рентгеновской интенсивности, дифрагированной ПАВ. Желтый цвет соответствует полю акустической волны ПАВ на Y – срезе кристалла CNGS. Видно, что угол сноса потока акустической энергии равен $\alpha = 0°$.

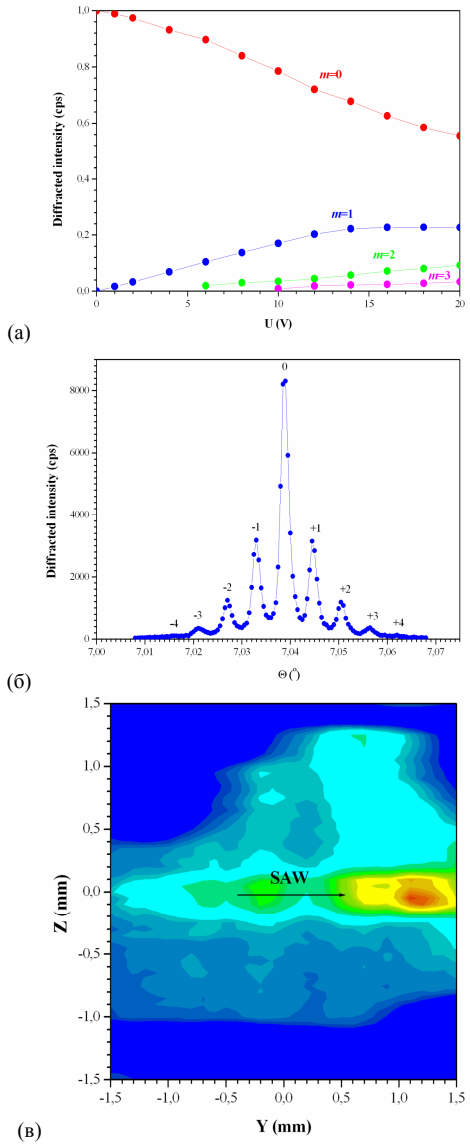


Рис. 4. Дифракции рентгеновских лучей на X-среза кристалла CNGS, промодулированном ПАВ с длиной волны Λ=4 мкм: (а) интенсивности дифракционных сателлитов в виде функции амплитуды входного $ВЧ$ сигнала на ВШП; (б) кривая качания, измеренный при U=20 В; (в) карта распространения ПАВ.

На рис. 4 представлены результаты, полученные для случая брэгговской дифракции рентгеновских лучей на *X*-срезе кристалла CNGS (отражения (110), межплоскостное расстояние $d_{(100)}$=4.079 Å), промодулированном ПАВ с длиной волны Λ=4 мкм. Брэгговский угол падения рентгеновских лучей на поверхность подложки составлял $\Theta_B = 7.039°$. Для *X*-среза кристалла CNGS резонансная частота возбуждения ПАВ с длиной волны $\Lambda = 4$ мкм составляет $f = 709$ МГц. Соответственно скорость ПАВ в *X*-срезе кристалла CNGS вдоль оси Y составляет $V = 2836$ м/с. На рис. 4(а) показаны зависимости интенсивности дифракционных сателлитов в виде функции амплитуды $B\text{Ч}$ синусоидального входного сигнала, подаваемого на ВШП. На рис. 4(б) приведена кривая качания, измеренная при амплитуде входного сигнала $U = 20$ В, при которой $m = 1$ дифракционный сателлит достигает 20% от интенсивности брэгговского пика в отсутствии возбуждения ПАВ. Амплитуду ПАВ можно оценить как $h_0 \approx 3.05$ Å. На рис. 4(в) представлена карта распределения дифрагированной рентгеновской интенсивности по поверхности подложки. Желтый цвет соответствует полю акустической волны ПАВ на *X*-срезе кристалла CNGS вдоль оси Y. Из рисунка видно, что угол сноса потока акустической энергии равен $\alpha = 0°$.

На рис. 5 представлены результаты, полученные для брэгговской дифракции рентгеновских лучей на *yxl*/+36º-срезе кристалла CNGS (отражение (111), межплоскостное расстояние $d_{(100)}$=3.532 Å), промодулированном ПАВ с длиной волны Λ=6 мкм. Брэгговский угол падения рентгеновского излучения составлял $\Theta_B = 9.129°$. Для *yxl*/+36º-среза кристалла CNGS резонансная частота возбуждения ПАВ с длиной волны $\Lambda = 6$ мкм составляет $f = 478$ МГц. Таким образом, скорость ПАВ в *yxl*/+36º-срезе кристалла CNGS вдоль оси Y +36º составляет $V = 2868$ м/с. На рис. 5(а) показаны зависимости интенсивности дифракционных сателлитов в виде функции амплитуды $B\text{Ч}$ синусоидального входного сигнала, подаваемого на ВШП. На рис. 5(б) представлена кривой качания, измеренная при амплитуде входного сигнала $U = 20$ В, при которой $m = 1$ дифракционный сателлит достигает 20% от интенсивности брэгговского пика в отсутствии возбуждения ПАВ. Амплитуду ПАВ можно оценить как $h_0 \approx 3.05$ Å. На рис. 5 (в) представлена карта распределения дифрагированной рентгеновского интенсивности. Желтый цвет соответствует полю акустической волны на *yxl*/+36º-срезе кристалла CNGS вдоль оси Y +36º. Из рисунка видно, что угол сноса потока энергии равен $\alpha = 0°$.

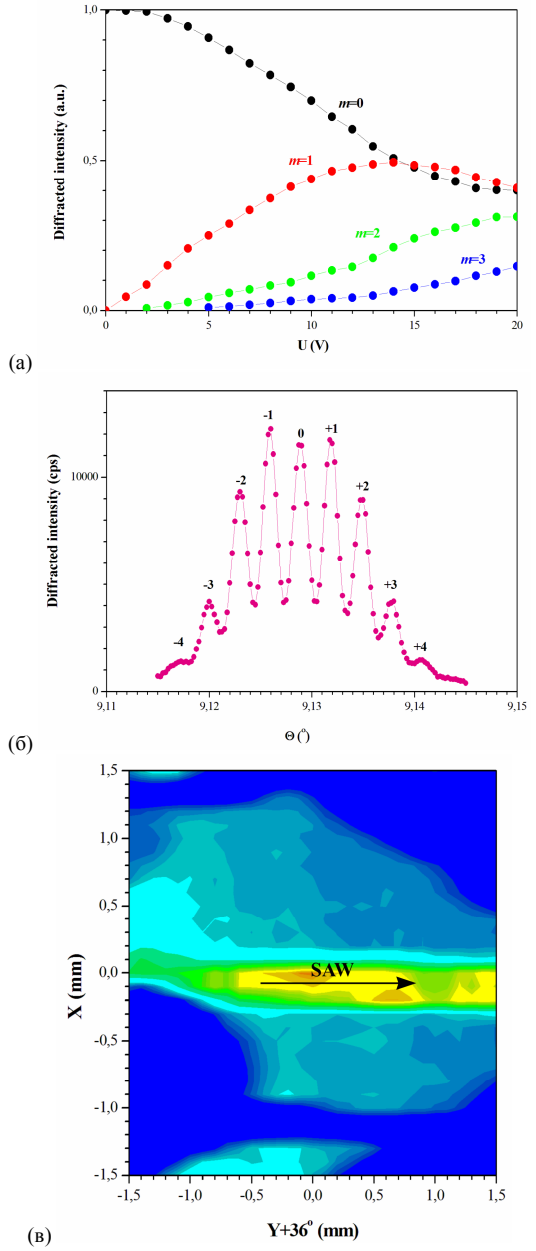


Рис. 5. Дифракции рентгеновских лучей на *yxl*/+36°-среза кристалла CNGS, промодулированном ПАВ с длиной волны Λ=6 мкм: (а) интенсивности дифракционных сателлитов в виде функции амплитуды входного $B\text{Ч}$ сигнала на ВШП; (б) кривая качания, измеренный при *U*=20 В; (в) карта распространения ПАВ.

Кристаллы CNGS для данных исследований были выращены методом Чохральского из расплава. Межплоскостные расстояния и параметры элементарной кристаллической ячейки $a=b=2d_{(110)}$=8.1313 Å, $c=d_{(001)}$=5.0265 Å были измерены с использованием метода высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии. Высоко разрешающая рентгеновская дифрактометрия была использована для измерения независимых

пьезомодулей (d_{11}=4.4432×10^{-12} Кл/Н и d_{14}=-12.637×10^{-12} Кл/Н). Также, метод высокоразрешей рентгеновской дифрактометрии был использован для изучения поведения кристаллической решетки, промодулированной ПАВ. На основе анализа дифракционных спектров акустически промодулированных кристаллов были определены скорости распространения ПАВ: $V = 2840$ м/с в $Y-$срезе, $V = 2836$ м/с в $X-$срезе и $V = 2868$ м/с в $yxl/+36°$ -срезе кристалла CNGS.

Данная работа была выполнена при поддержке Российского Фонда Фундаменталь-ных Исследований (грант № 13-02-00459-а).

[8] M. P. da Cunha and S. A. Fagundes, “Investigation on recent quartz-like materials for SAW applications,” IEEE Trans. Ultrason., Ferroelec., Freq. Contr., vol. 46, 1999, pp. 1583-1590.

[9] D. V. Roshchupkin, D. V. Irzhak, R. Tucoulou, and O. A. Buzanov, “X-ray Bragg diffraction from langasite crystal modulated by surface acoustic wave,” J. Appl. Phys., vol. 94, 2003, pp. 6692-6696.

[10] D. V. Roshchupkin, A. I. Erko, L. Ortega, and D. V. Irzhak, “X-ray diffraction analysis of the surface acoustic wave propagation in langatate crystal,’ Appl. Phys. A, vol. 94, 2009, pp. 477-484.

[11] Dmitry Roshchupkin, Luc Ortega, Olga Plotitcyna, Alexei Erko, Ivo Zizak, Dmitry Irzhak, Rashid Fahrtdinov, Oleg Buzanov, “Advanced piezoelectric crystal $Ca_3TaGa_3Si_2O_{14}$: growth, crystal structure perfection, and acoustic properties”, Appl Phys A, vol. 114, 2014, pp. 114 1105-1112.

[12] Dmitry Irzhak and Dmitry Roshchupkin, “Piezoelectric strain coefficients in $La_3Ga_{5.3}Ta_{0.5}Al_{0.2}O_{14}$ and $Ca_3TaGa_3Si_2O_{14}$ crystals,” AIP Advances, vol. 3, 2013, pp. 102108(7).

Исследование структуры и магнитного упорядочения в пленке $[Fe/Cr]_n$ методом ядерно-резонансной рефлектометрии

М.А.Андреева[1], A. Gupta[2], G. Sharma[2], S. Kamali[3], K. Okada[4], Y. Yoda[4]
[1] *Физический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова, 119991, Москва;*
[2] *Indore Center, UGC-DAE Consortium for Scientific Research, Indore 452017, India;*
[4] *Department of Applied Science, University of California, Davis, California 95616, USA;*
[3] *Japan Synchrotron Radiation Research Institute, SPring-8, Sayo, Hyogo 679-5198, Japan*
e-mail: Mandreeva1@yandex.ru

Исследования магнитного упорядочения в многослойных пленках с нанометровым разрешением по глубине представлены в единичных работах [1-9], в то же время подобная информация чрезвычайно важна для работы различных устройств спинтроники и необходима для создания адекватной теории гигантского магнитосопротивления в многослойных структурах с антиферромагнитным межслойным упорядочением. Ядерно-резонансная («мессбауэровская») рефлектометрия является наряду с XRMR (X-ray Resonant Magnetic Reflectivity) и PNR (Polarized Neutron Reflectivity) наиболее информативным методом получения такой информации. В отличие от обычной рентгеновской рефлектометрии перечисленные методы обладают высокой чувствительностью к магнитной структуре. Возникающая при этом анизотропия рассеяния существенно усложняет теорию отражения.

В данной работе исследовался образец $[^{57}Fe$ (3.0 нм)/Cr (1.2 нм)$]_{10}$ с антиферромагнитным межслойным упорядочением. Для подобных образцов наблюдалось нетривиальная «ступенчатая» форма кривой намагниченности [10], что объяснялось последовательным перемагничиванием отельных слоев.

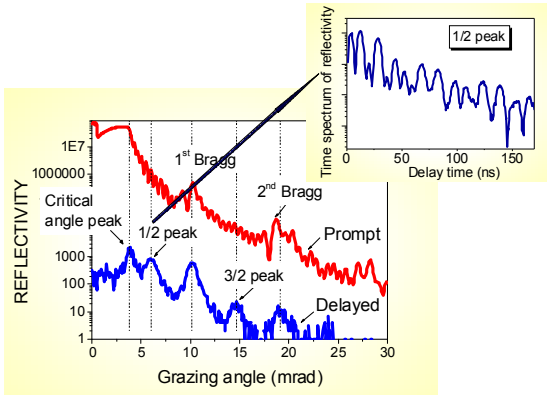


Рис.1.Кривые электронного и ядерно-резонансного отражения от нашего образца в отсутствие внешнего поля. На вставке: вид временного спектра отражения, измеренного в одном из брэгговских максимумов.

С целью изучить процесс перемагничивания мы провели исследование на синхротронном излучении (СИ) профилей намагниченности при разных значениях приложенного внешнего поля в двух геометриях: в направлении пучка СИ и перпендикулярно ему методом ядерно-резонансной рефлектометрии.

С помощью «временного окна» в синхротронных исследованиях можно разделить отражение, обусловленное «мгновенным» рассеянием на электронных оболочках (Prompt), и отражение, связанное с возбуждением резонансных ядер ^{57}Fe, которое характеризуется некоторым временем жизни (Рис.1). Ядерно-резонансное отражение (Delayed) обнаруживает максимумы полуцелого порядка, возникающие в случае удвоении магнитного периода для структуры с антиферромагнитным межслойным упорядочением.

Ядерно-резонансная рефлектометрия имеет существенные преимущества перед рефлектометрией поляризованных нейтронов, так как в этих экспериментах измеряются не только угловые рефлектометрические кривые, но также и спектры отражения при разных углах скольжения, что существенно расширяет объем информации (иллюстрация на Рис. 1, вставка).

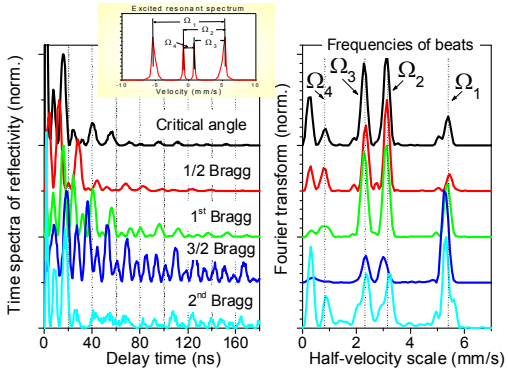


Рис. 2. Временные спектры отражения, измеренные в разных порядках брэгговского отражения (слева), и их Фурье-преобразование (справа), выявляющее наличие характерных частот биений между разными сверхтонкими компонентами мессбауэровского спектра, возбуждаемых излучением СИ линейной поляризации при условии ориентации сверхтонких полей в плоскости пленки.

В отличие от мессбауэровкой спектроскопии с радиоактивным источником, в которой исследуется непосредственно энергетический спектр отдельных сверхтонких переходов, в синхротронном эксперименте использовался метод временной развертки распада возбужденных состояний ядер, квантовые биения на которой дают информацию о величине и направлении сверхтонких полей на ядрах ^{57}Fe.

Различие временных спектров, измеренных в разных порядках брэгговского отражения (см., например, Рис. 2), обусловлено различием фаз волн, отраженных от слоев на разной глубине. Анализ такого набора спектров позволяет восстановить распределение сверхтонких полей B_{hf} по глубине одного периода. Подгонка спектров на Рис. 2 проводилась для трех B_{hf}=33.1, 30.8 и 24.5 T, причем для последнего поля вводилось большое распределение ~ 13.1 T и это поле характеризовало ядра ^{57}Fe в интерфейсах с неоднородным окружением. Подгонка показала, что поле B_{hf}=30.8 T сосредоточено преимущественно в Fe-on-Cr интерфейсе и этот интерфейс более размыт, чем интерфейс Cr-on-Fe.

В отсутствие внешнего поля довольно очевидно предположить, что пленка разбита на домены с произвольной ориентацией направления намагниченности (но с сохранением антиферромагнитной структуры по нормали к поверхности). Однако подгонка дает довольно определенное направление намагниченности в плоскости пленки (-20^o/160^o или 20^o/-160^o относительно нормали к плоскости рассеяния). Подобная «эффективная анизотропия» наблюдалась и ранее [11]. Нам удалось объяснить подобный феномен, привлекая к рассмотрению конечную пространственную когерентности пучка СИ и вводя коэффициент C_{coh} для интерференции амплитуд рассеяния на доменах с разной ориентацией намагниченности (C_{coh}=0 для полностью некогерентного рассеяния разными доменами, C_{coh}=1 для полностью когерентного усреднения). Следуя [12], для коэффициента C_{coh} можно использовать выражение:

$$C_{coh} = \exp(-\frac{1}{2}(D/\xi)^2),$$

где D - характерный размер неоднородности (доменов), ξ - пространственная длина когерентности. Для СИ на станции ID18 ESRF ξ определялось экспериментально [13], и было получено $\xi \sim 3$ μ, что в скользящей геометрии дает ~ 300 μ в плоскости поверхности. Этот размер сопоставим с характерными размерами доменов в ультратонких пленках.

Учитывая особенности временных спектров $f(t)$ при наличии антиферромагнитного межслойного упорядочения, можно получить соотношение для интенсивности отражения от совокупности доменов с равновероятным направлением намагниченности при возбуждении излучением СИ σ - поляризации:

$$I_R(t) \propto ((1+3C_{coh})\left|f_\sigma(t)\right|^2 + \frac{1}{2}(1-C_{coh})\left|f_\pi(t)\right|^2).$$

(значки π и σ соответствуют двум ортогональным поляризациям рассеянного излучения). Сравнивая это соотношение с выражением для интенсивности отражения от одного домена с азимутальным углом для намагниченности γ :

$$I_R(t) \propto \left|f_\sigma(t)\right|^2 + \sin^2\gamma\left|f_\pi(t)\right|^2,$$

видим, что форма результирующего временного спектра будет одинакова при выполнении соотношения:

$$\frac{(1-C_{coh})}{2(1+3C_{coh})} = \sin^2\gamma^{eff},$$

то есть выбор эффективного угла γ^{eff} для направления намагниченности эквивалентен ограниченной когерентности пучка СИ. Полученный эффективный угол γ^{eff}=20^o соответствует C_{coh}=0.45. Подтверждением того, что «эффективная анизотропия» в отсутствие поля обусловлена $C_{coh} \neq 1$ является неизменность спектров при повороте образца на 90^o. После приложения поля анизотропия становится реальной, поскольку γ^{eff} во всех слоях надо корректировать на 90^o при изменении направления внешнего поля на 90^o.

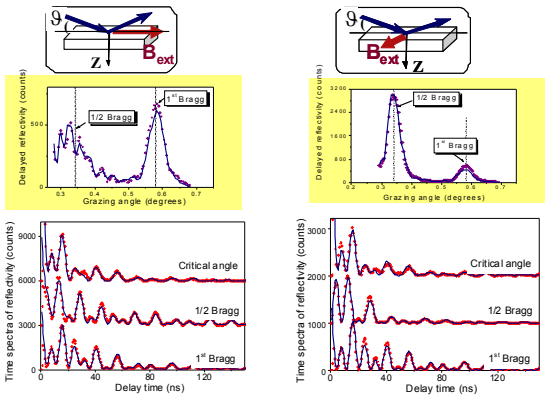


Рис. 3. Совокупность данных, которым должна удовлетворять выбранная модель, для значения поля 600 Э. Полученное распределение намагниченности по слоям приведено далее на Рис. 4.

При последовательном увеличении внешнего поля H вдоль пучка СИ и перпендикулярно к нему поведение

«магнитного максимума» на угловых кривых ядерно-резонансного отражения оказалось различным (см. Рис. 3), временные спектры также постепенно видоизменялись к одночастотной зависимости, характерной для ферромагнитного межслойного упорядочения при H=1500 Э. Для расшифровки распределения намагниченности по глубине требовалось фиттировать все полученные временные и угловые зависимости одновременно для каждого значения приложенного поля в двух геометриях. Для примера такая подгонка приведена для поля H=600 Э (Рис. 3). Вычисления проводились с помощью пакета программ REFTIM [14-15].

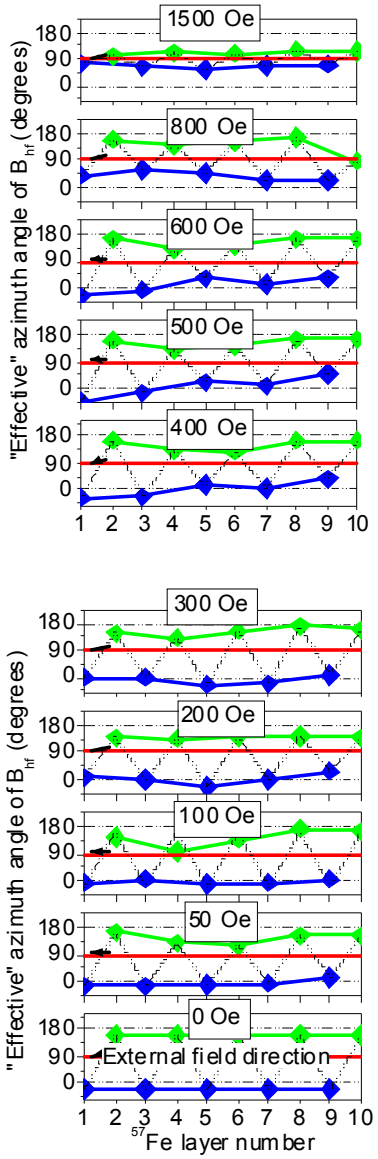


Рис. 4. Изменение направления намагниченности в слоях ^{57}Fe в образце [^{57}Fe (3.0 нм)/Cr (1.2 нм)]$_{10}$ при последовательном увеличении внешнего поля.

Результаты подгонки данных для всех значений внешнего поля приведен на Рис. 4. Рис. 4 демонстрирует достаточно сложную картину послойного изменения намагниченности под действием приложенного поля.

Полученная картина не соответствует выдвинутым ранее предположениям, что трансформация магнитной структуры начинается с поверхностных слоев и распространяется вглубь структуры с увеличением приложенного поля [16-17]. Модель перемагничивания, предложенная в [18], оказывается более реалистичной. Наши данные свидетельствуют, что даже для очень маленьких полей трансформация затрагивает всю структуру сразу. Полученный результат является важным стимулом дальнейшего развития теории магнитного упорядочения в многослойных структурах.

Работа поддержана грантами РФФИ № 12-02-00924-а и № 13-02-00760-а.

[1] Sacchi M., Hague C.F., Pasquali L., et. al., PRL **81**, 1521 (1998).
[2] Ishimatsu N., Hashizume H., Hamada S., et.al., Phys. Rev. B **60**, 9596 (1999).
[3] Se`ve L., Jaouen N., Tonnerre J. M., et.al., Phys. Rev. B **60**, 9662 (1999).
[4] Geissler J., Goering E., Justen M., et.al., Phys. Rev. B **65**, 020405 (2001).
[5] Lauter-Pasyuk V., Lauter H.J., Toperverg B.P., et al., PRL **89**, 167203-1-4 (2002).
[6] Andreeva M.A., Smekhova A.G., Lindgren B., et.al., JMMM **300**(1), 371 (2006).
[7] Diederich T., Couet S., Röhlsberger R., Phys. Rev. B, **76**, 054401-1-5 (2007).
[8] Tonnerre J. M., De Santis M., et al., PRL **100,** 157202 (2008).
[9] Kravtsov E., Haskel D., te Velthuis S.G.E., et.al., Phys. Rev. B **79**, 1334438 (2009).
[10] Ustinov V.V., Milayev M.A., Romashev L.N., et al., JMMM **300**, e281-e283 (2006).
[11] Andreeva M.A., Semenov V.G., Hyperfine Interactions **141/142**, 119 (2002).
[12] Baron A.Q.L., Hyperfine Interactions **123/124**, 667 (1999).
[13] Baron A.Q.L., Chumakov A. I. et al., PRL **77**, 4808 (1996).
[14] Andreeva M.A., Hyperfine Interactions, **185** 17 (2008).
[15] http://www.esrf.fr/computing/scientific/REFTIM/main.htm
[16] Meersschaut J.,. L'Abbé C., Almeida F. M. et al., Phys. Rev. B **73**, 144428-1-7 (2006).
[17] Morosov A.I., Sigov A.S., Uspekhi Fizicheskikh Nauk **180** (7), 709 (2010).
[18] www.imp.uran.ru/UserFiles/File/dostizhenia/Ustinov.pdf.

Когерентная преломляющая рентгеновская оптика для источников 3-го и 4-го поколения

А. Снигирев
БФУ им. Канта, Калининград, Россия
European Synchrotron Radiation Facility, Гренобль, Франция
e-mail: snigirev@esrf.fr

Приближаясь к своему совершеннолетию, не пройдя и двух десятков лет развития, преломляющая рентгеновская оптика прочно вошла в инструментальный арсенал 15 современных источников синхротронного излучения (СИ), получив прописку в 10 странах [1-4]. Новые рентгеновские источники – лазеры на свободных электронах, также успешно используют и планируют использовать преломляющую оптику в различных экспериментальных схемах. Более половины станций Европейского Центра Синхротронного Излучения в Гренобле (Франция) оснащены преломляющими линзами.

Следует признать, что успех применения рефракционной оптики непосредственно связан с появлением источников СИ 3-го поколения, которые производят узко направленные пучки с миллиметровым размером пятна на расстоянии нескольких десятков метров от источника. Эта особенность существенно снижает требования к апертуре оптических элементов.

Не смотря на свою молодость, преломляющая оптика по гибкости использования и области применимости легко оставила позади своих соперников – зеркальную и дифракционную оптику, обеспечивая рабочие расстояния от миллиметров до сотен метров во всеми диапазоне жесткого излучения от единиц кэВ и до сотен кэВ – вплоть до гамма-излучения. Преломляющие линзы не меняют направление пучка так ка работают на просвет в так называемой «in-line» геометрии, что позволяет осуществить вставку линз в любом месте оптической схемы экспериментальных станций начиная с канала выхода излучения (Front-End) и оптической кабины и, кончая, непосредственно, экспериментальной схемой микроскопии в непосредственной близости к образцу.

Важным этапом в развитии рефракционной оптики стало внедрение трансфокаторов – устройств с возможностью плавного варьирования фокусного расстояния посредством механического изменения количества линз в наборе [5-7]. За короткий срок было предложено большое разнообразие трансфокаторов. В зависимости от применения и места в оптической схеме станции, трансфокаторы могут быть разделены на 3 группы:
- трансфокаторы для белого пучка
- трансфокаторы для монохроматического пучка
- компактные трансфокаторы

Первые две группы, как правило устанавливаются в оптических кабинах для формирования пучка – коллимации и фокусировки излучения. Компактные трансфокаторы используются непосредственно в экспериментальной кабине в качестве микро-фокусирующей оптики или в качестве объектива для увеличения изображения. В настоящее время ведутся интенсивные работы по разработке мини-трансфокаторов для новых методов микроскопии.

Наличие двух и более трансфокаторов в схеме, открывает совершенно новые возможности по спектральной обработке пучка СИ, позволяя осуществлять его моно-хроматизацию [6] и очистку от высоких гармоник [8]. С применением zoom-оптики сама концепция станции кардинально меняется, с одной стороны, значительно упрощая оптическую схему, с другой стороны, расширяя ее функциональные возможности [9-10].

Применение рефракционной оптики не ограничивается только транспортом и обработкой пучка, а может быть закономерно распространено в область когерентной оптики для создания новых методов дифракции и микроскопии Используя внутреннее свойство линзы как преобразование Фурье, когерентная высокоразрешающая дифрактометрия [11-12] и микроскопия [13-14] была реализована для изучения трех-мерных фотонных кристаллов. Предложенный микроскоп является полным аналогом высокоразрешающего электронного микроскопа, где дифракция и изображение наблюдаются в одной оптической схеме.

Рентгеновская интерферометрия – это еще одно перспективное направление, где преломляющая оптики должна сыграть свою важную роль. Недавно предложенный двух-линзовый интерферометр [15], основанный на планарной оптике, позволяет создавать интерференционное поле с переменным периодом от десятков нанометров до десятков микрометров. Для увеличения апертуры

интерферометра, а также расширения функциональных возможностей была предложена много-линзовая система, в которой используется более двух планарных параллельных «массивов». В сравнении с би-линзой, где механизм формирования волнового фронта довольно прост, много-линзовая система формирует более сложную и контрастную интерференционную картину, которая может формально аналогична эффекту Тальбота [16]. Новые методы интерферометрии затрагивают широкий спектр применений, таких как фазово-контрастная микроскопия, метрология оптики, диагностика пучка и, возможно, прямая рентгеновская литография [17].

Следует отметить, что развитие источников СИ не стоит на месте, и уже предложены новые проекты машин с предельно уменьшенным горизонтальным эмиттансом, которые позволят генерировать коаксиально симметричные пучки с расходимостью ~ 10 микро-радиан и размером источника ~ 10 микрон. Первый шаг в этом направлении суждено будет сделать ESRF при реализации реконструкции магнитной структуры кольца (UPGRADE-Phase II) [18]. Параметры пучка в этом случае будут идеально совпадать с апертурой преломляющей оптики, обеспечивая транспорт и преобразования пучка практически без потерь. Это, очевидно, означает, что роль преломляющей оптики в ближайшем будущем неизмеримо возрастет.

Автор благодарен Министерству Образования и Науки Российской Федерации за поддержку (грант № 14.Y26.31.0002, грант № 02.G25.31.0086).

1. Snigirev A., Kohn V., Snigireva I., Lengeler B., Nature, **384**, 49-51 (1996).
2. Lengeler B., Schroer C., Tummler J., Benner B., Richwin M., Snigirev A., Snigireva I., Drakopoulos M., J. Synchrotron Rad., **6**(6), 1153-1167 (1999).
3. Snigirev A., Snigireva I., in Modern Develop. in X-ray and Neutron Optics, Springer Series in Optical Sciences vol. **137**, Springer-Verlag BerlinHeidelberg 2008, p. 255-285.
4. Snigirev A., Snigireva I., Grigoriev M., Yunkin V., Di Michiel M., Kuznetsov S., Vaughan G., SPIE, **6705**, 670506-1 (2007).
5. Snigirev A., Snigireva I., Vaughan G., Wright J., Rossat M., Bytchkov A., Curfs C., Journal of Physics: Conference Series **186**, 012073 (2009).
6. Vaughan G.B.M., Wright J.P., Bytchkov A., Rossat M., Gleyzolle H., Snigireva I. , Snigirev A. , J. of Synchrotron Radiation, **18**, 125-133 (2011).
7. Zozulya A.V., Bondarenko S., Schavkan A., Westermeier F., Grübel G., Sprung M., Optics express, **20**, 18967-76 (2012).
8. Polikarpov M., Snigireva I., Snigirev A., J. Synchrotron Rad., **21**, 484-487 (2014).
9. Theveneau P., Baker R., Barrett R., Beteva A., et al, Journal of Physics: Conference Series **425,** 012001 (2013).
10. Santoro G., Buffet A., Döhrmann R., Körstgens S. Yu, V., Müller-Buschbaum P., Gedde U., Hedenqvist M., and Roth S. V., Rev. Sci. Instrum., **86**, 106104 (2012).
11. Ershov P., Kuznetsov S., Snigireva I., Yunkin V., Goikhman A., Snigirev A. , J. of Appl. Cryst., **46**, 1475-1480 (2013).
12. Roshchupkin D., Ortega L., Snigirev A., Snigireva I., Appl. Phys. Lett., **103**, 154101 (2013).
13. Bosak A., Snigireva I., Napolskii K., Snigirev A., Adv. Mater., **22**, 3256-3259 (2010).
14. Byelov D. V., Meijer J.-M., Snigireva I., Snigirev A., Rossi L., Esther van den Pol, Kuijk A., Philipse A., Imhof A., van Blaaderen A., Jan Vroege G., Petukhov A. V. , RSC Advances, **36(3)**, 15670-15677 (2013).
15. Snigirev A., Snigireva I., Kohn V., Yunkin V., Kuznetsov S., Grigoriev M., Roth T. , Vaughan G., Detlefs C., Phys. Rev. Letters, **103**, 064801, 2009.
16. Snigirev A., Snigireva I., Lyubomirskiy M., Kohn V., Kuznetsov S., Yunkin V., Optics express, to be published.
17. Eliseev A. A., Sapoletova N. A., Snigireva I., Snigirev A., Napolskii K. S., Angew. Chem. Int. Ed, **51**, 11602- 11605 (2012).
18. http://www.esrf.fr/Accelerators/news/supercharging-the-source

Комплиментарность методов рентгеновской спектроскопии и дифракции при изучении наноструктурированных систем

В.Н.Сивков[1], С.В. Некипелов[2], О.В. Петрова[1], А.Ф. Ломов[3]
[1]*Коми научный центр УрО РАН, Сыктывкар, Россия*
[2]*Сыктывкарский госуниверситет, Сыктывкар, Россия*
[3]*Физико-технологический институт РАН, Москва, Россия*
e-mail: svn@dm.komisc.ru

Разработка неразрушающих методов исследования и диагностики наноструктурированных систем является актуальной проблемой для развития нанотехнологий. Наноструктурная диагностика подразумевает получение достоверной информации о физико-химических свойствах и строении наноструктурированных систем без их разрушения, включая электронную структуру занятых (валентных) и свободных (зона проводимости) состояний. Традиционный выбор таких методов основан на фундаментальном взаимодействии электронов, рентгеновского и синхротронного излучения с веществом. Очевидно, что для решения такой задачи в первую очередь востребованы дифракционные методы, характеризующие структуру вещества. Однако традиционные дифракционные исследования, основанные на рассеянии рентгеновских квантов и нейтронов, при переходе к наномасштабным размерам оказываются не информативными из-за размытия дифракционных пиков и требуют перехода к малоугловым измерениям и исполь-зования для обработки данных сложных теоретических расчетов. Следует отметить, что для целого ряда наноразмерных систем применение малоугловых методов невозможно. Например, тонкие металлические покрытия на поверхности нанотрубок и слой оксида кремния на поверхно-сти нанопористого кремния. Поэтому при исследованиях объектов наноразмерного масштаба необходимо использовать методы электронной микроскопии (EM), рентгеновской фотоэлект-ронной спектроскопии (XPS), спектроскопии фотопоглощения и полного электронного выхода (TEY) в области ближней тонкой структуры рентгеновских спектров поглощения (NEXAFS). То есть методы, которые позволяют получать информацию о состоянии вещества на основе размеров межатомных свя-зей и предсказать его атомно-молекулярный состав и кристаллическую структуру [1]. Проведенные нами ранее исследования показали [2-4], что для ряда наноструктурированных материалов только комплементарное (взаимодополняющее) применение упомянутых дифракционных и спектральных методов позволяют получить исчерпывающую структурную информацию, что и определяет необходимость их совместного применения. В данной работе комплиментарность рентгеновских дифракционных и спектральных методов демонстрируется на примере модифицированных баротермической (HIP) обработкой фулерена C_{60}, многостенных углеродных нанотрубок (МУНТ) с покрытием пиролитических металлов, приготовленных методом химического осаждения из паровой фазы, и пористого кремния (ПК). Эти наноструктурированные системы привлекают к себе большое внимание благодаря своим уникальным физико-химическим и механическим свойствам.

Рентгенодифракционые и рефлектометрические исследования ПК выполнялись на трехкристальном рентгеновском спектрометре ТРС-1. Анализ образцов МУНТ и гетерокомпозитов МУНТ/(пиролитический металл) проводил-ся также методом рентгенофазового анализа (РФА) на дифрактометре «ДРОН-3М» на Cu-Kα излучении с графитовым монохроматором. NEXAFS и XPS исследования проводились с использованием синхротронного излучения Русско-Германского канала выхода и монохроматизации СИ на BESSY-II [5]. Методика приготовления обрязцов и описание методов исследования изложены в работах [2-4].

На рис. 1а представлены дифрактограммы исходного C_{60} и после его HIP обработки в Ar в течение 3 часов при давлении 1000 атм и температурах 950, 1020, 1160 и 1260 К. Видно, что при увеличении температуры в газостате, наблюдается уширение дифракционных пиков и их исчезновение при температуре, выше 1200 К. Наблюдаемые изменения обусловлены разрушением кристаллической структуры фуллерита. На рис.1б приведены NEXAFS C1s-спектров поглощения модифицированных образцов, и для сравнения приведены спектры исходного фуллерита, многостенной углеродной нанотрубки (МУНТ) и высокоорентированного пиролитического графита (highly ordered pyrolytic graphite, HOPG). Видно, что с ростом температуры NEXAFS C1s-спектров качественно изменяется от тонкой структуры фуллерена (950^0 К), до структуры подобной для МУНТ и HOPG (1160^0 К) и практически совпадающей с ними (1260^0 К), поскольку в их C1s -спектрах четко проявляются π - и σ – резонансы, характерные для МУНТ и HOPG. Это дает основания говорить о формировании в процессе HIP

обработки фуллерена структур, в которых ближайшее атомное окружение углерода аналогично в HOPG и МУНТ.

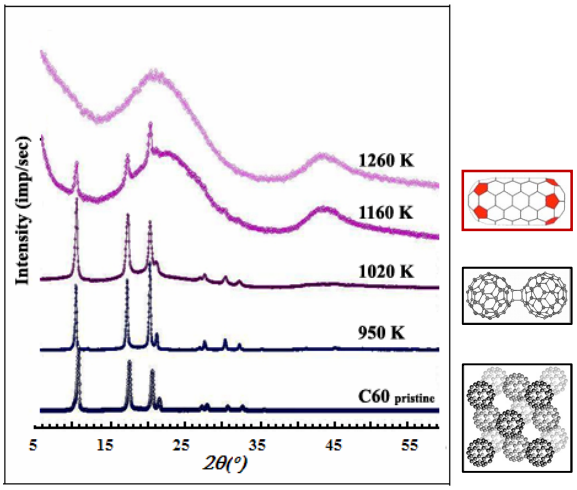


Рис.1а.

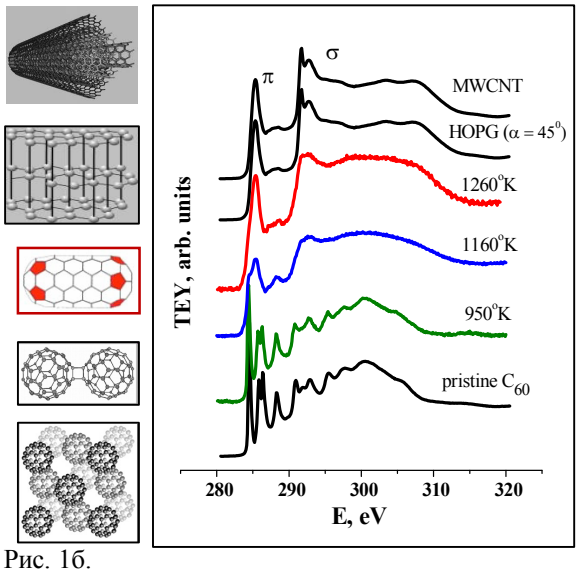


Рис. 1б.

Принимая во внимание меньшую плотность модифицированного фуллерена, чем у графита, при его более высокой твердости и эластичности, естественно предположить, что материал, образующийся из фуллерена при HIP обработке, представляет собой сросшиеся объемные структуры подобные нанотрубкам. Численное моделирование [6] процессов взаимодействия молекул фуллерена методами молекулярной динамики при баротермической обработке фуллерита показало, что путем последовательных обобщенных Стоун-Уэлса (Generalized Stone-Wales, GSW) преобразований может осуществляться слияние двух молекул фуллерена в капсулу C_{120}.

На рис .2 приведена микрофотография многостенных углеродных нанотрубок и на вставке показаны дифракторгаммы МУНТ (1) рассчитанные для γ-Fe (2), Fe_3C (3), графита (4). Анализ результатов показывает периодическую структуры графеновых слоев в МУНТ и наличие карбида железа внутри нанотрубки. Данные NEXAFS-спектроскопии демонстрируют отсутствие железа на внешней поверхности МУНТ.

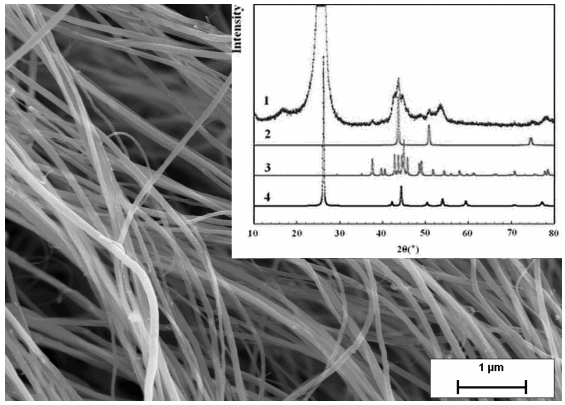


Рис.2.

Исследования МУНТ покрытых наноразмерным слоем пиролитического железа или хрома показали, что на поверхности МУНТ образуются сплошные слои оксидов Fe_3O_4 и Cr_2O_3. При этом внешняя поверхность МУНТ не разрушается, но модифицируется путем образования эпоксидных и двойных связей углерод-кислород. Это хорошо видно из рис.3, где показаны NEXAFS C1s – спектров МУНТ, нанокомпозита МУНТ/Fe и NEXAFS Fe 2p – спектра гетерокомпозита.

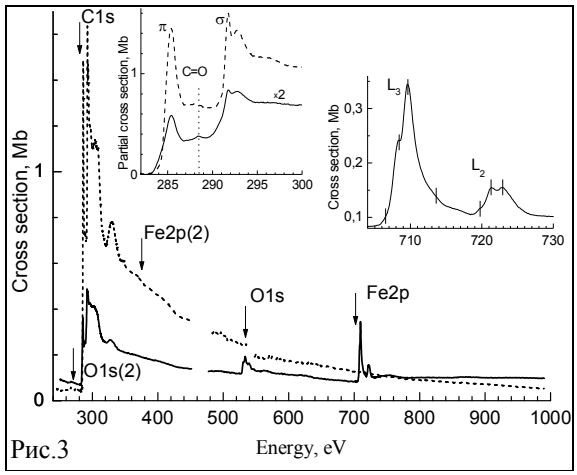


Рис.3

На рис.4. представлена дифрактограммы пористого кремния (ПК) приготовленного Si(111)(Sb)-подложке с (штриховая линия) и без (сплошная линия) добавления I в стандартный электролит. Видно, что дополнительно к брэгговскому пику *(4)* Si -подложки появляется интенсивный максимум от слоя ПК (*5) и (6*), то есть добавление J приводит к изменению структурных параметров кремниевого скелетона. В частности, наблюдается изменение положения дифракционного пика от подложки (4) при переходе ПК полученного без (5) и с (6) использованием йода и после длительного хранения в атмосфере (*7*). Эти изменения

указывают на увеличение деформации в кристаллической решетке ПК при добавлении йода в травитель в процессе длительного хранения. На рис.5 приведены NEXAFS Si2p-спектров исследованных образцов ПК, которые демонстрируют наличие SiO_2 на поверхности ПК с эффективной толщиной d_{eff} в несколько нм и кристаллического Si под ним. На рис.6 представлены XPS Si 2p-

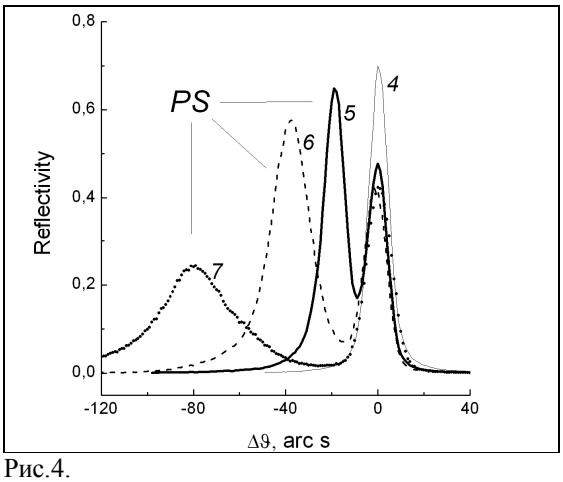


Рис.4.

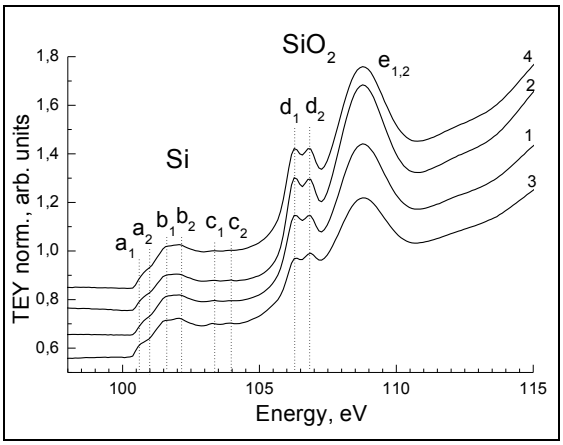


Рис. 5.

спектры образца ПК для разных энергий квантов hν, нормированные по интенсивности на пик SiO_2 (I_2). Положение основных пиков соответсвует энергиям связи 2p-электронов атомов кремния в чистых Si (E_1 = 99,8 эВ) и SiO_2 (E_2 = 103,3эВ). Это указывает, что на поверхности ПК находится слой SiO_2 и его толщина сравнима с длинами свободного пробега λ_2 электронов в SiO_2 с кинетическими энергиями равными разности hν и E_1.Эти λ_2 равны 0.88, 1.27, 1.9 и 2.72 нм для энергий квантов 250, 400, 650 и 1000 эВ, соответственно [7]. Наблюдается усиление интенсивности I_1 пика характерного для Si с увеличением hν, связанного с ростом λ_2. Принимая во внимание малую величину d_{eff}, можно пренебречь поглощением СИ в этом слое при анализе изменений сигнала XPS от кристаллического кремния. При условии однородности слоя и равенства плотностей слоя SiO_2 и Si в ПК плотностям массивных материалов d_{eff} определятся уравнением:

$$d_{eff} = \lambda_2 \cdot Ln(1 + \lambda_1 I_2/(0.633 \cdot \lambda_2 I_1)),$$

где λ_1 длины свободного пробега электронов в Si равные 0.657, 1.016, 1.561 и 2.258 нм [7] для энергий квантов 250, 400, 650 и 1000 эВ, соответственно.

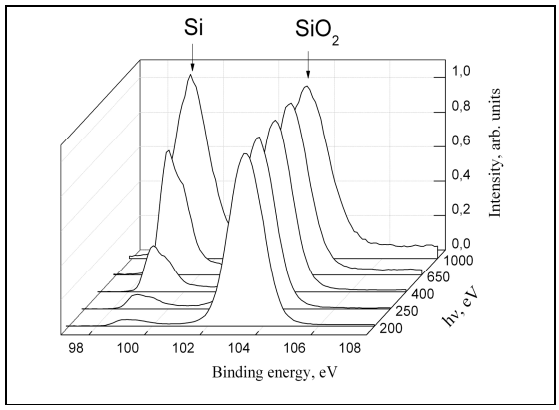


Рис.6.

Полученные в настоящей работе значения d_{eff} для исследованных образцов ПК располагаются в интервале 1.5 - 2.4 нм.

Работа выполнена в рамках двухсторонней программы Русско-Германской лаборатории на BESSY II и при финансовой поддержке РФФИ проект №12-02-00088а, программ Президиума РАН №24 и 12-П-1-1014, программы фундаментальных исследований УрО РАН 12-У-1-1010.

[1] Stohr J., NEXAFS Spectroscopy (Springer, Berlin, 1992)
[2] Сивков В.Н., Ломов А.А., Васильев А.Л., Некипелов С.В., Петрова О.В.. **47**(8), 1048(2013).
[3] Sivkov V.N., Nekipelov S.V., Petrova O.V., Obiedkov A.M., Kaverin B.S., Kirillov A.I., Domrachev G..A., Egorov V.A., Gusev S.A., Vyalikh D.V., Molodtsov S.L. Fullerenes, Nanotubes, and Carbon Nanostructures (2014, just-accepted), doi:10.1080/1536383X.2012.758113.
[4] Сивков В.Н., Некипелов С.В., Петрова О.В., Кириллов А.И., Гаврищук Е.М., Иконников В.Б., Разов Е.Н., Вялых Д.В., Молодцов С.Л.. Труды XVII международного симпозиума «Нанофизика и наноэлектроника», Н. Новгород. с.316(2013).
[5] Fedoseenko S.I., Vyalikh D.V., Iossifov I.F., Follath R., Gorovikov S.A., Püttner R., Schmidt, J.-S., Molodtsov S.L., Adamchuk V.K.; Gudat W., Kaindl G., Nucl. Instr. and Meth. in Phys. *Res.* A, **505**,718 (2003).
[6] Han S., Yoon M., Berber S., Park N., Osawa E., Ihm J., Tomanek D.,Phys. Rev., B**70**, 113402(2004).
[7] NIST Electron Inelastic-Mean-Free-Path Database (http://www.nist.gov/srd/nist71.cfm 3).

Лабораторная и синхротронная рентгеновская топография высокосовершенных кристаллов лейкосапфира для изготовления рентгенооптических элементов

Б.С. Рощин[1], П. Алексеев[2], В.Е. Асадчиков[1], Д. Бессас[3], А.В. Бузмаков[1], А.В. Буташин[1]
Г.-Х. Вилле[2], А. Данилевский[4], А.Н. Дерябин[1], А. Джафари[5,6], А. Муслимов[1],
И.А. Прохоров[7], И. Сергеев[2], А. Сесилия[8], С. Станков[8],
Ю. Хартвиг[3], Р.П. Херманн[5,6], А. Чумаков[3]

[1]*ФГБУН Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва, Россия*
[2]*Немецкий электронный синхротронный центр DESY, Гамбург, Германия*
[3]*Европейский центр синхротронного излучения ESRF, Гренобль, Франция*
[4]*Кристаллографический институт Фрайбургского университета, Фрайбург, Германия*
[5]*Центр нейтронных исследований Юлиха JCNS, Институт Питреа Грюнберга, Юлих, Германия*
[6]*Научный факультет Льежского университета, Льеж, Бельгия*
[7]*Филиал ФГБУН Института кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН*
Научно-исследовательский центр «Космическое материаловедение», Калуга, Россия
[8]*Институт фотонных наук и синхротронного излучения, Карлсруэ, Германия*
e-mail: ross@crys.ras.ru

Применение кристаллов лейкосапфира в качестве рентгенооптических элементов ограничена их низким структурным совершенством кристаллов, по сравнению с кристаллами кремния. Одним из перспективных направлений использования сапфировых кристаллов является ядерное резонансное рассеяние для изучения решеточной динамики (фононной спектроскопии) новых материалов, содержащих такие элементы как Eu, Sm, Sn, Te, Sb и Xe. До недавнего времени, эксперименты по ядерному резонансному рассеянию с применением синхротронного излучения проводились при энергиях не выше 30 кэВ [1-3]. Этот диапазон энергий пригоден для исследования материалов, содержащих железо и некоторые редкоземельные металлы. В отдельных случаях предел по энергии может достигать 35 кэВ, но для широкого применения он остается недоступным. Необходимую для фононной спектроскопии с разрешением в 1 мэВ степень монохроматизации зондирующего пучка могут дать высокосовершенные кристаллы лейкосапфира в геометрии т.н. обратного рассеяния, т.е. при углах брэгговского отражения, близких к нормальному падению, где ширина кривых отражения не превышает единиц угловых секунд [4]. По сравнению с кремнием, сапфир обеспечивает существенно большее количество «обратных» отражений, что дает возможность тщательнее подбирать необходимую для исследования определенного элемента длину волны зондирующего излучения. Кроме того, при энергии выше 40 кэВ, отражающая способность сапфира оказывается выше, чем у кремния.

Для оценки степени совершенства кристаллов лейкосапфира, получаемых различными методами, было подготовлено более 10 образцов. Кристаллы были выращены методами Вернейля, горизонтально-направленной кристаллизации (ГНК), кристаллизации на теплообменнике (Heat-exchanger method, HEM), Киропулоса. Из полученных кристаллов были вырезаны пластины толщиной 1-3 мм и отполированы по ранее отработанной технологии [5].

Предварительная характеризация пластин проводилась методом лабораторной топографии в брэгговском отражении [6]. Данный метод более чувствителен к дефектам, лежащим вблизи поверхности кристалла. Наименьшая плотность дислокаций (10^2 $см^{-2}$) наблюдалась на пластине, полученной из кристалла, выращенного методом Киропулоса. Топограмма данной пластины представлена на рис. 1.

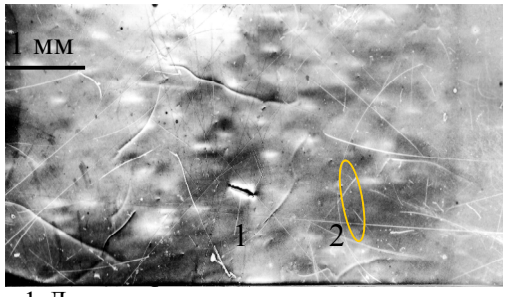


Рис. 1. Двухкристальная рентгеновская топограмма: 1 – микротрещина, 2 – выходы дислокаций на поверхность.

Для получения сведений о дефектах в объеме кристалла, были проведены исследования методом топографии в «белом» пучке синхротронного излучения [7], а для одной пластины применен метод секционной топографии [8] для восстановления трехмерной картины распределения дислокаций. Съемка проводилась на пленку высокого разрешения по

схеме «на просвет». Увеличенное изображение одного из рефлексов топограммы представлено на рис. 2.

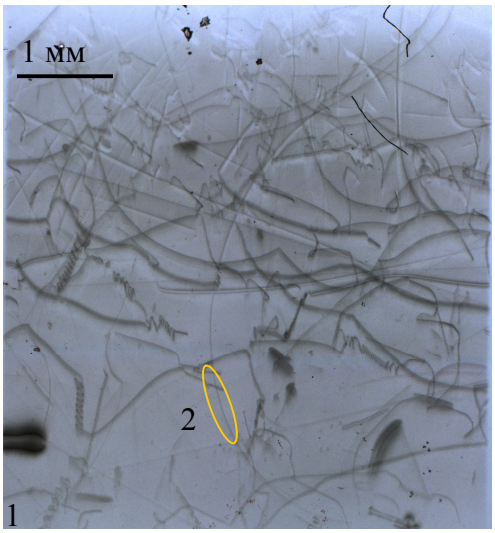


Рис. 2. Топограмма в «белом пучке», рефлекс 2 -1 -1 3: 1 – микротрещина, 2 – выходы дислокаций на поверхность.

Следует отметить, что на полученной топограмме можно наблюдать целиком те дислокации, у которых на лабораторной топограмме (рис.1) видны лишь выходы на поверхность.

По полученным данным было отобрано несколько пластин для исследования методом топографии в геометрии обратного рассеяния. Эксперимент проводился на станции ID18 Европейского центра синхротронного излучения (ESRF). Схема эксперимента приведена на рис. 3.

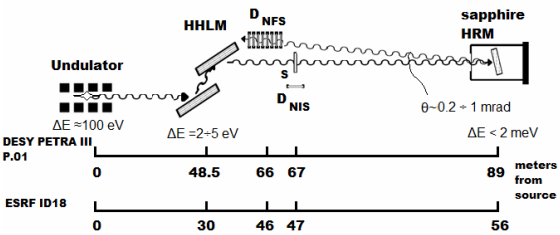


Рис. 3. Схема станций для реализации сканирования отражающей способности кристаллов в геометрии обратного рассеяния. HHLM – охлаждаемый монохроматор Si(111), D_{NFS} – детектор для определения аппаратной функции, D_{NIS} – детектор для измерения рассеяния, HRM - кристалл сапфира в положении обратного рассеяния.

Ранее подобный эксперимент был поставлен на станции P01 источника PETRAIII синхротронного центра DESY. Основное отличие последнего эксперимента заключалось в использованном детекторе, позволяющем регистрировать двумерное распределение интенсивности отраженного рефлекса. Таким образом, пространственное разрешение сканирования отражающей способности кристалла составило около 100 мкм.

Результат сканирования отражения пластины, имеющей, по предыдущим данным, наиболее совершенную структуру, представлено на рис 4.

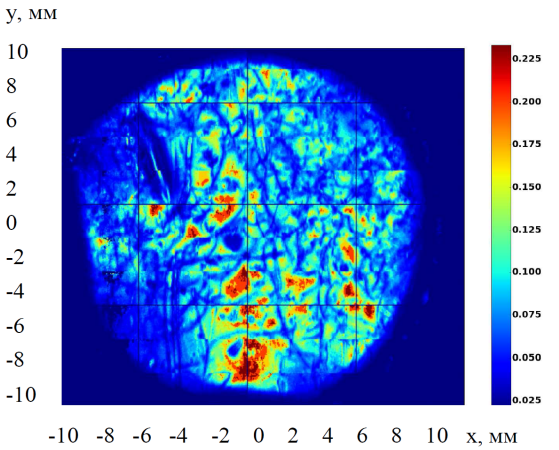


Рис. 4. Распределение по ширине кривой отражения для рефлекса 9 1 -10 68. На боковой шкале указана величина, обратно пропорциональная ширине кривой отражения на 10% высоты в относительных единицах.

Установлено, что области, в которых кривые отражения имеют наиболее узкий профиль, соответствуют бездислокационным областям на ранее полученных топограммах. Однако, размер этих областей не превышает 1 мм^2. Дальнейшее развитие технологии выращивания призвано обеспечить получение бездислокационных областей в кристаллах лейкосапфира, тем самым обеспечить потребность в высокосовершенных монохроматорах обратного рассеяния и расширить диапазон энергий в экспериментах по ядерному резонансному рассеянию до 50 кэВ и выше.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект №13-02-91325-СИГ_а).

[1] Wille H.-C., Hermann R. P., Sergueev I. et al., Phys. Rev. B, **76,** 140301 (2007).
[2] Wille H.-C., Hermann R. P., Sergueev I. et al., Europhys. Lett. **91**, 62001 (2010).
[3] Sergueev I., Wille H.-C., Hermann R. P. et al., J. Synch. Rad. **18**, 802 (2011).
[4] Shvyd'ko Yu.V., X-Ray Optics, Springer Ser. Optical Science, **98** (2004).
[5] Асадчиков В.Е., Буташин А.В. и др. Заводская лаборатория: диагностика материалов, **74**(10), 21 (2008).
[6] Прохоров И.А., Захаров Б.Г., Асадчиков В.Е. и др. Кристаллография. **56**(3), 490 (2011).
[7] Chen W.M., McNally P.J., Physica status solidi (a), **186**(3), 365 (2001).
[8] Allen D., Wittge J., Stopford J. et al., J. Appl. Cryst. **44**, 526 (2011).

Лабораторный рефлектометр для исследований в области длин волн 4-60нм

Вишняков Е.А.,[1] Забродин И.Г.,[2] Каськов И.А.,[2] Пестов А.Е.,[2] Салащенко Н.Н.,[2] Щербаков А.В.,[2] Чхало Н.И.[2]
[1]*Московский физико-технический институт, Москва, Россия*
[2]*Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия*
e-mail:SherbakovAV@ipm.sci-nnov.ru

Резонансные методы рефлектометрии и спектроскопии с использованием мягкого рентгеновского (МР) и экстремального ультрафиолетового (ЭУФ) излучения находят все более широкое применение в научных исследованиях конденсированного вещества. Для проведения исследований необходимы высокая интенсивность источника, высокоразрешающий монохроматор, с возможностью плавной перестройки энергии фотонов монохроматического пучка, и известные поляризационные характеристики фотонов. В настоящее время подобные эксперименты проводятся только в синхротронных центрах ALS, ESRF, PhotonFactory, BESSY и др. К сожалению, синхротроны в Новосибирске и Москве не оснащены соответствующим оборудованием, поэтому отечественные исследователи вынуждены проводить эти исследования за рубежом, что сопряжено с дополнительными потерями времени и материальных средств. Более того, использование синхротронных центров ограничивает возможности исследователей. В частности, свойства тонких пленок и наноструктур могут сильно измениться в процессе транспортировки, а при разработке экспериментальных методов и технологий, требуется оперативная информация о физических свойствах созданного объекта. Особенно остро эта проблема проявилась при разработке современной многослойной оптики. Практика показала, что для создания высококачественных многослойных структур необходима оперативная информация о свойствах многослойных структур, поэтому тенденцией последних лет стало создание многофункциональных лабораторных рефлектометров.

Нами разработан прибор, позволяющий изучать спектральные характеристики коэффициентов отражения (пропускания) элементов XEUV оптики. В качестве монохроматора применяется дифракционная решетка скользящего падения. Схема прибора приведена на рисунке (Рис. 1.)

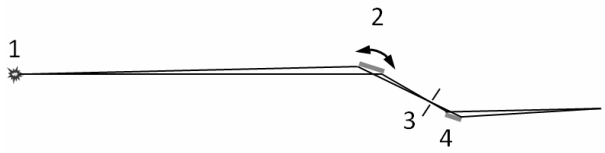


Рис. 1 – Рентгенооптическая схема рефлектометра с решеточным спектрометром. 1 – лазерноплазменный источник излучения; 2 – сферическая дифракционная решетка; 3 – выходная щель спектрометра; 4 – тороидальное зеркало.

В качестве дисперсионного элемента в данном приборе используется сферическая дифракционная решетка. Особенностью данной схемы является то, что сканирование по спектру осуществляется только за счет вращения дифракционной решетки, при неподвижном источнике рентгеновского излучения и выходной щели. При такой схеме сканирования наилучшее спектральное разрешение наблюдается только для одной длины волны λ, удовлетворяющей условию синхронизма

$$\cos\alpha - \cos\beta = m \cdot \lambda / D, \qquad 1$$

где m – порядок дифракции, λ - длина волны и D – период решетки, α и β углы падения и дифракции, соответственно, попадает на выходную щель спектрометра S2, при соблюдении условия фокусировки (2).

$$X_1 = R_g \cdot \sin\alpha, \; X_2 = R_g \cdot \sin\beta, \qquad 2$$

где радиус решетки R_g. При этом в процессе сканирования сумма углов Ф остается постоянной

$$\Phi = \alpha + \beta. \qquad 3$$

Основным достоинством спектрометра является его простота схемы и оперативность при работе. Главным недостатком – узкий спектральный диапазон, вокруг оптимальной длины волны λ_{opt}, для которой выполняется условие фокусировки 2 и, соответственно наблюдается высокое спектральное разрешение.

Для минимизации этого недостатка предлагается работать с набором решеток

различных радиусов кривизны и числа штрихов, имеющихся в наличии. В таблице приведены геометрические характеристики спектрометра и параметры решеток.

Таблица параметров спектрометра.

	R_g, мм	D, нм	Ф, °	λ_{opt}, нм	λ_{max}, нм
1	2000	1667	17,226	44,3	74,8
2	3000	1667	11,46	19,6	33,2
3	4000	1667	8,582	11,0	18,66
4	4000	1111	8,582	7,34	12,4
5	5000	1667	6,861	7,04	11,9
6	6000	1667	5.716	4,99	8,288

где R_g – радиус кривизны, D – плотность штрихов, Ф – сумма углов падения и отражения, а λ_{opt} и λ_{max} – оптимальная (с наилучшим разрешением) и максимально достигаемая длинны волн.

Для этих решеток был рассчитан рабочий спектральный диапазон, т.е. определение кривой зависимости селективности (на полувысоте) от длины волны λ. (Рис. 2.)

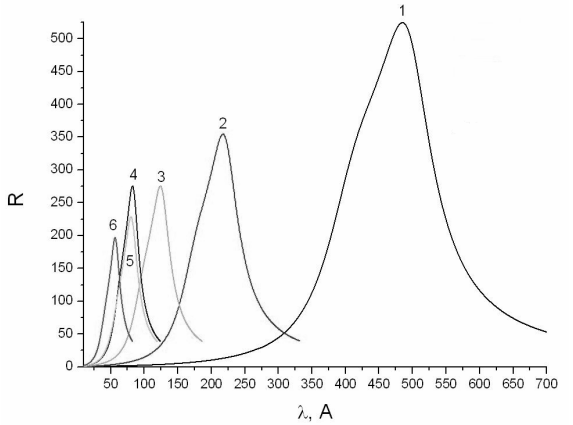


Рис.2 зависимости селективности R (на полувысоте) от длины волны λ. 5-я решетка по диапазону совпадает с 4-ой, и обладает на 15% худшим разрешением.

Как можно видеть, прибор позволяет использование в пределах от 4 до 60 нм, при использовании несколько дополнительных дифракционных решеток, этот диапазон перекрывается с разрешением лучше 1/100.

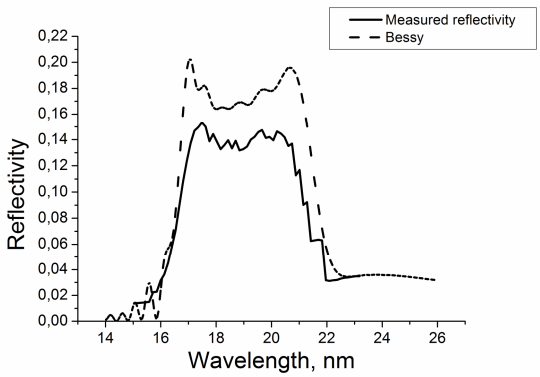


Рис. 3. Отражательная способность многослойного зеркала измеренная на синхротроне и лабораторном рефлектометре.

С помощью прибора проведены первые измерения, демонстрирующие его возможности. В частности продублированы измерения отражающей способности апериодического многослойного зеркала, проведенные на BESSY2. (Рис. 3.)

Многослойные зеркала на основе бериллия

Ю.А. Вайнер, С.Ю. Зуев, Д.Е. Парьев, В.Н. Полковников, Н.Н. Салащенко, Н.И. Чхало
Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия
e-mail: polkovnikov@ipmras.ru

Развитию исследований в таких областях науки как рентгенофлуоресцентный анализ легких элементов, микроскопия в диапазоне «водного окна», рентгеновская астрономия и проекционная нанолитография следующего поколения во многом препятствуют «белые пятна» многослойной зеркальной рентгеновской оптики. То есть отсутствие эффективно отражающих многослойных зеркал МЗ нормального падения для ряда диапазонов длин волн.

Как правило, высоких пиковых коэффициентов отражения удается достигать вблизи краев поглощения элементов, на базе которых синтезируются зеркала. Вдали от этих областей спектра эффективность отражающих покрытий может значительно снижаться, что и приводит к образованию упомянутых «белых пятен». Например, в области мягкого рентгеновского излучения выделяется ограниченный набор таких краев поглощения: Sc (λ=3,14 нм), C (λ=4,47 нм), B (λ=6,63 нм). И если вблизи этих длин волн МЗ на основе Sc, C и B соответственно еще обеспечивают более-менее высокие коэффициенты отражения, то в промежуточных диапазонах ощущается острая нехватка высоко отражающих покрытий.

Сохраняется и проблема создания высоко отражающих МЗ со стабильными во времени характеристиками для ЭУФ астрономии (линии HeI λ=58,4 нм и HeII λ=30,4 нм. Лучшие на данный момент зеркала имеют пиковое значение коэффициента отражения 36% и 40%, соответственно [1,2]. При этом приведенные характеристики нестабильны и ухудшаются со временем.

Таким образом разработка и синтез эффективных МЗ для диапазона 2-60 нм по-прежнему остается актуальной задачей.

В данной работе в качестве основы для высоко отражающих в рассматриваемом спектральном диапазоне зеркал предлагается применять бериллий. Предварительные оценки показывают, что как пиковый, так и интегральный коэффициенты отражения МЗ W/Be могут существенно (в полтора-два раза) превосходить характеристики традиционно используемых в поддиапазонах «белых пятен» зеркал W/Si (2-3 нм), Cr/Sc (3-4,5 нм), Cr/C (4,5-5 нм). Кроме того, в рассматриваемом диапазоне длин волн структуры W/Be могут выступать не только как зеркала, но и как поляризаторы на пропускание. Среди наиболее важных приложений МЗ на основе бериллия следует указать возможное создание отражающих элементов для установок нанолитографии следующего поколения.

В настоящее время интенсивно ведутся предварительные работы по проекту создания литографов с рабочей длиной волны λ=6,7 нм (МЗ La/B и La/B_4C). Однако это не единственный и, возможно, не оптимальный путь развития. Оценки показывают, что пропускная способность системы из 10 зеркал, оптимизированных на λ=6,7 нм, в несколько раз хуже, чем такая же характеристика системы из 10 Be-содержащих (Mo/Be, Ru/Be) зеркал, оптимизированных на λ=11,2 нм. Это, с учетом вдвое большего коэффициента конверсии соответствующих источников излучения, говорит о предпочтительности развития технологии литографии с рабочей длиной волны 11,2 нм [3].

Однако разработке многозеркальных проекционных схем должно предшествовать изучение возможностей создания высоко эффективных зеркал нормального падения, оптимизированных на λ=11,2 нм. Такие зеркала могут быть реализованы только на основе бериллия.

Теоретическим пределом пикового значения коэффициента отражения МЗ Be/Mg, оптимизированных на длину волны 30,4 нм, является величина 70%. При этом следует учитывать, что аналогичной значение для структур Si/Mg составляет 60% (при достигнутых на практике 40%). Спектральная полоса пропускания МЗ Be/Mg составляет 1,6 нм, что в полтора раза превышает аналогичную характеристику для Si/Mg. Скорее всего, достижению теоретического предела помешает окисление слоев магния. И применение методики барьерных слоев [2] приведет к некоторому снижению этой цифры. Тем не менее это направление исследований следует признать, по меньшей мере, интересным.

Конкурентоспособны структуры, содержащие бериллий, и в диапазоне длин волн вблизи L-края поглощения алюминия (λ=17,1 нм). Наилучшими отражательными характеристиками, достигнутыми экспериментально) здесь обладают МЗ Al/Si и A/Zr. В первом случае мы имеем дело с рекордно низкой величиной спектральной

полосы пропускания (Δλ~0,35 нм) при пиковом значении отражения R=48%. Второй случай связан с рекордным значением R=56% (Δλ~0,6 нм).

Зеркала на основе Al/Be теоретически могут сочетать в себе высокий (около 70%) пиковый коэффициент отражения и малую полосу пропускания (Δλ~0,4 нм). Прежде всего, такие структуры интересны с точки зрения создания оптики для астрофизических орбитальных экспериментов.

Зеркала на основе бериллия уже давно привлекали к себе внимание благодаря теоретической возможности обеспечение пика отражения выше 70% вблизи края поглощения этого элемента (λ=11,2 нм). В работе [4] изучались структуры Mo/Be. При этом был достигнут пиковый коэффициент отражения на этой длине волны 70,1% при теоретическом пределе 75,6%. Можно отметить, что даже такая величина номинально превосходит (или, как минимум, не уступает) стандартно получаемые R=69-70% для зеркал Mo/Si, применяемых в оптических схемах установок литографии с рабочей длиной волны 13,5 нм. И это интересно с точки зрения получения большего пространственного разрешения литографического оборудования путем перехода к более короткой рабочей длине волны.

До сих пор всеобщее внимание разработчиков литографического оборудования было обращено на перспективную в данном отношении длину волны λ=6,7 нм. В этом направлении уже достигнуты определенные успехи. В частности, пиковые коэффициенты МЗ, предназначенных для работы вблизи λ=6,7 нм, вплотную приближаются к 60% [5]. Тем не менее, как уже отмечалось выше, оценки показывают, что даже при достижении 70-80% из-за чрезвычайно низкой ширины кривой отражения система из 10 зеркал, оптимизированная на 6,7 нм, будет пропускать в несколько раз меньше сигнала, чем такая же система из Mo/Be зеркал, оптимизированная на 11,2 нм. Можно также упомянуть меньшую чувствительность фоторезистов для диапазона вблизи λ=6,7 нм.

Все это приведет к низкой производительности литографов при технологии 6,7 нм. Именно поэтому существует необходимость поиска альтернативного пути развития исследований в области создания нанолитографов следующего поколения. Наиболее перспективным видится переход к длине волны 11,2 нм. Тем более, что здесь видятся пути дальнейшего повышения эффективности оптических схем.

Например, спектральная ширина кривой отражения МЗ Mo/Be существенно ниже такой же характеристики МЗ Mo/Si - 0,33 и 0,53 нм, соответственно. Этот фактор негативным образом может сказаться на эффективности системы из 10 Mo/Be-зеркал в сравнении с 10-зеркальной системой Mo/Si-зеркал. Однако переход от Mo/Be зеркал к структурам на основе Ru/Be должен позволить увеличить спектральную полосу пропускания зеркал с 0,33 нм до 0,407 нм [3].

В области мягкого рентгеновского излучения (2-6 нм) для задач рентгенофлуоресцентного анализа легких элементов или для разработки оптических схем рентгеновского микроскопа используются зеркала на основе W/Si, Cr/Sc, Cr/C. Для всех этих пар экспериментально полученные коэффициенты отражения до сих пор остаются неудовлетворительно низкими и не превышают 17% в самом лучшем случае. В сочетании с предельно узкой полосой пропускания эта характеристика позволяет говорить о необходимости разработки более эффективных покрытий, обладающих большими величинами интегральных коэффициентов отражения. Таким покрытием может стать структура W/Be. Оценки показывают, что в рассматриваемом диапазоне длин волн пиковый коэффициент отражения МЗ W/Be может достигать 25% при вдвое большей спектральной полосе пропускания.

К сожалению, из-за сложностей удовлетворения требованиям санитарных норм и высокой токсичности бериллия работы с этим материалом в мире практически прекращены, и все исследования замерли на уровне пятнадцатилетней давности. Тем не менее в ИФМ РАН удалось создать лабораторию по работе с бериллием, и в докладе мы приводим последние экспериментальные результаты по синтезу зеркал на основе этого элемента.

[1] Вайнер Ю.А., Зуев С.Ю., Кузин С.В., *и др.,* Известия РАН. Серия физическая, **78** (1), 98 (2014).
[2] Зуев С.Ю., Кузин С.В., Полковников В.Н., и *др.,* Известия РАН. Серия физическая, 74 (1), 58 (2010).
[3] Chkhalo N.I., Salashchenko N.N., AIP ADVANCES, V. 3, 082130-1 (2013).
[4] Montcalm C., Bajt S., Mirkarimi P., *et al.,* SPIE, V. 3331, 42-51 (1998).
[5] Chkhalo N.I., Kunstner S., Polkovnikov V.N., *et al.*, Appl. Phys. Lett., V. 102, 011602-1 (2013

Наноразмерные источники рентгеновского излучения с пониженным уровнем шума

Ильяшенко М.В., Бугай А.Н., Денисенко В.Л., Сторижко В.Е.
Институт прикладной физики НАН Украины, г. Сумы, Украина
e-mail: bifurkatorm@mail.ru

Для нужд современной техники и технологии требуются излучатели «жёсткого» рентгена с малыми размерами источника излучения (это прямо обуславливает повышение пространственной когерентности и способствует увеличению разрешающей способности). Самым простым решением является использование рентгеновской оптики (см. напр. [1,2]) для «обрезания» и «облагораживания» стандартных пучков. Но без оптимизации собственно излучателя, этот путь неоптимален (к тому же мы не ищем лёгких путей, а, как все нормальные герои, идём в обход!).

Наиболее распространёнными и технологически значимыми источниками рентгеновского излучения являются рентгеновские трубки. Для эффективного возбуждения характеристической линии требуется энергия электронов $E=3\div4\ E_0$, где E_0-энергия фотона.

Но с увеличением энергии длина свободного пробега электронов в веществе резко возрастает. Это обстоятельство накладывает фундаментальное ограничение на миниатюризацию излучающей области для случая массивной мишени.

Уменьшение энергии е-пучка резко снижает удельные характеристики трубки. Этот путь явно тупиковый. Кроме того, даже при неоптимально низкой энергии возбуждения, размеры излучающей области всё равно оказываются слишком велики (относительно удачным применение данного приёма отмечалось лишь для источников «мягкого» рентгена[3]).

Другой очень неприятной особенностью в области «жёсткого» рентгена и гамма-излучения является повышенный уровень фона. Тормозное излучение быстро нарастает с ростом энергии электронов и заряда ядра, поэтому для тяжёлых элементов доля тормозного излучения превышает долю характеристического.

Серьёзные проблемы возникают и при «обработке» излучения. Рост энергии квантов резко снижает эффективность как фокусирования, так и монохроматизации, а для гамма-диапазона проблема не решена в принципе.

Изящным приёмом, позволяющим решить все эти проблемы одним махом, является переход к нанотехнологиям (несмотря на некоторую затёртость и банальность термина, в данном случае его применение уместно).

Если сделать излучающую область, возбуждаемую пучком электронов (в общем случае это может быть не только пучёк электронов, но и протонов, синхротронного излучения и т.д.), достаточно тонкой, т.е. значительно меньшей длины пробега электронов, то это приведёт к целому ряду положительных эффектов.

Во-первых можно уменьшить размер излучающей области до размеров значительно меньших размеров «излучающей груши». При этом вырастет пространственная когерентность излучения и можно будет добиться большего разрешения.

Во-вторых растёт к.п.д. генерирования рентгеновского излучения. Для того чтобы понять физику данного эффекта, достаточно взглянуть на кривую зависимости выхода излучения от энергии возбуждающих электронов. Собственно, к.п.д. зачастую нам неинтересен (и с рекуперацией пролетевшего через мишень пучка можно не заморачиваться, просто поставив охлаждаемый поглотитель на чуть расфокусированный пролетевший пучёк). Но при одинаковой отводимой от излучателя тепловой мощности, это позволяет добиться в несколько раз большей яркости, а это очень важно!

В-третьих, увеличивается отношение характеристическое излучение/тормозной фон. Более подробно о физических эффектах, позволяющих добиться уменьшения шума, смотрите ниже.

В-четвёртых, появляется возможность работать по алгоритму «меченых» фотонов, если фиксировать энергию и угол электронов, прошедших через мишень.

В-пятых, уменьшается поглощение рентгеновского излучения самим материалом мишени (а вот данный фактор наиболее значим для источников «мягкого» рентгена).

Остановимся на механизмах, позволяющих снижать уровень шума. Прежде всего за этот эффект ответственен рост к.п.д. генерирования.

Вторым важным фактором является оптимизация энергии пучка. Обычно, для возбуждения характеристического излучения используются электроны с энергией $E=3\div4\ E_0$, где E_0-энергия фотона. Но ввиду «тонкости» мишени

мы имеем дело не с «интегральным» (как для массивной мишени), а с «дифференциальным» оптимумом. Соответственно, энергия пучка может быть снижена, а т.к. тормозной фон сильно возрастает с ростом энергии электронов, то это также приводит к снижению его уровня. На практике за счёт оптимизации «рабочей точки» можно снизить фон на десятки процентов (кроме того, максимум в тормозном спектре смешается в сторону более низких частот).

Очень важным и практически значимым является использования неизотропности тормозного излучения. Как известно, в нерелятивистском случае максимум тормозного излучения лежит в плоскости, перпендикулярной траектории заряженной частицы. Поскольку при прохождении через тонкую мишень траекторное рассеяние минимально, то этот эффект проявится значительно более сильно, чем для мишени массивной. Т.к. характеристическое излучение изотропно, то появляется возможность пространственного разделения характеристического и максимума тормозного излучений.

Нужно также остановиться на перспективности создания наноисточника белого рентгеновского излучения. За счёт оптимизации рабочей точки, а также за счёт использования эффекта направленности, параметры данного источника могут быть очень многообещающими.

Что же является критерием того, что наш источник является «нано»? Кроме требований к миниатюризации рентгеновского пучка (чего можно добиться скорее использованием соответствующей «вырезающей» рентгенооптической системы), из описанной физики вытекает критерий тонкости. Он заключается в том, что толщина мишени в направлении пролёта электронов, должна быть значительно меньше длины свободного пробега электронов заданной энергии в бесконечной мишени. Поэтому для мягкого рентгена размер излучателя лежит в нанообласти, а для гамма-диапазона он может составлять десятки-сотни мкм.

Технически реализация данного подхода видится в виде трёх вариантов:

1. Излучатель в виде наноштыря или наноострия на охлаждаемой подложке. Вариант всем хорош, но требует высокой точности изготовления и установки, а наноизлучатель быстро деградирует и разрушается в процессе эксплуатации. Поэтому либо требуется набор наноштырей на одной подложке, либо создание специальных протяжённых структур типа нанокромки.

2. Тонкая плёнка (напылённая для устойчивости на берилливую фольгу, либо нанесённая на поддерживающую сетку). Электронный пучёк должен свободно проходить через такую плёнку, по возможности не задевая поддерживающих элементов (либо мало рассеиваясь на них). За счёт перемещения фокуса пучка можно последовательно (по мере деградации рабочего пятна) переходить к новым участкам, просвечивать образец под разными (программой заданными) углами и т.д. Из-за неоптимального охлаждения интенсивность излучения будет меньше, чем в варианте 1.

3. Тонкая плёнка излучающего материала на массивной алмазоподобной (лучшее охлаждение) или бериллиевой (наиболее лёгкий из технологических материалов) охлаждаемой подложке. Критерием массивности служит полное поглощение е пучка. Излучающие области могут быть нанесены в виде наностровков, длинных линий и т.д., либо в виде сплошной тонкой плёнки. Данный вариант является компромиссным и наиболее технологически проработанным. Хотя е-пучёк проникает в подложку, но тормозной фон от столкновения с лёгкими ядрами (углерода или бериллия) значительно меньше, чем для случая с однородной массивной мишенью.

[1] В. Е. Сторижко , М.В. Ильяшенко, В.Б. Молодкин, А.Ю. Гаевский, В.Л. Денисенко, О.И. Денисенко, С.А. Вершинский. Способы фокусировки рентгеновского излучения // Успехи физики металлов, 2010, т. 11, № 1, с.1-17.

[2] Аристов В.В., Шабельников Л.Г. Современные достижения рентгеновской оптики преломления // УФН.-2008.-Т.178, №1.-С. 61-83.

[3] В.Д. Гелевер, Д.С. Репин Нанофокусный рентгеновский источник на разборной трубке //XRAYOPTICS, 2008. с.130-132.

О возможности использования гидрида бериллия в качестве материала рентгенооптических устройств

А.А.Семенов, А.В.Забродин, А.А.Небера, И.А. Морозов, Д.А.Брылев, А.В.Демин, М.С.Шевердяев, В.О.Колецкий, А.С.Аникин, А.В.Лизунов
(ОАО «ВНИИНМ»)
П.А.Александров, Н.Е.Белова, К.М.Подурец, С.С.Фанченко
(НИЦ «Курчатовский институт»

При создании фокусирующих рентгенооптических устройств рефракционного типа (далее РОУ) возникает ряд проблем, усложняющих процесс их изготовления, препятствующих их широкому применению и накладывающих ограничения на сферу их применения. Одной из наиболее существенных проблем является выбор материала для изготовления РОУ. Поскольку коэффициенты преломления рентгеновского излучения для всех материалов незначительно отличаются от единицы, для эффективной фокусировки требуется использование нескольких десятков единичных фокусирующих элементов. В связи с этим материал для изготовления РОУ должен слабо поглощать рентгеновское излучение. Кроме этого, он должен быть технологичным, позволять изготавливать из него высокоточные изделия сложного профиля, должен быть стойким к окислению и к разложению в пучке рентгеновского излучения.

Ранее [1, 2] было показано, что поликристаллический бериллий отечественного производства весьма перспективен как материал для создания рефракционных рентгеновских линз, поскольку у него один из самых малых коэффициентов поглощения синхротронного излучения, а малоугловое рентгеновское рассеяние (МУРР) от него всего на порядок превышает рассеяние от монокристалла бериллия. Однако, он достаточно хрупок при механической обработке, поэтому возникают сложности при штамповке элементов линз. Более пластичными материалами являются гидрид и дейтерид бериллия, к тому же коэффициенты поглощения рентгеновского излучения у них еще меньше. Бериллий образует ковалентный гидрид, который обладает полимерной структурой, при комнатной температуре устойчив и практически не взаимодействует с водой. Синтез гидрида бериллия крайне сложен и трудоемок, тем не менее, он освоен и успешно реализуется в ОАО «ВНИИНМ», при этом удается получать продукт с содержанием рентгеноконтрастных примесей менее 500 ppm. Гидрид бериллия представляет собой порошок, который, в зависимости от условий синтеза и содержания примесей металлического бериллия, может иметь цвет от белого и слегка желтоватого до тёмно-коричневого. Независимо от цвета исходного порошка, при прессовании гидрида бериллия получается полупрозрачный стекловидный материал тёмно-коричневого цвета, по виду напоминающий пластмассу. Этот материал достаточно прочен, при механическом разрушении образует осколки, подобные осколкам стекла, но в определённых условиях может быть подвергнут пластической деформации. В настоящем докладе обсуждаются вопросы радиационной стойкости этих материалов при воздействии синхротронного излучения и их рассеивающие характеристики.

1. Радиационная стойкость.

Для изучения радиационной стойкости образцы BeH_2 и BeD_2 подвергали облучению на белом пучке синхротронного излучения из поворотного магнита Курчатовского источника синхротронного излучения. Спектр излучения представлен на Рис. 1. Расчет дозы проводился исходя из основных соотношений теории [3] и табличных данных о поглощении в бериллии.

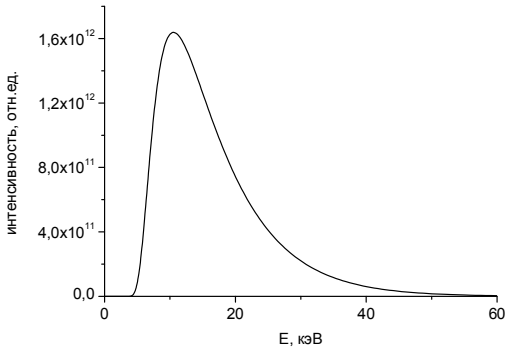


Рис.1 Спектр синхротронного излучения из поворотного магнита КИСИ.

Для тестового эксперимента в ОАО «ВНИИНМ» были изготовлен диски из аморфного гидрида и дейтерида бериллия (изотопный состав – 93 % дейтерия) диаметром 12 мм, высотой 2,4 мм с плотностью 0,65 г/см^3 и 0,78 г/см^3, соответственно. Процентный состав включений, полученный на спектрометре РФА, приведен в таблицах № 1 и № 2 (доля самих

включений в образце при этом не определяется, поскольку сам бериллий и водород в этом методе не видны).

Таблица№1 Процентный состав включений в BeH_2.

№	Элемент	Конц., %	Инт., cps
1	Хром	8.67	19.1
2	Железо	24.81	74.8
3	Эрбий	0.145	6.6
4	Медь	25.87	85.8
5	Вольфрам	32.50	56.0
6	Золото	8.01	49.6

Таблица№2.Включения в BeD_2.

№	Элемент	Конц., %	Инт., cps
1	Палладий	16.40	13.0
2	Кальций	24.72	7.5
3	Хром	2.94	4.3
4	Железо	11.54	29.2
5	Вольфрам	36.76	61.7
6	Медь	7.65	30.7

Пучок был плоским шириной 3 мм. При дозе облучения 10^8 Грей (2 часа облучения) никаких изменений поверхности и массы образца не обнаружено. При дозе 2 x10^{10} Грей (16,5 часов облучения) стали наблюдаться первые признаки начала деструкции. Для образца BeD_2 на обеих поверхностях образца появились пузырьки за счет разложения дейтерида бериллия по реакции (1), за счёт окисления кислородом воздуха (реакция 2) на 1,8 % увеличилась масса образца.

$$BeD_2 = Be + D_2 \quad (1)$$

$$2Be + O_2 = BeO \quad (2)$$

При поглощенных дозах меньших 10^8 Грей (до 2 часов облучения) никаких изменений во внешнем виде образца из гидрида бериллия выявлено не было. После 16,5 часов облучения поверхность образца стала бугристой, что свидетельствовало о частичной деструкции материала, тем не менее, образец не разрушился. Учитывая, что после монохроматора интенсивность синхротронного излучения на 4 порядка ниже, чем в белом пучке, можно сделать вывод о том, что ресурс РОУ, изготовленных из гидрида бериллия, составит не менее 20 тысяч часов. Таким образом, можно сделать вывод о принципиальной возможности изготовления РОУ из такого материала.

2. Малоугловое рассеяние

Измерения проводились на станции ДИКСИ КИСИ [4] на длине волны 0.16 нм – как для образцов гидрида и дейтерида бериллия до и после облучения, так и для отечественного образца поликристаллического бериллия в качестве эталона [5].

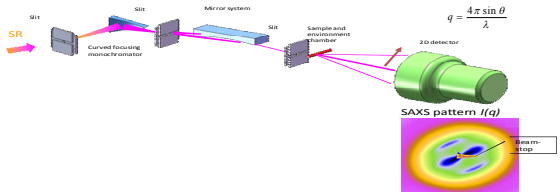


Рис.2. Схема станции ДИКСИ КИСИ «Курчатовского института».

Результаты для необлученных образцов представлены на Рис. 3 (двумерные изотропные картины МУРР проинтегрированы в одномерную кривую, вычтен фон и проведена нормировка на единицу толщины образца):

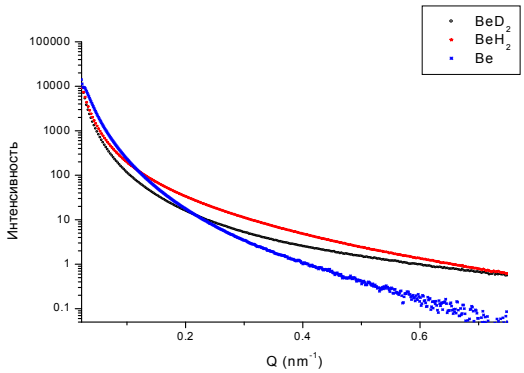


Рис.3 Данные малоуглового рассеяния для образцов BeH_2, BeD_2 и Be.

Полученные данные свидетельствуют, что и для гидрида, и дейтерида бериллия малоугловое рассеяние сопоставимо, а на малых углах даже меньше, чем для бериллия, что говорит о хороших перспективах использования этих материалов для рентгеновской рефракционной оптики.

Данные рентгендифракционного анализа образцов гидрида бериллия показал, что в образцах на фоне аморфизированной основы есть и структурные включения, относящиеся как к гидриду бериллия, так и, скорее всего карбиду бериллия с размерными параметрами для последнего ~ 26nm. Наличие таких образований может частично объяснить увеличение малоуглового рассеяния для значений переданного импульса $Q \geq 0.2$ нм$^{-1}$, однако полностью не объясняет всю кривую МУРР, что свидетельствует о наличии и других дефектов.

Плотность карбида бериллия почти в два с половиной раза больше, чем гидрида, поэтому контраст МУРР на включениях карбида даже сильнее, чем на порах.

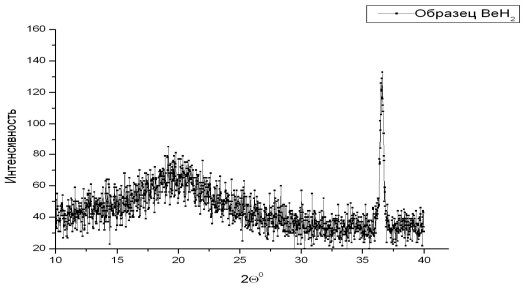


Рис.4. Часть дифрактограммы гидрида бериллия, полученной на длине волны меди.

Данные приведенные на Рис.5 показывают, что малоугловое рассеяние практически не зависит от полученной дозы облучения. В результате облучения несколько увеличивается число нанометровых радиационных дефектов, но основной вклад в рассеяние вносят субмикронные поры.

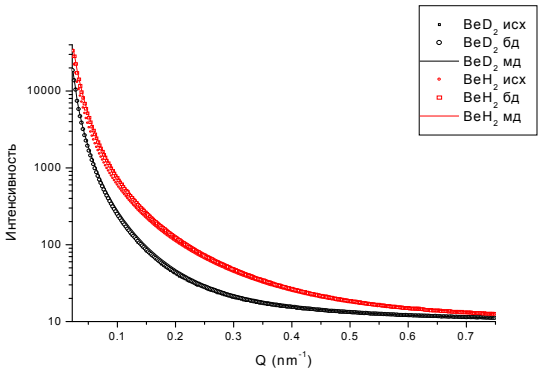
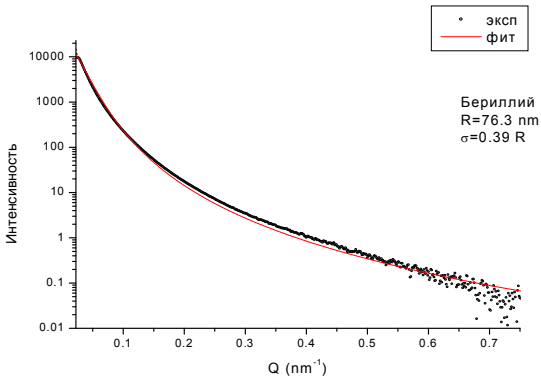


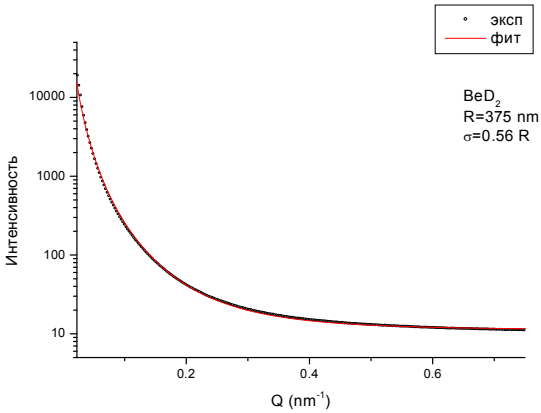
Рис.5 Данные для образцов дейтерида и гидрида бериллия (мд соответствует малой дозе, бд – большой дозе, исх – необлученным образцам).

Для объяснения формы кривой МУРР можно использовать модель рассеянии на сферических порах с гауссовским распределением по размерам (Рис. 6 а, б, в – а) бериллий; б) необлученный дейтерид; в) необлученный гидрид), расчеты проводились с использованием программы scatter [6, 7]:

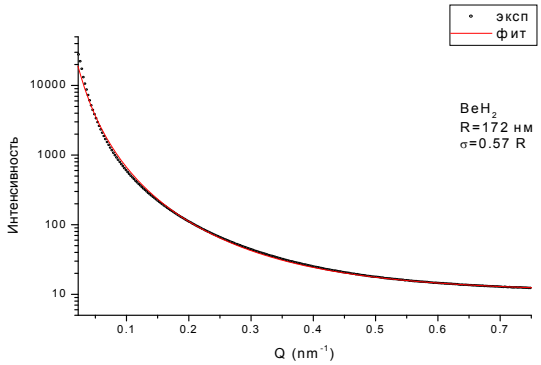
Характерные размеры пор в дейтериде, гидриде и бериллии составляют 370, 170 и 80 нм, величины дисперсий σ составляют примерно половину радиусов и приведены на рисунке. Такие различия в размерах, видимо, связаны с технологическими особенностями процесса изготовления, при этом пор в дейтериде существенно меньше, поскольку интегральное малоугловое рассеяние пропорционально полному объему пор, а объем пор в дейтериде существенно больше, чем в гидриде.



А)



Б)



В)

Рис.6 Расчетные и экспериментальные кривыех МУРР для образцов бериллия (а), дейтерида (б) и гидрида бериллия (в)

Таким образом, сравнительный анализ показывает, что дейтерид и гидрид бериллия являются не менее перспективными материалами для рефракционной рентгеновской оптики, чем сам бериллий, а дейтерид – даже лучше, чем гидрид.

Работа выполнена при государственной поддержке кооперации российских высших

учебных заведений, государственных научных учреждений и организаций, реализующих комплексные проекты по созданию высокотехнологичного производства, по постановлению Правительства Российской Федерации от 9 апреля 2010 г. № 218 (договор № 02.G25.31.0086 от 23.05.2013).

ЛИТЕРАТУРА

1. Lengeler B., https://www.esrf.eu%2Ffiles%2Flive%2Fsites%2Fwww%2Ffiles%2FInstrumentation%2Ffriday-lectures-slides%2FB-Lengeler_july2010.pdf&ei=Um-1U--pOOrU4QTf2oDYCA&usg=AFQjCNF92AHLeYRyE8hOGWeMuYylfSOT7A&cad=rjt

2. Ю. Е. Маркушкин, В. В. Горлевский, А. В. Забродин, Ю. В. Тузов, И. А. Морозов, Д. А. Брылёв, А. В. Лизунов, М. С. Шевердяев, А. В. Сатановский,
П. А. Александров, Н. Е. Белова, ЯДЕРНАЯ ФИЗИКА И ИНЖИНИРИНГ, 2011, том 2, No 4, с. 375–381

3. И.М.Тернов, В.В.Михайлин Синхротронное излучение. Теория и эксперимент. М.:Энергоатомиздат, 1986, С.296.

4. V.N. Korneev, P.M. Sergienko, A.M. Matyushin, V.A. Shlektarev, N.I. Ariskin, V.I. Shishkov, V.P. Gorin, M.A. Sheromov, V.M. Aul'chenko, A.V. Zabelin, V.G. Stankevich, L.I. Yudin, A.A. Vazina. - Instruments and Methods in Physics Research A 2005, 543, 368–374.

5. Велигжанин А.А., Фрей Д.И., Петерс Г.С., Старосельский И.А. – отчет КИСИ, 2014 ???

6. S. Forster, A. Timmann, C. Schellbach, A. Fromsdorf, A. Kornowski,
H. Weller, S. V. Roth, P. Lindner, Nature Materials 6 (2007), 888-893.

7. S. Forster, M. Konrad, P. Lindner, Phys. Rev. Lett. 94 (2005), no. 1, 017803.

О глубине экстинкции в гладком рентгеновском волноводе

Л.И. Огнев,[1] I. Bukreeva[2]
[1]*НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия*
[2]*Institute for Chemical-Physical Processes, Rome, Italy*
e-mail: liognev@gmail.com

На основе приближённого решения дисперсионного уравнения для динамики рентгеновского пучка, захваченного в плоский волновод с гладкими стенками исследуется зависимость глубины экстинкции излучения от оптической плотности вещества стенок и энергии рентгеновского излучения. Показано, что для скользящих углов падения рентгеновского пучка, много меньших френелевского угла, глубина экстинкции в непоглощающей среде зависит только от разности плотностей электронов в веществе стенки и волноводного слоя $N_{e1} - N_{e2}$ как $d_p = (\pi r_0 (N_{e1} - N_{e2}))^{-1/2}$,
где r_0 ~2.81794·10^{13}cm - классический радиус электрона.

Глубина проникновения излучения в вещество стенок рентгеновского волновода имеет существенное значение как для величины потерь при формировании выходного пучка [1-3], так и при использовании эффекта каналирования рентгеновского излучения в диагностических целях [4-5]. Будем рассматривать формирование волноводной структуры в плоском рентгеновском волноводе с гладкими стенками в режиме фронтального захвата излучения открытым концом канала. Показатель преломления большинства веществ, из которых изготовляют рентгеновские волноводы в диапазоне энергий рентгеновского излучения 8 – 20 keV очень мало отличается от единицы $n_0=\varepsilon_0^{1/2}= 1-\delta+i\beta$, где $\delta \le 10^{-5}$ и $\beta \sim 0.1\cdot\delta$ [6]. Поперечный размер вакуумного волновода d находится в пределах от десятков до сотен нанометров, что значительно меньше продольного размера пластин, образующих волновод, длина и ширина которых может достигать нескольких миллиметров [3]. Поэтому задача формирования модовой структуры в таком волноводе может рассматриваться как двумерная (2D). Волновод освещается линейно поляризованной плоской волной с электрическим вектором, параллельным плоскости щели волновода (Рис. 1). В координатной системе, показанной на Рис.1, ось 0z совпадает с границей вакуумного слоя волновода, а ось 0x расположена поперёк щели.

Модовая структура захваченного рентгеновского пучка может сильно меняться в зависимости от геометрии волновода и отражающих свойств стенок резонатора. Глубина проникновения излучения в вещество при отражении рентгеновского излучения, исследованная в модели плоских волн [8], перестаёт зависеть от отношения β/δ при $\beta/\delta < 0.1$, что заведомо выполняется в случае жёсткого рентгеновского излучения [6], поэтому в дальнейшем будем пренебрегать влиянием поглощения.

В виду малости коэффициента отражения основной вклад в формирование проходящего пучка в волноводе с диэлектрической проницаемостью вещества канала ε_2 и стенок ε_1 дают дифракция и рассеяние при малых скользящих углах

$$(\theta < \theta_c = \sqrt{\mathrm{Re}(1-\varepsilon_1/\varepsilon_2)} \sim 10^{-3} rad)$$

и, используя параболическое приближение для электрического поля *E=A(x,z)exp(-ikz),* медленно меняющаяся амплитуда *A(x,z)* находится из параболического уравнения (PWE):

$$2ik\partial A/\partial z = \Delta_\perp A + k^2(\chi(x,z)-1)A = 0, \quad (1)$$

где $\chi(x,y) = \varepsilon(x,y)/\langle\varepsilon\rangle$ - относительная диэлектрическая проницаемость материала канала, $\langle\varepsilon\rangle$ - значение статистически усреднённой диэлектрической проницаемости в центре канала. Предполагается, что диэлектрическая проницаемость материала $\varepsilon(x,y)$ на границе канала меняется скачкообразно, поэтому

$$\chi(x,z) = \begin{cases} \varepsilon_1/\varepsilon_2 & x \le 0 \\ 1 & 0 < x < \zeta(z) \\ \varepsilon_1/\varepsilon_2 & x \ge \zeta(z) \end{cases}$$

где x=0 и x= ξ(z) =d – верхняя и нижняя границы канала, $\langle\varepsilon\rangle = \varepsilon_2$ - значение диэлектрической проницаемости вещества (или вакуума), заполняющего центральную часть канала, ε_1 - диэлектрическая проницаемость стенок канала.

Амплитуда захваченной волны с начальным профилем $A(x, z=0)$ на расстоянии z от входа в многомодовый рентгеновский волновод может быть записана как суперпозиция мод $\psi_n(x)$:

$$A(x,z) = \sum_m c_m(z)\cdot\psi_m(x)\cdot\exp(-ik_{zm}z - \gamma_m z), \quad (2)$$

где m=0, 1, 2, … номера моды, γ_m – коэффициенты затухания, k_{zm} - "медленный" продольный волновой вектор m-ной моды. Резонансные моды ψ_m являются решениями уравнения на собственные значения

$$\Delta_{\perp}\psi_m(x) = k\left[2k_{mz} - k\,\mathrm{Re}(\chi(x))\right]\psi_m(x). \quad (3)$$

Внутри канала моды выбираем в виде

$$\psi_m(x) = \sin(q_{mx}x - \varphi_m),$$

где $q^2_{xm} = -k(2k_{zm})$ и q_{xm} может рассматриваться как проекция $\vec{k}$ на продольную ось x для m-моды. Френелевский сдвиг фазы для отражённой волны φ_m определяется как

$$\varphi_m = \arcsin\{q_{mx}/k\theta_c\}$$

где $\theta_c = \sqrt{\mathrm{Re}(1-\varepsilon_1/\varepsilon_2)}$ - френелевский критический угол полного внешнего отражения на границе двух сред при падении пучка излучения из среды Модовые коэффициенты c_m при фронтальном возбуждении электромагнитного поля в волноводе можно оценить как $c_m = \int A(x, z=0)\cdot\psi_m(x)dx / \int \psi_m{}^2(x)dx$.

Волновые продольные числа q_{xm} для распространяющихся мод находятся из трансцендентного уравнения,

$$\arcsin[q_{xm}/(k\theta_c)] = q_{xm}d - (m+1)\pi. \quad (4)$$

В приближении малых углов $q_{xm}/(k\theta_c) \le 1$ (то есть вдали от критического угла θ_c) $\arcsin(\alpha) \approx \alpha$ и уравнение (4) может быть переписано в виде:

$$q_{xm} = \frac{\pi m}{d + \dfrac{\lambda}{\pi\theta_c}} = \frac{\pi m}{d_{eff}}, \quad (5)$$

где d – геометрическая ширина канала, а d_{eff} – эффективная ширина волноводного канала, которая включает глубину проникновения излучения в вещество стенок.

Глубина проникновения излучения в вещество в пересчёте на одну стенку может быть записана как

$$d_p = (\lambda/2\pi)\cdot(\mathrm{Re}(1-\varepsilon_1/\varepsilon_2))^{-1/2}.$$

Следует отметить, что глубина проникновения не зависит от номера моды и длины волны излучения и вдали от линий поглощения может быть записана в виде

$$d_p = \lambda/(2\pi\theta_c) = (4\pi r_0)^{-1/2}\cdot(N_{e1}-N_{e2})^{-1/2}, \quad (6)$$

где r_0 ~2.81794·10^{-13}cm – классический электронный радиус, N_{e1} и N_{e2} – плотность электронов в материале стенок и материале канала. Для излучения с энергией 8 keV в кремниевом вакуумном канале глубина проникновения в стенку равна $d_p = \lambda/(2\pi\theta_c) \approx 6.3\,\mathrm{nm}$. Эта величина оказывает существенное влияние на динамику мод в случае канала с профилированной периодической стенкой и должна учитываться при интерпретации экспериментальных данных [3].

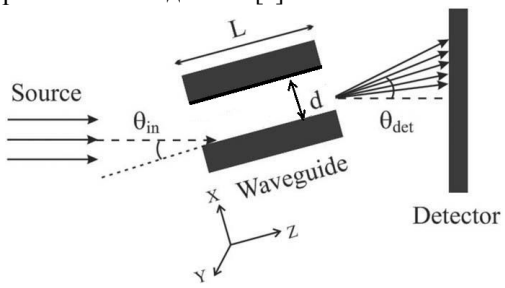


Рис. 1. Сверхмалые углы скольжения пучка. Рентгеновский пучок падает на стенку волновода под углом θ_{in}. L – длина волновода, d – ширина вакуумного зазора, θ_{det} – углы дифракции, измеренные по отношению к падающему пучку.

Влияние конечности угла скольжения α на глубину проникновения поля в гладкую поверхность вещества было исследовано на нескольких моделях, сравнение расчётов приведено на Рис. 2. Энергия излучения 8 keV, материал - кремний. Результат, полученный в приближении плоской волны в случае полного внешнего отражения [8], показан кривой 3. Экспоненциальному затуханию волны в веществе стенок, которая сшивается на границе с осциллирующей функцией в канале для каждой волноводной моды («ящик с конечными стенками») соответствует кривая 2. Кривая 1 соответствует добавке к геометрической ширине канала при подстановке в соотношение (5) численных решений q_{xm} трансцендентного уравнения (4) для различных волноводных мод. Соответствие номера возбуждаемой волноводной моды m эквивалентному углу определяется по формуле $\theta \approx m\lambda/d$. Критический (френелевский) угол в данном случае равен θ_F=0.0039.

Хотя глубина проникновения излучения в вещество стенки не зависит от номера моды m, коэффициенты затухания γ_m прошедшего рентгеновского пучка, определяемые как интегралы перекрытия

$$\gamma_m = -(k/2)\int \psi_m{}^*(x)[\mathrm{Im}(\chi(x,z)-1)]\psi_m(x)dx, \quad (7)$$

и обусловленные в первую очередь поглощением в веществе стенок, квадратично возрастают с номером моды m, как $(m+1)^2$ [7]. Кажущееся противоречие объясняется тем, что в точке

сшивания периодической волновой функции в волновом слое и затухающего экспоненциального решения в стенке, как показали расчёты для модели «плоского ящика» со стенками конечной высоты, возрастает как амплитуда, так производная, поэтому, несмотря на постоянную глубину проникновения, интегралы перекрытия (7) растут.

Таким образом, все использованные модели дают схожие результаты для глубины проникновения излучения в вещество, которые практически совпадают при углах скольжения рентгеновского пучка относительно поверхности отражения много меньших критического, в том числе приближение плоской волны, которое благодаря его простоте удобно для практического использования в качестве предварительной оценки.

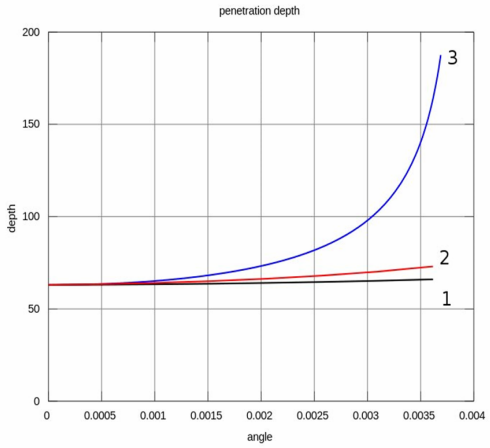


Рис. 2. Сравнение моделей расчёта глубины проникновения излучения в гладкую поверхность. Энергия излучения 8 keV, материал - кремний.
Кривая 1 – по дисперсионному уравнению (4),
2 - «ящик» с конечными стенками,
3 - приближение плоской волны.
Эквивалентный угол $\theta \approx m\lambda / d$,
критический (френелевский) угол θ_F=0.0039.

Работа частично поддержана грантом НШ-3328.2014.2 Президента РФ для государственной поддержки ведущих научных школ РФ.

[1] W. Jark, S. Di Fonzo, G. Soullie, A. Cedola, S. Lagomarsino , Thin film X-ray waveguides: ‘Condenser systems’ for experiments with X-ray beams of 0.1 μm dimension J. Alloys and Compounds, 286 (1999), 9-13

[2] S. P. Kruger, H. Neubauer, M. Bartels, S. Kalbfleisch, K. Giewekemeyer, P. J. Wilbrandt, M. Sprung, T. Salditt, Sub-10 nm beam confinement by X-ray waveguides: design, fabrication and characterization of optical properties, J.Synchrotron Rad., (2012), 19, 227–236

[3] I. Bukreeva, A. Sorrentino, A. Cedola, E. Giovine, A.Diaz, F. Scarinci, W. Jark, L. Ognev, S. Lagomarsino, Periodically structured X-ray waveguides,
J. Synchrotron Rad. (2013). 20, 691–697

[4] Ajay Gupta, Parasmani Rajput, A. Saraiya, V. R. Reddy, M. Gupta, S. Bernstorff, and H. Amenitsch, Depth profiling of marker layers using x-ray waveguide structures, Physical Review B.; 72(7):075436 (08/2005).

[5] K. Hayashi, W. Hu, H. Takenaka, K. Suzuki, M. Ito. Real-time observation of film structure using x-ray waveguide phenomenon. Photon factory activity report 2008 #26 Part B (2009), p.250.

[6] B.L. Henke, E.M. Gullikson, and J.C. Davis. *X-ray interactions: photoabsorption, scattering, transmission, and reflection at E=50-30000 eV, Z=1-92*, Atomic Data and Nuclear Data Tables Vol. **54** (no.2), 181-342 (July 1993). http://henke.lbl.gov/optical_constants/getdb2.html

[7] Л.И. Огнев, ЖТФ, т. 80, вып. 11, 82–86 (2010).

[8] А.В. Виноградов ред., Зеркальная рентгеновская оптика, Л., 1989.

Одномасштабное приближение нестандартной теории дифракции для деформированного кристалла

А.А. Дышеков, Ю.П. Хапачев
Кабардино-Балкарский государственный университет, Нальчик, Россия
e-mail: rsa@kbsu.ru

В данной работе проводится обобщение нестандартной теории динамической дифракции, первоначально развитой для идеального кристалла [1, 2] на случай кристалла с деформацией решетки. При этом удается получить ограничение на характер изменения деформаций для применимости уравнений Такаги [3]. Кроме того, полученные уравнения оказываются применимыми для произвольных дифракционных схем.

Обратимся к уравнению Максвелла для кристалла относительно поля **E**:

$$\mathrm{rotrot}\mathbf{E} - k^2(1+\chi(\mathbf{r}'))\mathbf{E} = 0. \qquad (1)$$

Выберем $\chi(\mathbf{r}')$ в виде:

$$\chi = \chi_0 + \chi_H \exp(i\mathbf{H}(\mathbf{r}'+\mathbf{u})) + \chi_{\bar{H}} \exp(-i\mathbf{H}(\mathbf{r}'+\mathbf{u})) \quad . \qquad (2)$$

Здесь **H** – вектор обратной решетки, **u**=**u**($\mathbf{r}'$) – вектор смещения атомных плоскостей Представление $\chi(\mathbf{r}')$ в виде(2) возможно, только для малых смещений **u**. Тогда для (1) имеем:

$$\mathrm{rotrot}\mathbf{E} - k^2(1+\chi_0+\chi_H \exp(i\mathbf{H}(\mathbf{r}'+\mathbf{u})) + \chi_{\bar{H}} \exp(-i\mathbf{H}(\mathbf{r}'+\mathbf{u}))\mathbf{E} = 0 \quad . \qquad (3)$$

Уравнение (3) приводится к безразмерному виду с помощью длины вектора обратной решетки H:

$$\mathbf{H}/H = \mathbf{h};\ \mathbf{Hr}' = \mathbf{hr};\ \mathbf{r} = \mathbf{Hr}'.\ \kappa = k/H.$$

$$\mathrm{rotrot}\mathbf{E} - \kappa^2(1+\chi_0+\chi_H \exp(i\mathbf{h}(\mathbf{r}+\mathbf{u})) + \chi_{\bar{H}} \exp(-i\mathbf{h}(\mathbf{r}+\mathbf{u}(\mathbf{r})))\mathbf{E} = 0; \qquad (4)$$

Как известно, из (4) в двухволновом приближении следуют уравнения Такаги [3].

Нестандартный подход [1, 2] исходит из следующих положений. В качестве параметра возмущения выбирается величина χ_H. Очевидно, что и в случае слабо деформированного кристалла критерий выбора χ_H в качестве параметра разложения остается в силе, поскольку наличие слабого поля смещений не разрушает дифракцию. Это позволяет распространить схему построения решения в нестандартном подходе и на случай деформированной структуры.

Для идеального кристалла прямое разложение решения уравнения (4)

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}_0 + \chi_H \mathbf{E}_1 + \ldots$$

оказывается несостоятельным в случае Лауэ

$$(\kappa_0 \pm \mathbf{h})^2 - \kappa_0^2 = 0 \qquad (5)$$

где $\kappa_0^2 = \kappa^2(1+\chi_0)$, поскольку амплитуда рассеянной волны неограниченно возрастает. Это вызвано тем, что дифракционная волна находится как частное решение уравнения типа

$$\mathrm{rotrot}\mathbf{E} - \kappa_0^2\mathbf{E} = \mathbf{E}_0 \exp(i(\boldsymbol{\kappa}_0 \pm \mathbf{h})\mathbf{r}) \qquad (6)$$

в виде

$$\mathbf{E} = \frac{\mathbf{E}_0 \exp(i(\kappa_0 \pm \mathbf{h})\mathbf{r})}{(\kappa_0 \pm \mathbf{h})^2 - \kappa_0^2}, \qquad (7)$$

где $\mathbf{E}_0$ – амплитуда падающей волны. Для деформированного кристалла записать частное решение (6) в виде (7) невозможно. Однако поле смещений существенно изменяется на расстояниях, значительно превышающих параметр решетки. Тогда приближенное решение (6) аналогично (7):

$$\mathbf{E} = \frac{\mathbf{E}_0 \exp(i(\boldsymbol{\kappa}_0 \pm \mathbf{h})\mathbf{r} \pm i\mathbf{hu}(\mathbf{r}))}{(\boldsymbol{\kappa}_0 \pm \mathbf{h})^2 - \kappa_0^2} \quad . \qquad (8)$$

Тогда прямое разложение решения (4) аналогично идеальному кристаллу [3]:

$$\mathbf{E}_{01(2)}(\exp(i\boldsymbol{\kappa}_0\mathbf{r}) + \kappa^2\chi_{H(\bar{H})} \frac{\exp(i(\boldsymbol{\kappa}_0 \pm \mathbf{h})\mathbf{r} \pm i\mathbf{hu}(\mathbf{r}))}{(\boldsymbol{\kappa}_0 \pm \mathbf{h})^2 - \kappa_0^2}) \quad , \qquad (9)$$

где $\mathbf{E}_{01}$, $\mathbf{E}_{02}$ – амплитуды волн $\exp(\pm i\boldsymbol{\kappa}_0\mathbf{r})$. Это решение описывает волновое поле в кристалле с деформацией решетки без дифракции. Вопрос о точности приближения (9) остается открытым, пока не выбрана модель **u**(**r**). Общее ограничение на величину искажений следует из малости тензора деформаций **ε**:

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \varepsilon_0 \frac{\partial \mathbf{u}(\mathbf{r})}{\partial \mathbf{r}} << 1 \quad , \qquad (10)$$

где ε_0 – амплитуда деформации. Для регулярных полей смещений это условие сводится к требованию $\varepsilon_0 << 1$.

Согласно (5) и (10), требуется модификация прямого разложения решения и в случае кристалла с деформацией решетки. Мы рассмотрим случай, когда поле смещений изменяется на расстояниях порядка длины экстинкции, опираясь на метод многих масштабов [4].

Поле деформаций в кристалле может выражаться с помощью задания различных структурных параметров. При этом значения этих параметров определяются не только

величинами ε_{0i}, но и областями их изменения L_i. Или, символически:

$$\mathbf{Hu} = F\left(\frac{\varepsilon_{0i}L_i}{d}, \frac{\mathbf{r}d}{L_i}\right). \qquad (11)$$

Здесь $\varepsilon_{0i}L_i/d$ – амплитуда поля смещения, $\mathbf{r}d/L_i$ – размер области искажений решетки, d – межплоскостное расстояние. Влияние **Hu** на дифракцию должно соотноситься с χ_H. Тогда в (11) необходимо учесть χ_H:

$$\mathbf{Hu} = F\left(\frac{\varepsilon_0}{m_i\chi_H^i}, m_i\mathbf{r}_i\right),$$

$$m_i = \frac{1}{HL\chi_H^i} = \frac{d}{2\pi L\chi_H^i},\ \mathbf{r}_i = \chi_H^i\mathbf{r}. \qquad (12)$$

Рассмотрим частный случай i=1 единственного масштаба, приводящий к уравнениям Такаги. Пусть смещение происходит на некоторой толщине слоя L. Тогда величина **Hu**(**r**) может быть представлена в виде

$$\mathbf{Hu}(\mathbf{r}) = \varepsilon_0 LHF(\mathbf{r}/L), \qquad (13)$$

где $F(\mathbf{r}/L)$ – модель смещения. Согласно [4], уравнение (4) анализируется вблизи брэгговского максимума на разных масштабах, определяемых χ_H, с помощью перехода от переменной **r** к переменным $\mathbf{r}_0$, = **r**, $\mathbf{r}_1 = \chi_H\mathbf{r}$:

$\mathbf{E}(\mathbf{r}) = \mathbf{E}(\mathbf{r}_0, \mathbf{r}_1)$.

Далее разлагаем rotrot и $\boldsymbol{\kappa}_0$ по степеням χ_H:

$$\begin{aligned}
&\mathbf{E} = \mathbf{E}_0(\mathbf{r}_0,\mathbf{r}_1) + \chi_H\mathbf{E}_1(\mathbf{r}_0,\mathbf{r}_1) + \ldots;\\
&\boldsymbol{\kappa}_0 = \boldsymbol{\kappa}_{00} + \chi_H\boldsymbol{\kappa}_{01} + \ldots;\\
&\kappa_0^2 = (\boldsymbol{\kappa}_0,\boldsymbol{\kappa}_0) = \kappa_0^2 + 2\chi_H(\boldsymbol{\kappa}_0,\boldsymbol{\kappa}_{01}) + \ldots =\\
&\kappa_0^2 + \chi_H X;\quad X = 2(\boldsymbol{\kappa}_0,\boldsymbol{\kappa}_{01})\\
&\mathrm{rotrot} = \mathrm{rot}_0\mathrm{rot}_0 +\\
&\chi_H(\mathrm{rot}_0\mathrm{rot}_1 + \mathrm{rot}_1\mathrm{rot}_0) + \ldots
\end{aligned} \qquad (14)$$

Подставляя (14) в (4), получим:

$$\begin{aligned}
&(\mathrm{rot}_0\mathrm{rot}_0 + \chi_H\mathrm{rot}_1\mathrm{rot}_0 +\\
&\chi_H\mathrm{rot}_0\mathrm{rot}_1 + \ldots)(\mathbf{E}_0 + \chi_H\mathbf{E}_1 + \ldots) -\\
&-(\kappa_{00}^2 + \chi_H X + \ldots + \kappa^2\chi_H(\exp(i\mathbf{h}\mathbf{r}_0 + i\varphi(\mathbf{r}_1)) +\\
&\frac{\chi_{\overline{H}}}{\chi_H}\exp(-i\mathbf{h}\mathbf{r}_0 - i\varphi(\mathbf{r}_1))))(\mathbf{E}_0 + \chi_H\mathbf{E}_1 + \ldots) = 0.
\end{aligned} \qquad (15)$$

Здесь введено обозначение:

$$\varphi(\mathbf{r}_1) = \frac{\varepsilon_0}{m\chi_H}\mathbf{Hu}(m\mathbf{r}_1),$$

$$m = \frac{1}{HL\chi_H} = \frac{d}{2\pi L\chi_H}. \qquad (16)$$

Величина $1/m$ имеет смысл эффективной толщины деформированного слоя в масштабе $\mathbf{r}_1$. Возможность представить смещение как функцию масштаба $\mathbf{r}_1$ предполагает условие $m \sim 1$, т.е. число межплоскостных расстояний d на толщине нарушенного слоя должно быть порядка длины экстинкции Λ_{ext} в масштабе **r**:

$$\frac{L}{d} \sim \frac{1}{\chi_H} \sim \Lambda_{ext} \qquad (17)$$

Исходное приближение имеет вид:

$$\mathrm{rot}_0\mathrm{rot}_0\mathbf{E}_0 - \kappa_{00}^2\mathbf{E}_0 = 0. \qquad (18)$$

Решение (18) в ищется в виде:

$$\mathbf{E}_0 = \mathbf{e}_1c_1(\mathbf{r}_1)\exp(i\boldsymbol{\kappa}_{00}\mathbf{r}_0) + \mathbf{e}_2c_2(\mathbf{r}_1)\exp(i\boldsymbol{\kappa}_h\mathbf{r}_0) \qquad (19)$$

$\boldsymbol{\kappa}_h = \boldsymbol{\kappa}_0 + \mathbf{h}$,

где $\mathbf{e}_1$, $\mathbf{e}_2$ – единичные векторы, $c_1(\mathbf{r}_1)$, $c_2(\mathbf{r}_1)$ – амплитуды волн. Поле предполагается поперечным: $(\boldsymbol{\kappa}_{00},\mathbf{e}_1)=(\boldsymbol{\kappa}_h,\mathbf{e}_2)=0$. Приближение первого порядка по χ_H приводит к уравнению:

$$\begin{aligned}
&\mathrm{rot}_0\mathrm{rot}_0\mathbf{E}_1 - \kappa_{00}^2\mathbf{E}_1 =\\
&-(\mathrm{rot}_1\mathrm{rot}_0 + \mathrm{rot}_0\mathrm{rot}_1)\mathbf{E}_0 + X\mathbf{E}_0 +\\
&\kappa^2\exp(i\mathbf{h}\mathbf{r}_0 + i\varphi(\mathbf{r}_1))\mathbf{E}_0 +\\
&\kappa^2\frac{\chi_{\overline{H}}}{\chi_H}\exp(-i\mathbf{h}\mathbf{r}_0 - i\varphi(\mathbf{r}_1))\mathbf{E}_0.
\end{aligned} \qquad (20)$$

Отсюда

$$\begin{aligned}
&\mathrm{rot}_0\mathrm{rot}_0\mathbf{E}_1 - \kappa_{00}^2\mathbf{E}_1 =\\
&(i2(\nabla_1c_1,\boldsymbol{\kappa}_{00}) + Xc_1)\mathbf{e}_1\exp(i\boldsymbol{\kappa}_{00}\mathbf{r}_0) +\\
&\kappa^2\frac{\chi_{\overline{H}}}{\chi_H}c_2\mathbf{e_2}\exp(-i\varphi(\mathbf{r}_1))\exp(i\boldsymbol{\kappa}_{00}\mathbf{r}_0) +\\
&\kappa^2c_1\mathbf{e}_1\exp(i\varphi(\mathbf{r}_1))\exp(i\boldsymbol{\kappa}_h\mathbf{r}_0) +\\
&\mathbf{e}_2(i2(\nabla_1c_2,\boldsymbol{\kappa}_h) + Xc_2)\exp(i\boldsymbol{\kappa}_h\mathbf{r}_0) +\\
&+\kappa^2\frac{\chi_{\overline{H}}}{\chi_H}\exp(i(\boldsymbol{\kappa}_{00}-\mathbf{h})\mathbf{r}_0)\exp(-i\varphi(\mathbf{r}_1))c_1\mathbf{e}_1 +\\
&\kappa^2\exp(i(\boldsymbol{\kappa}_h+\mathbf{h})\mathbf{r}_0)\exp(i\varphi(\mathbf{r}_1))c_2\mathbf{e}_2.
\end{aligned} \qquad (21)$$

Исключение секулярных членов из (21) приводит к следующей системе:

$$\begin{cases}
(i2(\nabla_1c_1,\boldsymbol{\kappa}_{00}) + Xc_1)\mathbf{e}_1 +\\
\kappa^2\frac{\chi_{\overline{H}}}{\chi_H}\exp(-i\varphi(\mathbf{r}_1))c_2\mathbf{e}_2 = 0\\
(i2(\nabla_1c_2,\boldsymbol{\kappa}_h) + Xc_2)\mathbf{e}_2 + \kappa^2\exp(i\varphi(\mathbf{r}_1))c_1\mathbf{e}_1 = 0
\end{cases} \qquad (22)$$

Согласно [3], необходимо потребовать обращения в ноль проекций уравнений (22) на вектора $\mathbf{e}_1$ и $\mathbf{e}_2$. Тогда из (22) получим систему:

$$\begin{cases}
i2(\nabla_1c_1,\boldsymbol{\kappa}_{00}) + Xc_1 +\\
\kappa^2\frac{\chi_{\overline{H}}}{\chi_H}\eta\exp(-i\varphi(\mathbf{r}_1))c_2 = 0\\
i2(\nabla_1c_2,\boldsymbol{\kappa}_h) + \kappa^2\eta\exp(i\varphi(\mathbf{r}_1))c_1 + Xc_2 = 0
\end{cases} \qquad (23)$$

где

$$\eta = (\mathbf{e}_1\mathbf{e}_2) = \begin{cases}1 - \text{для } \sigma - \text{поляризации}\\ \cos 2\theta - \text{для } \pi - \text{поляризации}\end{cases}$$

Параметр $X = 2(\boldsymbol{\kappa}_{00}\boldsymbol{\kappa}_{01})$, согласно [3], выражается через отклонение от точного брэгговского угла $\Delta\theta$ следующим образом:

$$X = \frac{\gamma_0\kappa_{00}^2\beta_H}{(\gamma_h - \gamma_0)\chi_H} \qquad (24)$$

Здесь γ_0 и γ_h – направляющие косинусы волновых векторов $\boldsymbol{\kappa}_0$ и $\boldsymbol{\kappa}_h$, $\beta_H = -2\Delta\theta\sin 2\theta$.

Уравнения (23) описывают изменения амплитуд волн в масштабе $\mathbf{r}_1$ в области

брэгговского отражения. Амплитуды оказываются медленно меняющимися величинами. Это условие фактически является основой формализма теории Такаги [3]. В таком случае система (23) должна рассматриваться как прямая аналогия уравнениям Такаги [3]. Покажем это. В (23) сделаем подстановку

$$c_1 \to c_1 \exp(i\mathbf{a}\mathbf{r}_1),\ c_2 \to c_2 \exp(i\mathbf{a}\mathbf{r}_1),$$

где $\mathbf{a}$ – постоянный вектор, направленный по нормали к поверхности кристалла: $\mathbf{a} = a\mathbf{n}$. Вектор $\mathbf{a}$ выберем так, чтобы параметр X не входил в первое из уравнений системы (23):

$$a = \frac{X}{2\kappa_{00}\gamma_0}.$$

Уравнения (23) преобразуются к виду:

$$\begin{cases} i2(\nabla_1 c_1, \boldsymbol{\kappa}_{00}) + \kappa^2 \dfrac{\chi_{\bar{H}}}{\chi_H}\eta\exp(-i\varphi(\mathbf{r}_1))c_2 = 0 \\ i2(\nabla_1 c_2, \boldsymbol{\kappa}_h) + \kappa^2\eta\exp(i\varphi(\mathbf{r}_1))c_1 \\ -\dfrac{\kappa_{00}^2\beta_H}{\chi_H}c_2 = 0 \end{cases} \quad (25)$$

В частном случае компланарной дифракции в плоскости (*xz*), нормальной к поверхности кристалла, градиент в (25) приобретает вид

$$\nabla_1 = \frac{\partial}{\partial x_1} + \frac{\partial}{\partial z_1}.$$

Если к тому же предположить, что поле смещений в (25) зависит лишь от координат *x*, *z* в плоскости падения, то (25) переходит в уравнения Такаги, записанные в масштабе $\mathbf{r}_1 = \chi_H\mathbf{r}$.

Таким образом, представленный здесь формализм приводит в частном случае к уравнениям Такаги [3]. При этом такой переход предполагает выполнение ключевого условия (17). Это значит, что указанное соответствие справедливо лишь для полей смещений, изменение которых происходит в области, сравнимой с длиной экстинкции.

Ясно, что система (25) имеет более общая, нежели уравнения Такаги, поскольку она получена без дополнительных ограничений, связанных с отбрасыванием вторых производных амплитуд поля по координатам.

Получим из (23) коэффициент отражения для полубесконечного кристалла. Решение (23) для $c_1(\mathbf{r}_1)$ по аналогии с [1, 2] имеет вид:

$$c_1(\mathbf{r}_1) = c\exp(i\mathbf{P}(\mathbf{r}_1)\mathbf{r}_1), \quad (26)$$

где константа *c* определяется из граничных условий. Тогда $c_1(\mathbf{r}_1)$ согласно (23) равно:

$$c_2(\mathbf{r}_1) = \frac{\chi_H}{\kappa^2\chi_{\bar{H}}}(2(\nabla_1(\mathbf{P}\mathbf{r}_1)\boldsymbol{\kappa}_{00}) - X)\times \quad (27)$$

$$\exp(i\mathbf{P}\mathbf{r}_1)\exp(i\varphi(\mathbf{r}_1))c = \alpha c$$

Волновое поле формально соответствует идеальному кристаллу:

$$\mathbf{E} = \exp(i\mathbf{P}\mathbf{r}_1)(\exp(i\boldsymbol{\kappa}_{00}\mathbf{r}) + \alpha\exp(i\boldsymbol{\kappa}_h\mathbf{r}))c\mathbf{e} \quad (28)$$

Схема решения граничной задачи остается неизменной. Вследствие этого можно воспользоваться соотношениями для амплитуд, полученными в [3]. В итоге получаются формулы, аналогичные формулам Френеля:

$$c = \frac{2(\mathbf{n},\boldsymbol{\kappa})}{(\mathbf{n},\boldsymbol{\kappa}_0 + \chi_H\mathbf{P}(\chi_H\mathbf{r}_s)) + (\mathbf{n},\boldsymbol{\kappa})}c^0 \quad (29)$$

$$c_R = \frac{(\mathbf{n}\boldsymbol{\kappa}) - (\mathbf{n},\boldsymbol{\kappa}_0 + \chi_H\mathbf{P}(\chi_H\mathbf{r}_s))}{(\mathbf{n},\boldsymbol{\kappa}_0 + \chi_H\mathbf{P}(\chi_H\mathbf{r}_s)) + (\mathbf{n}\boldsymbol{\kappa})}c^0 \quad (30)$$

$$c_h^0 = \frac{(\mathbf{n},\boldsymbol{\kappa}_h + \chi_H\mathbf{P}(\chi_H\mathbf{r}_s)) - (\mathbf{n},\boldsymbol{\kappa}_{hR})}{(\mathbf{n},\boldsymbol{\kappa}_h^0) - (\mathbf{n},\boldsymbol{\kappa}_{hR})}\times \frac{2(\mathbf{n},\boldsymbol{\kappa})}{(\mathbf{n},\boldsymbol{\kappa}_0 + \chi_H\mathbf{P}(\chi_H\mathbf{r}_s)) + (\mathbf{n},\boldsymbol{\kappa})}\alpha c^0 \quad (30)$$

Здесь $\mathbf{n}$ – единичный вектор, направленный по нормали к поверхности в кристалл, $\boldsymbol{\kappa}, c^0$ и $\boldsymbol{\kappa}_h^0, c_h^0$ – волновые вектора и амплитуды падающей и дифрагированной волн, соответственно, c_R – амплитуда зеркально отраженной волны, $\boldsymbol{\kappa}_{hR}$ – волновой вектор дифракционной волны, зеркально отраженной от нижней стороны границы раздела кристалл-вакуум. Индекс 0 означает, что значения указанных величин относятся к внешней среде. Вектор $\mathbf{r}_s$ лежит в плоскости раздела кристалл-вакуум. В (29)-(31) мы вернулись к исходной безразмерной переменной $\mathbf{r}$.

Формулы (29)-(31) решают задачу определения амплитуд полей для произвольных углов падения, в том числе и вблизи критических углов ПВО. В частности, из (31) следует формула для коэффициента отражения:

$$R = \left|\frac{c_h^0}{c^0}\right|^2 \cdot \frac{(\mathbf{n}\boldsymbol{\kappa}_h^0)}{(\mathbf{n}\boldsymbol{\kappa})} \quad (32)$$

В частном случае больших углов падения формула (32) упрощается и из (31) следует выражение для коэффициента отражения, которое можно получить из уравнений Такаги:

$$R = \left|\frac{c_h^0}{c^0}\right|^2 \cdot \frac{(\mathbf{n}\boldsymbol{\kappa}_h^0)}{(\mathbf{n}\boldsymbol{\kappa})} = |\alpha|^2\frac{\gamma_H}{\gamma_0} \quad (33)$$

1. Дышеков А. А. Металлофизика и новейшие технологии. **32**, № 1. С.13 (2010).
2. Дышеков А.А. Поверхность. Рентген. синхротрон. и нейтрон. иссл. №11. С.1-10. (2010).
3. Takagi S. Acta Crystall. 1962. **15**. P.1311 (1962).
4. Найфэ. А. Введение в методы возмущений. М. Мир. 536 с. (1984).

Оптимизация параметров получения и обработки томографических данных при малых значениях соотношения «сигнал/шум»

А.В. Бузмаков[1], В.Е.Асадчиков[1], Д.А. Золотов[1], М.В. Чукалина[1]
[1] *Институт кристаллографии им А.В. Шубникова РАН, Москва, Россия*
e-mail: buzmamkov@gmail.com

Рентгеновская микро-томография является удобным и широко используемым исследовательским инструментом на лабораторных и синхротронных источниках рентгеновского излучения. Обычно микро-томография используется для исследования структуры стационарных объектов, когда время проведения измерения и дозы облучения объекта не очень важны. Это позволяет получить достаточное количество рентгеновских снимков (проекций) с хорошим соотношением сигнал-шум (SNR) каждой из них.

Но в последние несколько лет мы входим в эпоху время-разрешающей томографии (4D-томография). Для изучения процессов протекающих в исследуемом объекте (достижения временного разрешения) мы должны непрерывно получать томограммы объекта, и балансировать между числом измеренных проекций и временем экспозиции для каждой проекции. Если при фиксированном потоке фотонов время каждой экспозиции слишком мало, то SNR для каждой проекции будет низким. Это приводит к неприемлемо высокому уровню шума на реконструированных томограммах. Увеличение же времени экспозиции каждой проекции приводит к уменьшению количества зарегистрированных проекций, что влечёт деградацию пространственного разрешения.

В этой работе мы предоставляем оценку оптимальных параметров проведения эксперимента для получения высококачественных время-разрешающих томограмм на лабораторных рентгеновских источниках и некоторых источниках синхротронного излучения. Более того, мы сравниваем качество реконструкции на основе зашумлённых томографических данных различными алгоритмами восстановления. Мы показываем, что нелинейные шаги регуляризации в алгебраическом методе реконструкции могут значительно улучшить детализацию и чувствительность рентгеновской микро-томографии.

Эта работа выполнена при поддержке грантами РФФИ 13-07-00970, 13-07-12179, 13-02-00552.

Особенности цифровой обработки топографических изображений дефектов структуры монокристаллов

В.А. Ткаль, И.А. Жуковская, Т.Д. Иванова, Ю.А. Мягкова
Санкт-Петербургский государственный экономический университет (Новгородский филиал)
Великий Новгород, Россия
e-mail: Valery.Tkal@yandex.ru

Экспериментальный топографический контраст, содержащий изображения дефектов структуры исследуемого монокристалла и зафиксированный на ядерных фотопластинках, в ряде случаев не может быть полностью и правильно расшифрован. Это обусловлено зашумляющими контраст факторами, к которым относятся его слабая контрастность, фоновая неоднородность и зернистость фотоэмульсии. Цифровая обработка экспериментального контраста, основанная на анализе яркостных или частотных характеристик, может быть применена для повышения его качества и устранения основных зашумляющих факторов. Это позволяет повысить надежность идентификации дефектов структуры и их локализации в объеме монокристалла. При расшифровке экспериментального контраста с зашумляющими факторами трудно, а в ряде случаев невозможно, разделить изображения близко расположенных дефектов структуры и однозначно определить их физическую природу [1]. Надежная расшифровка контраста и идентификация дефектов структуры достигается сопоставлением подвергнутого цифровой обработке экспериментального контраста с теоретически рассчитанным.

В данной работе проводится анализ топографических изображений, полученных рентгеновской топографией на основе эффекта Бормана (метод РТБ) для различных монокристаллов (Si, 6H-SiC). В этом методе контраст, формируемый дефектами структуры различного типа, имеет вид розеток интенсивности, форма и количество лепестков которых зависит от типа дефекта и его расположения в объеме монокристалла, а размеры – от типа монокристалла. Моделирование теоретического контраста проводилось с помощью модифицированных уравнений Инденбома-Чамрова [2].

На рис. 1 представлен теоретический контраст для микродефектов типа "внедрения" при различном их расположении в объеме монокристалла. Изображения микродефектов типа "вакансия" имеют противоположный контраст.

В работе [3] для метода РТБ предложена методика определения для различных монокристаллов предельного расстояния, на которых возможно визуальное разрешение близкорасположенных дефектов, поля деформаций которых перекрываются.

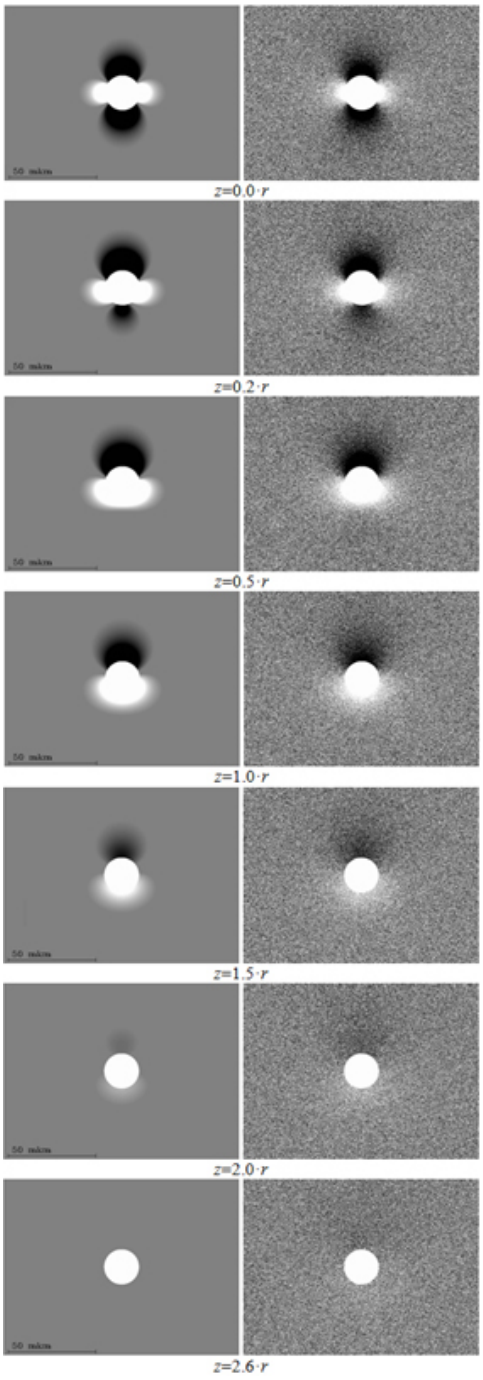


Рис.1. Теоретическое изображение микродефекта типа «внедрения» и результат его «оптимального» зашумления при различной глубине залегания *z* в монокристалле 6H-SiC

Методика основана на сопоставлении экспериментального контраста с теоретическим и включает в себя следующие 4 этапа.

На **1 этапе** проводится моделирование по модифицированным уравнениям Инденбома-Чамрова теоретического контраста дефектов различного типа при различном их расположении друг относительно друга и по глубине [2].

На **2 этапе** проводится наложение на теоретический контраст основных видов зашумляющих факторов с максимально возможной подгонкой его под экспериментальный (рис. 1 и 2) [3].

На **3 этапе** с целью устранения зашумляющих факторов проводится цифровая обработка зашумленного теоретического и экспериментального контраста одним из цифровых методов [1,4].

На **4 этапе** проводится визуальное сопоставление обработанных изображений и идентификация дефектов структуры с учетом их расположения в объеме монокристалла.

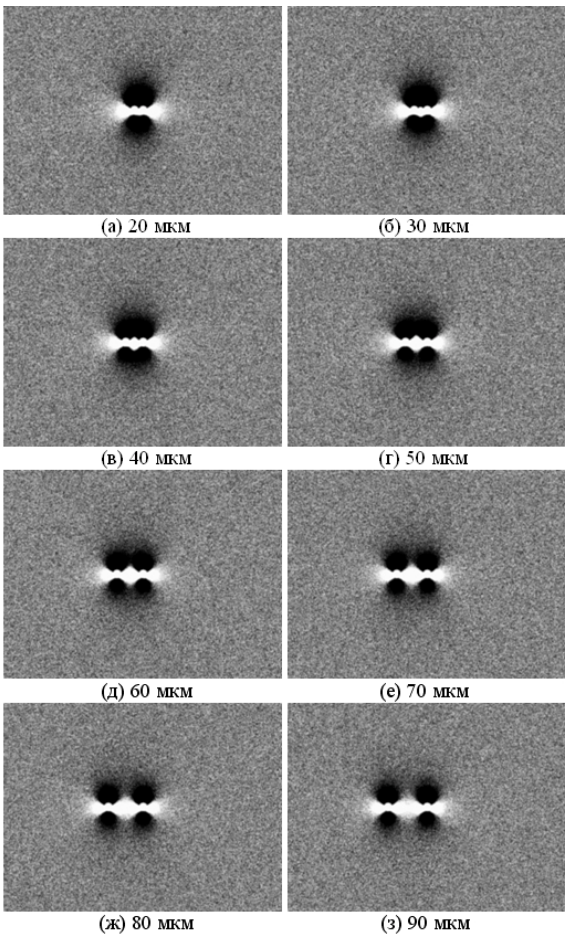


Рис.2. Теоретические изображения двух близкорасположенных микродефектов типа «внедрения» в монокристалле SiC при различном расстоянии между ними (r = 10мкм, $z = 0{,}2 \cdot r$)

В случае несоответствия обработанных теоретических и экспериментальных изображений можно заново повторить построение теоретического контраста дефектов с другими параметрами моделирования, зашумление и цифровую обработку.

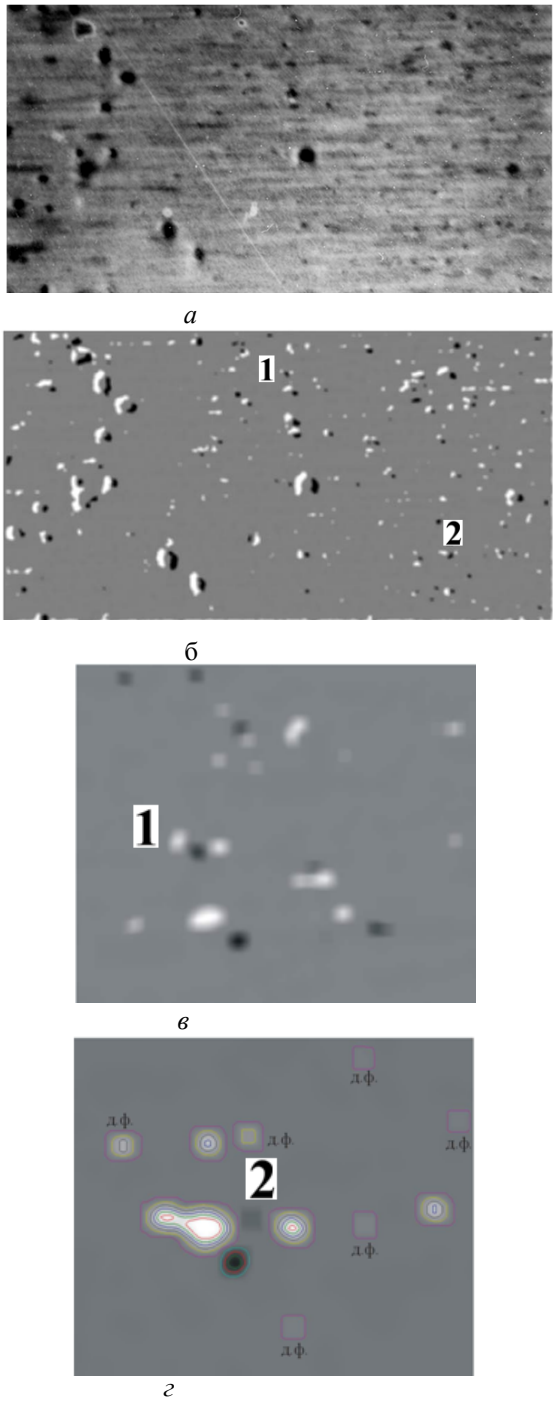
Розетки контраста интенсивности от двух близкорасположенных микродефектов в 6H-SiC в отражённом пучке лучей, смоделированные с учётом «зашумляющих» факторов и релаксации напряжений на поверхности, в качестве примера представлены на рис. 2.

Расчёт проводился для сферических включений радиусом r = 10 мкм при глубине их залегания $z = 0.2 \cdot r$ и $\varepsilon = +1 \cdot 10^{-4}$. При расстоянии между центрами микродефектов больше 60 мкм розетки контраста рассматриваются как два отдельных изображения, а при меньших расстояниях происходит наложение контраста друг на друга, и идентификация дефектов при наличии сильной фоновой неоднородности может быть затруднена. Два и более близкорасположенных микродефектов с перекрывающимся контрастом могут быть приняты за один микродефект или за дефект другого типа.

Анализ результатов проведенных исследований позволяет сделать вывод, что расстояние различимости для двух близкорасположенных микродефектов зависит от:

1. величины ε;
2. свойств материала (экстинкционной длины Λ, длины вектора дифракции $\vec{g}$, тангенса угла Брэгга $tg\theta$);
3. глубины расположения включений.

В качестве примера на рис. 3,*а* представлен фрагмент топограммы монокристалла Si, полученный методом Чохральского и содержащий микродефекты различного типа. На топограмме надежно фиксируется небольшая группа микродефектов большого размера. Часть анализируемого контраста трудно отнести к изображениям микродефектов. Дефекты с размерами меньше зерна фотоэмульсии, а она в нашем случае составляла 3 мкм или соизмеримые с ней визуально не регистрировались. Устранение методами цифровой обработки фоновой неоднородности и зернистости (рис. 3,*б*) позволяет выявить на топограмме значительно большее количество микродефектов различного типа и размеров, которые имеют вид одно–, двух– и трехлепестковых розеток интенсивности. Сопоставление полученного обработанного контраста с данными ИК-микроскопии (разрешение ИК-микроскопа 1 мкм) позволило установить, что методом РТБ можно выявить микродефекты размером 2–5 мкм, которые ранее без применения цифровой обработки топографического контраста не выявлялись [1].



а

б

в

г

Рис. 3. Фрагмент топограммы Si и результат ее цифровой обработки: *а* – исходный контраст; *б* – устранения фоновой неоднородности и зернистости; *в* – трехлепестковая розетка – микродефект **1**; *г* – скопление микродефектов – **2**; д.ф. – дефект фотоэмульсии

Микродефекты, обозначенные на рис.3,*б* цифрами **1** и **2**, интерпретировались топографистами как трехлепестковые розетки интенсивности. Более детальный анализ подвергнутого цифровой обработке фрагмента топограммы и представление изображений дефектов в различном виде (трехмерных графиков, областей равного контраста, профилей интенсивности и т.д.) позволило надежно установить, что дефект **1** действительно может быть идентифицирован как трехлепестковая розетка (рис. 3,*в*). Дефект **2** представляет собой контраст, формируемый четырьмя близко расположенными однолепестковыми розетками, три из которых имеют белый контраст и идентифицируются как микродефекты типа "внедрения", а четвертая розетка – черный и представляет собой микродефект типа "вакансия" (рис. 3,*г*).

Таким образом, реальный анализируемый контраст в ряде случаев на фоне зашумляющих факторов может быть на практике неправильно расшифрован, что приводит к неправильной идентификации дефектов структуры. Применение цифровой обработки экспериментального топографического контраста, формируемого дефектами структуры различного типа, позволяет надежно выявить и идентифицировать большее количество дефектов и получить большую информацию о структурном совершенстве исследуемого монокристалла, а также расширить возможности топографических методов.

Сказанное выше можно перенести на экспериментальный поляризационно-оптический контраст, для которого в отличие от топографического в большей степени характерна сильная фоновая неоднородность.

Работа выполнена в Совместной с ФТИ им. А. Ф. Иоффе РАН научно-учебной лаборатории "Компьютерные технологии в дифракционной диагностике материалов" при Филиале Санкт-Петербургского государственного экономического университета в г. Великий Новгород.

[1] Ткаль В.А., Окунев А.О., Емельянов Г.М., и др. Вейвлет-анализ топографических и поляризационно-оптических изображений дефектов структуры монокристаллов. Великий Новгород: НовГУ им. Ярослава Мудрого, 397 с. (2006).

[2] Данильчук Л.Н., Окунев А.О., Ткаль В.А. Рентгеновская дифракционная топография дефектов в кристаллах на основе эффекта Бормана // НовГУ им. Ярослава Мудрого. Великий Новгород, 2006. 493 с.

[3] Ткаль В.А., Дзюба И.В., Данильчук Л.Н. Поверхность. Рентген. синхротр. и нейтр. исслед. № 10. С. 59 (2009).

[4] В.А. Ткаль, А.О. Окунев, И.А. Жуковская. Яркостный и частотный анализ изображений дефектов структуры. LAP LAMBERT Academic. 2012. 385 с.

Периодически структурированный рентгеновский волновод с переменной толщиной щели

Л.И. Огнев,[1] I. Bukreeva[2], S. Lagomarsino[2]
[1]*НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия*
[2]*Institute for Chemical-Physical Processes, Rome, Italy*
e-mail: liognev@gmail.com

Исследовано влияние непараллельности стенок рентгеновского волновода, одна из которых содержит периодическую структуру, на пропускание рентгеновского излучения.

Прохождение рентгеновских пучков через тонкие вакуумные и диэлектрические каналы рассматривалось в работах [1, 2]. В рамках теоретического подхода, численного моделирования и экспериментально показано, что периодическая структура налагает дополнительное условие на эффективность прохождения электромагнитной волны через вакуумный зазор рентгеновского волновода [3, 5], названному в публикации [5] «сверхрезонансом». В данном случае непараллельность стенок волновода приводит к тому, что условия продольного резонанса выполняются только на ограниченном расстоянии от входа волновода.

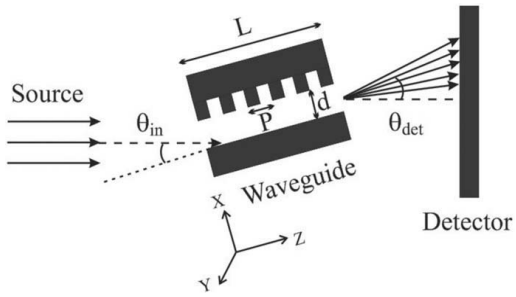


Рис. 1. Схема рентгеновского структурированного волновода со стенкой, содержащей периодическую решётку. Рентгеновский пучок падает на стенку волновода под углом θ_{in}. L – длина волновода, d – ширина вакуумного зазора, P – период решётки на одной из стенок. θ_{det} – углы дифракции, измеренные по отношению к падающему пучку. Волновод образован кремниевыми пластинами.

В волноводах с периодической структурой с параллельными стенками пропускание максимально для волноводных мод, отвечающих фазовому синхронизму пульсаций интенсивности рентгеновского излучения с периодической структурой. Причём синхронизм имеет место при определённых размерах «эффективной вакуумной щели» (геометрические размеры плюс глубина проникновения излучения в вещество $\lambda / \pi\theta_F$, где θ_F - критический (френелевский) угол), которые удовлетворяют соотношению «сверхрезонанса» [5]

$$d_{\text{eff}} = \frac{1}{2}\sqrt{\frac{\lambda[(m+1)^2 - 1]}{2}P},$$

где λ - длина волны рентгеновского излучения, m – номер волноводной моды.

При численном моделировании на входе в канал задавалась плоская рентгеновская волна с широким гауссовым профилем интенсивности. Для решения параболического уравнения использовался как метод конечных разностей, так и схема расщепления [4] с последовательным учётом на каждом шаге вдоль оси волновода дифракции и изменения фазы волны за счёт рефракции.

Поле внутри волновода, главным образом, определяется основной модой, возбуждаемой при малых углах влёта входного пучка, которая сильно связана с соответствующей дополнительной модой, сфазированной с периодической структурой. Зависимость коэффициента пропускания рентгеновского излучения с энегией 8 keV через структурированный волновод с параллельными стенками приведена на Рис. 2.

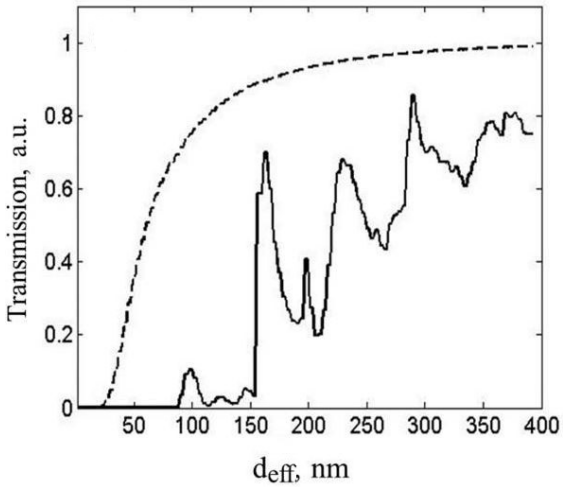


Рис. 2. Численное моделирование зависимости коэффициента пропускания для гладкого рентгеновского волновода (штриховая линия) и структурированного волновода (сплошная линия) от эффективного поперечного размера вакуумного зазора d_{eff}. Энергия падающих фотонов E_{inc} = 8 keV, длина L = 4 mm, период решётки P = 200 μm.

Картины дифракции выходного пучка в дальнем поле, как расчётные, так и экспериментальные, показывают, что волновод эффективно пропускает пучок только при малых углах влёта относительно его стенок, что определяется угловой фильтрацией пучка в структурированном рентгеновском волноводе. Интерференционные картины в щели волновода, соответствующие максимумам пропускания, показаны на Рис. 3.

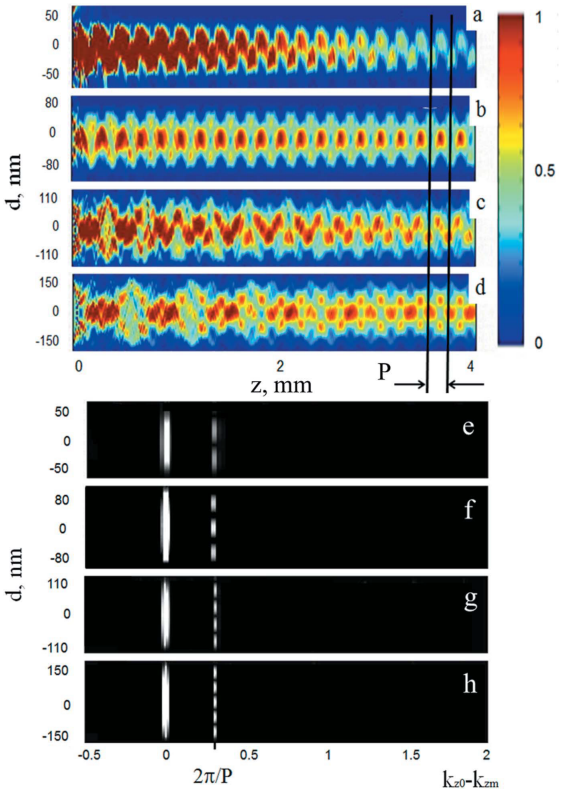


Рис. 3. *Вверху:* картины интерференции бегущих мод в щели волновода при размерах эффективной ширины зазора d_{eff} равных (a) 108 nm, (b) 176 nm, (c) 241 nm, (d) 305 nm. Цветовая шкала показывает интенсивность в произвольных единицах. *Внизу:* модовая структура поля, распространяющегося в волноводе, которая находится как Фурье преобразование поля вдоль оптической оси волновода (ось 0Z) при различных размерах эффективной вакуумной щели: (e) 108 nm, (f) 176 nm, (g) 241 nm, (h) 305 nm. Как и на предыдущем рисунке энергия падающих фотонов 8 keV, длина волновода L = 4 mm и период структуры на одной из стенок P = 200 mm.

Как видно из Рис. 3b, максимальное пропускание в структурированном канале имеет место при возбуждении основной моды и дополнительной высшей моды. Наибольшее пропускание имеет место при эффективной ширине канала 176 nm (геометрическая ширина зазора 164 nm) – дополнительная мода имеет 3 максимума поперёк канала и соответствует m=2.

Динамика вдоль продольной оси волновода для угловых спектров Фурье амплитуды электромагнитной волны в вакуумном структурированном канале d=164 nm с параллельными стенками показана на Рис. 4. На выходе наблюдается развитая картина модовой интерференции.

Угловые Фурье-спектры волны в расширяющемся волноводе с периодически модифицированной стенкой показаны на Рис. 5 в диапазоне линейного изменения зазора от d=158 до 178 nm. В отличие от волновода резонансной ширины с параллельными стенками (Рис. 4) видно, что структура спектра демонстрирует выход из условий резонанса на расстояниях z>2.5 mm и переход к режиму основной моды. При этом угловая расходимость пучка перестаёт осциллировать по мере прохождения волновода и принимает на выходе минимальное значение.

Для сравнения на Рис. 6. приведена динамика углового Фурье-спектра амплитуды волны в нерезонансном параллельном структурированном волноводе с вакуумным зазором d=158, а на Рис. 7 для сужающегося структурированного волновода от d=150 до 170 nm. В обоих случаях отмечается существенное обогащение углового спектра амплитуды волны, причём в сужающемся рентгеновском волноводе благодаря имеющейся области резонансной ширины обогащение спектра более выражено, а угловая ширина пучка на выходе превышает аналогичную для параллельного канала ширины 158 nm.

Динамика полного потока рентгеновского излучения в структурированном вакуумном канале показана на Рис. 8 для нулевого входного угла. Из рисунка видно, что в структурированном канале с параллельными стенками с резонансной шириной 164 nm (1) и расширяющемся канале 158 – 178 nm (4) наблюдается сходная картина эволюции полной интенсивности по мере проникновения пучка в канал. Случай канала нерезонансной ширины 158 nm (2) аналогичен случаю сужающегося канала 170 – 150 nm (3). При этом наличие в центре канала (3) области резонансной ширины замедляет потери излучения.

Таким образом, для структурированного канала с расширяющимся зазором ослабляются требования на точность изготовления рентгеновского фильтра. При этом расходимость выходного пучка соответствует основной моде, так как при выходе из условий резонанса дополнительная высшая m-мода начинает затухает быстрее, чем основная в $(m+1)^2$ раз [6].

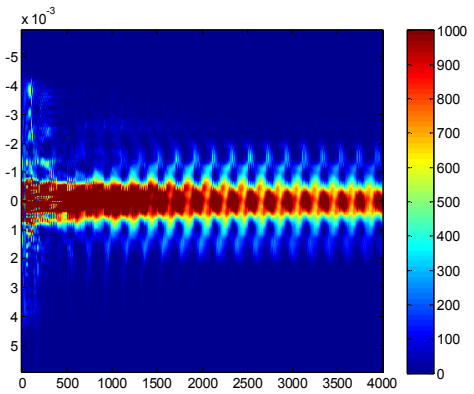


Рис. 4. Динамика вдоль оси структурированного волновода с шириной зазора d=164 nm углового Фурье-спектра волны при нулевом угле влёта.

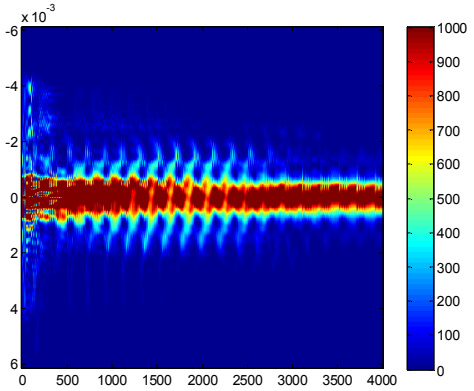


Рис. 5. То же, что и на Рис. 4 для расширяющегося структурированного волновода от d=158 до 178 nm

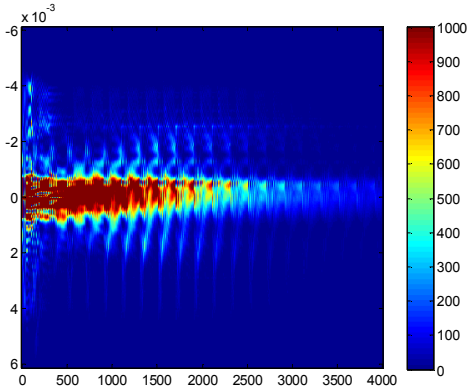


Рис. 6. То же, что и на Рис. 4 для параллельного структурированного волновода с вакуумным зазором d=158.

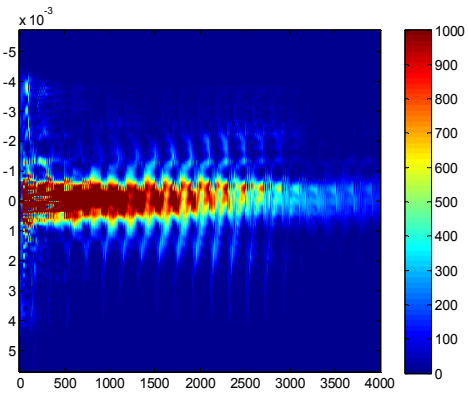


Рис. 7. То же, что и на Рис. 4 для сужающегося структурированного волновода от d=170 до 150 nm.

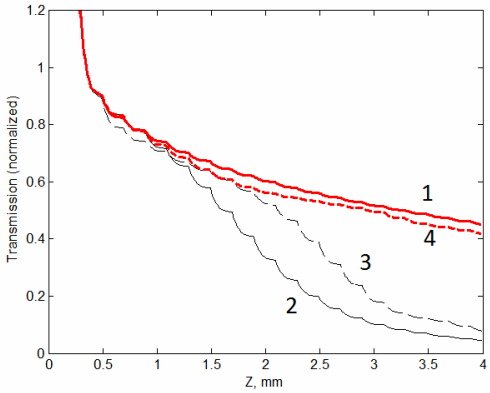


Рис. 8. Динамика по глубине интегральной интенсивности в структурированном канале с параллельными стенками шириной 164 nm (1) и ширине канала 158 nm (2). Сужающийся канал 170 – 150 nm (3). Расширяющийся канал 158 – 178 nm (4).

Работа частично поддержана грантом НШ-3328.2014.2 Президента РФ для государственной поддержки ведущих научных школ РФ.

[1] S. Lagomarsino, W. Jark, S. Di Fonzo, A. Cedola, B. Muller, P. Engstrom and C. Riekel, J. Appl. Phys. 79 , 4471 (1996).
[2] Y.P. Feng, S.K. Sinha, E.E. Fullerton, G. Grubel, D. Abemathy, D.P. Siddons, and J.B. Hastings, Appl. Phys. Lett. 67, 24 (1995).
[3] Bukreeva I., Cedola A., Sorrentino A., Pelliccia D., Asadchikov V., Lagomarsino S., Optics Letters, 36, 2602 (2011).
[4] Боброва Т.А., Огнев Л.И., ПЖТФ, 26, вып. 23, 1 (2000).
[5] I. Bukreeva, A. Sorrentino, A. Cedola, E. Giovine, A. Diaz, F. Scarinci, W. Jark, L. Ognev and S.Lagomarsino, J. Synchrotron Radiation (2013). 20, 691–697.
[6] Л.И.Огнев, ЖТФ, т. 80, вып. 11, 82–86 (2010).

Подавление высших гармоник рентгеновского излучения с помощью составных преломляющих рентгеновских линз

М.Поликарпов[1], И.Снигирева[2], А.Снигирев[2]
[1] *БФУ им. Канта, Калининград, Россия*
[2] *European Synchrotron Radiation Facility, Гренобль, Франция*
e-mail: polikarpov.maxim@mail.ru

На сегодняшний день, монохроматизированное излучение требуется для проведения большинства экспериментов на источниках синхротронного излучения (СИ). Выделение фиксированной длины волны из непрерывного спектра СИ осуществляется за счет использования двухкристальных монохроматоров и основано на законе Вульфа-Брэгга, что автоматически означает присутствие основной и высших гармоник в спектре рентгеновского излучения после монохроматора, причем интенсивности высших гармоник сравнимы с интенсивностью основной гармоники. Как следствие, подавление высших гармоник рентгеновского излучения является неотъемлемой частью экспериментов, где требуется специализированная, строго выделенная длина волны (например, XAFS).
Наиболее часто используемыми методиками для подавления высших гармоник рентгеновского излучения являются метод расстройки кристаллов монохроматора (позволяет подавить интенсивность 3-й гармоники более, чем в 100 раз) и использование рентгеновских зеркал скользящего падения (позволяют понизить содержание высших гармоник до 10^{-4} - 10^{-5} в случае использования зеркал в паре с расстройкой монохроматора). Существует, также, несколько других методов для подавления высших гармоник: использование ассиметричных изогнутых Лауэ-кристаллов кремния, отлично подходящих для XAFS-спектроскопии; подавление гармоник с помощью сегментации ондулятора, похожее по принципу на метод расстройки. Все вышеперечисленные методы, основанные, в большинстве своем, на использовании отражающих оптических элементов и кристаллов, имеют ряд существенных недостатков: они сложны в установке, настройке и получении экспериментального результата; они меняют направление распространения рентгеновского луча ввиду множественных отражений. Более того, в случае использования зеркал, качество поверхности и его угловая настройка должна быть практически идеальной. Метод расстройки монохроматора легче всего в использовании, но он часто не может дать желаемую степень подавления высших гармоник.

Мы предлагаем качественно новый метод, основанный на использовании преломляющих рентгеновских линз [1] в рентгеновских трансфокаторах [2], позволяющих непрерывно изменять фокусное расстояние путем добавления одной или нескольких обойм с линзами. Учитывая тот факт, что трансфокаторы сегодня широко используются на большинстве новых источников синхротронного излучения, применение к фильтрации высших гармоник существенно бы расширило список их возможных приложений. Фокусное расстояние составной преломляющей линзы (СПЛ) является энергозависимым [3]. Таким образом, использование внеосевого освещения линзы приводит к пространственному разделению спектра излучения после линзы. В результате, происходит фокусировка основной гармоники, а несфокусированное высокоэнергетическое излучение может быть подавлено с помощью экрана-поглотителя или щели. Соответствующий эксперимент был проведен на стэнде микрооптики (Micro-optics test bench) станции ID06 Европейского источника синхротронного излучения и был опубликован в [4]. Схема эксперимента представлена на **Рисунке 1.**

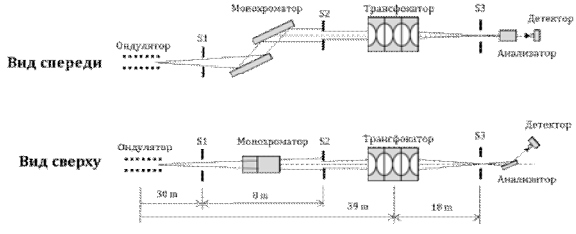


Рисунок 1. Схема эксперимента по подавлению высших гармоник с помощью СПЛ.

Ширина первичных щелей S1 для коллимации рентгеновского излучения перед монохроматором была задана равной 0.5 mm в вертикальном и горизонтальном направлениях. Затем, лучи с энергией 9 кэВ были отобраны Si (111) двухкристальным монохроматором.

Главная часть экспериментальной схемы – трансфокатор, установленный после монохроматора в оптической кабине. Так как трансфокатор состоит из обойм с различным числом бериллиевых параболических преломляющих линз, была использована конфигурация, где 9 линз радиусом R = 1 мм были установлены как одна СПЛ. Это позволило достичь желаемого расстояния от линзы до изображения L_2 = 18 m при энергии падающего излучения 9. Эффективная апертура D_{eff} такой СПЛ составила 1.6 мм.

Как уже было отмечено ранее, спектр рентгеновского излучения после монохроматизации Si (111) кристаллами монохроматора состоит из основной - 111 и высших гармоник – 333, 444 и т.д. Наибольший вклад в высокоэнергетическую составляющую вносит, в основном, третья гармоника с энергией 27 кэВ. После прохождения линз в трансфокаторе, основная гармоника (9 кэВ) будет сфокусирована на главную оптическую ось, в то время как высокоэнергетическое излучение (27 кэВ) пройдет вперед практически без изменения направления. Для пространственного разделения этих частей спектра было использовано внеосевое освещение линзы (**рисунок 2**), 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 $D_{eff}/2$ для обеспечения успешного разделения гармоник. Однако, ради гарантированной чистоты эксперимента, ширина щели S2 была задана равной 0.2мм в вертикальном и горизонтальном направлениях. Коллимационные щели S3 после трансфокатора 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 трансфокатора. Измерялись кривые качания основной (E = 9кэВ, угол Брэгга кристалла θ_B = 12.687^o) и третьей (E = 27кэВ, угол Брэгга кристалла θ_B = 4.194^o) гармоник. Измерения интенсивности производились с помощью PIN-диода, установленного после кристалла. Измерения были проделаны как с использованием внеосевого освещения линзы, так и без него.

Также, были проверены фокусирующие свойства трансфокатора. Для этого высокоразрешающая рентгеновская CCD-камера (размер пикселя составляет 0.56 мкм) была помещена в точке фокусировки. Размер изображения составил 16.7 мкм (полная ширина на полувысоте - ПШПВ) в вертикальном направлении, что соответствует размеру первичного источника (на выходе из ондулятора) 33 мкм (ПШПВ).

Кривые качания кристалла-анализатора для основной и третьей гармоник без использования внеосевого освещения изображены на **рисунке 3**. Аналогичные кривые качания кристалла-анализатора для основной и третьей гармоник в случае использования внеосевого освещения (вертикальное смещения щелей S2 на расстояние Δz = 0.3 мм от главной оптической оси) изображены на **рисунке 4.** Ширины щелей S2 и S3 были одинаковы и составили 0.2 мм в горизонтальном и вертикальном направлениях. Кривая качания (ПШПВ) 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 трансфокатора не ухудшает свойств падающего излучения.

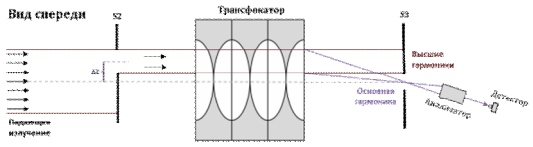


Рисунок 2. Оптическая схема подавления высших гармоник с использованием СПЛ.

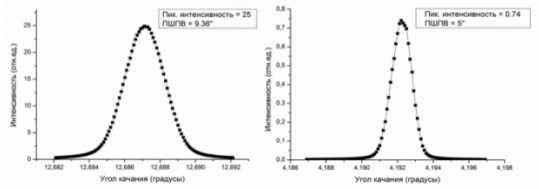


Рисунок 3. Кривые качания кристалла-анализатора (Si - 111) для основной гармоники (E = 9 кэВ), *слева*, и для третьей гармоники (E = 27 кэВ), *справа*, измеренные без вертикального смещения (Δz=0).

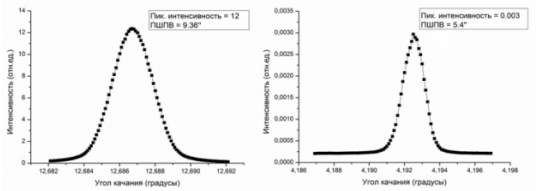


Рисунок 4. Кривые качания кристалла-анализатора (Si - 111) для основной гармоники (E = 9 кэВ), *слева*, и для третьей гармоники (E = 27 кэВ), *справа*, измеренные с вертикальным смещением Δz = 0.3 мм.

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 Δz = 0.3 мм; I_1 - пиковая интенсивность кривой качания кристалла-анализатора для 27 кэВ в случае отсутствия горизонтального смещения (Δz = 0 мм). Как видно из **рисунков 3 и 4,** удалось добиться подавления третьей гармоники до уровня 10^{-3} .

Аналогичные измерения были проведены для различных ширин щелей S3 и было выяснено, что степень подавления высших гармоник возрастает с уменьшением ширины щелей S3. Это объясняется тем, что излучение после трансфокатора 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}. В добавление, хотелось бы отметить, что в методе расстройки монохроматора отклонение второго кристалла на 0.0005^{o} из параллельной позиции позволяет снизить содержание третьей гармоники до 10^{-2} с понижением интенсивности основной гармоники в 1.5 раза. В результате, предложенный метод в паре с расстройкой монохроматора снижает содержание высших гармоник в спектре до 10^{-5}. Немаловажно, что преломляющие линзы могут использоваться в одной оптической схеме и для подавления гармоник и для различных типов синхротронных экспериментов, включая микро-фокусировку и микроскопию.

Метод расстройки монохроматора снижает содержание нежелательного излучения до 10^{-2}, а использование зеркал скользящего падения – до 10^{-4}-10^{-5}. Зеркала могут сохранять до 90% интенсивности основной гармоники и показывают такую же степень подавления высших гармоник, как и методика, предложенная нами, что делает зеркала эффективными в энергетическом диапазоне до 20 кэВ. Однако, стоит отметить, что при больших энергиях падающего излучения эффективность зеркал значительно снижается из-за уменьшения угла скольжения и их рабочей апертуры. Основанный на преломляющих линзах метод, предложенный в данной работе, напротив, эффективен в энергетическом диапазоне до 100 кэВ, что делает его предпочтительнее для использования. В дополнение, зеркала (как и любая отражательная оптика) изменяют направление распространение рентгеновских лучей, создавая дополнительные трудности для настройки экспериментальной схемы, а параметры рентгеновского пучка (например, когерентность) значительно ухудшаются из-за множественных отражений от поверхностей зеркал. Преломляющие линзы, напротив, не меняют направления распространения лучей и сохраняют когерентность лучей значительно лучше. Помимо всего вышесказанного, преломляющие линзы легки в установке, настройке и использовании для целей эксперимента.

В описанном выше эксперименте трансфокатор, ввиду дизайна станции ID06, был помещен в 39 метрах от источника (ондулятора), в результате чего дополнительные потери интенсивности были связаны с расходимостью пучка рентгеновских лучей. Однако, показанная схема подавления высших гармоник может быть реализована более эффективным способом на станциях, где трансфокатор расположен ближе к источнику. Более того, будущее поколение источников синхротронного излучения (MAX IV, NSLS-II) и обновленные источники синхротронного излучения III поколения (ESRF, Spring-8 и APS) обретут беспрецедентные яркость, когерентность и кардинально сниженный горизонтальный эммитанс. Это приводит к увеличению эффективности преломляющей оптики путем захвата всего пучка.

Данная методика может быть улучшена путем использования кольцевого освещения вместо внеосевого. Если вставить центральный поглотитель диаметром $2\times\Delta z$ перед линзой (**рисунок 5**), то это позволит удвоить интенсивность основной гармоники, сохраняя ту же степень подавления высших гармоник.

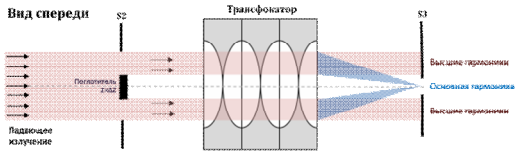


Рисунок 5. Схема подавления гармоник с использованием центрального поглотителя.

1. Snigirev, A., et al. Nature, 1996. **384**(6604): p. 49-51.
2. Snigirev, A., et al. Journal of Physics: Conference Series, 2009. **186**(1): p. 012073.
3. Bruno, L., et al. Journal of Physics D: Applied Physics, 2005. **38**(10A): p. A218.
4. Polikarpov, M., I. Snigireva, and A. Snigirev. Journal of Synchrotron Radiation, 2014. **21**(3).

Применение рентгеновской микроскопии для исследования многослойных структур

С. Медведева[1], И. Лятун[1], П. Ершов[1], А. Гойхман[1], И. Снигирева[1,2], А.Снигирев[1,2]
[1]*Балтийский Федеральный Университет им. И. Канта, Калининград, Россия*
[2]*Европейский Центр Синхротронного Излучения, Гренобль, Франция*
e-mail: smedvedeva@innopark.kantiana.ru

Рентгеновские методы исследования с использованием синхротронного излучения - мощные неразрушающие инструменты исследования во многих областях науки. Сегодня на источниках синхротронного излучения во всем мире все большее внимание уделяется развитию методов рентгеновской микроскопии на основе дифракционной и рефракционной оптики. Наиболее актуальные работы в данной области посвящены исследованию биологических объектов [1] и фотоэлементов [2]. Такие методы условно можно разделить на два направления: проекционные и зондовые методы. Проекционные методы позволяют изучать внутреннюю структуру вещества [3], а зондовые – проводить локальные исследования [4]. Для проведения исследований в обоих режимах необходима фокусировка излучения.

Для фокусировки излучения мы использовали составные преломляющие линзы (CRL) [5,6].

Такой элемент рентгеновской оптики обладает целым рядом преимуществ [7,8]: простота настройки оптической схемы; высокая эффективность в широком диапазоне энергий; эффективная коллимация и фокусировка рентгеновского излучения; возможность плавного изменения фокусного расстояния, благодаря использованию трансфокаторов.

В данной работе были исследованы две многослойные структуры, состоящие из трех пар слоёв ZrO_x/SiO_2 с толщиной каждого слоя 500 нм и 200 нм соответственно. Структуры были изготовлены методом ионно-плазменного напыления в научно-образовательном центре «Функциональные наноматериалы» Балтийского Федерального Университета им. И. Канта, Россия [9]. На рисунке 1 представлено схематическое изображение.

Структура с толщиной слоя 500нм была изучена с помощью метода просвечивающей и сканирующей рентгеновской микроскопии. Дополнительно, в режиме просвечивающей рентгеновской микроскопии была изучена аналогичная многослойная структура, но с толщиной каждого слоя 200нм. Все рентгеновские измерения проводились на станции ID06 в Европейском Центре Синхротронного Излучения (г. Гренобль, Франция).

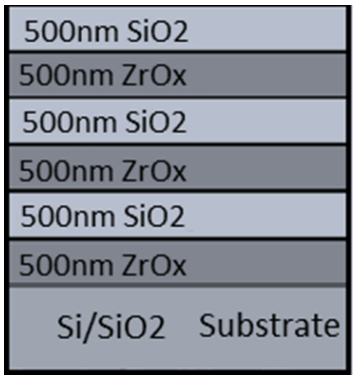


Рис 1. Схематическое изображение исследуемых структур.

На рисунке 2 представлена схема проведения экспериментов в режиме рентгеновской сканирующей микроскопии. Монохроматический пучок рентгеновского излучения с энергией 17кэВ был сфокусирован с помощью четырнадцати кремниевых линз с радиусом закругления 6.25 мкм.

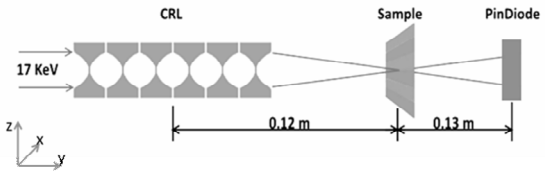


Рис 2. Экспериментальная схема для режима сканирующей рентгеновской микроскопии

За линзами, на расстояние 12 см, помещался исследуемый образец. Далее, за исследуемым объектом, на расстояние 13 см, устанавливался нульмерный полупроводниковый детектор (PinDiode) с активной областью детектирования 1см*1см. Профиль поглощения исследуемой структуры был прописан посредством сканирования образца вдоль оси Z. Для установки многослойной структуры точно в фокус линзы было проведено сканирование многослойной структуры около фокуса путем перемещения линз вдоль оси Y.

На рисунке 3 представлена экспериментальная схема для режима просвечивающей микроскопии. Для этого эксперимента энергия используемого излучения составляла 15 кэВ. За образцом, на расстояние около 30 см, помещался набор из 31 Be линзы с радиусом кривизны 50 мкм. За линзами, на

расстояние 14 метров, устанавливался высокоразрешающая рентгеновская камера (FRELON A39), с размером пикселя 0,55мкм и количеством пикселей 2048x2048.

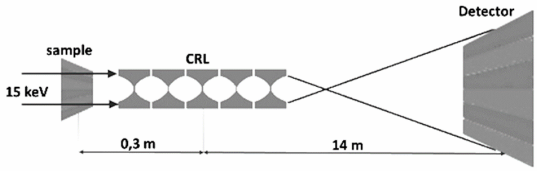


Рис 3. Экспериментальная схема для режима просвечивающей рентгеновской микроскопии

Расстояния образец-линза, линза-детектор были рассчитаны по формуле тонкой линзы (1):

$$1/a+1/b=1/f \quad (1),$$

где f – фокусное расстояние линзы, a- расстояние от образца до линзы, b – расстояние от линзы до детектора.

В результате проведенных исследований многослойной структуры ZrOx/SiO2 с толщиной слоя 500нм в режиме рентгеновской сканирующей микроскопии был получен профиль поглощения излучения в исследуемой структуре (рис 4).

На данной кривой имеется три максимума и три минимума. Было определено, что расстояние между максимумами соответствует периоду исследуемой структуры: минимумы соответствуют слою ZrOx, а максимумы – слою SiO2. Следует обратить внимание, что исследование структуры в этом режиме проводилось без какой-либо специальной подготовки (утонения) образца.

На рисунке 5, 6 представлен профиль сканирования по глубине фокуса линзы и схематическое изображение хода лучей в структуре при таком сканировании. Сканирование проводилось при позиционировании рентгеновского пучка в среднем слое ZrOx. Минимум на данной кривой соответствует положению фокуса в центре многослойной структуры, т.к. сканирование образца проводилось при фокусировке на слое ZrOx.

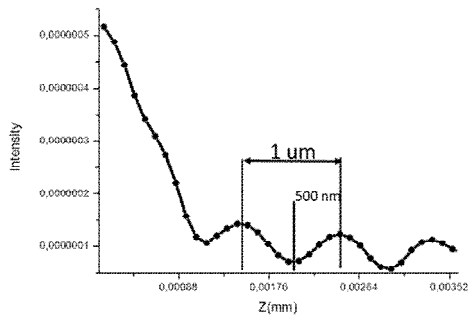


Рис 4. Профиль поглощения излучения многослойной структуры ZrOx/SiO2.

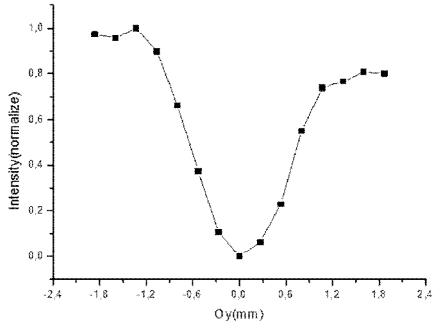


Рис 5. Профиль сканирования по глубине линзы.

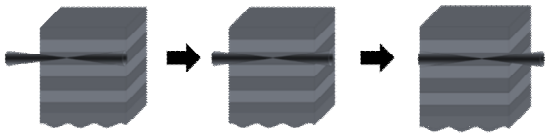


Рис 6. Схема хода лучей при сканирование по глубине образца

Из полученных данных можно сделать вывод о применимости многослойных периодических структур с толщиной слоя 200-500 нм в качестве тестовых структур для определения разрешения оптической схемы и настройки рентгеновского нанозонда.

В результате исследований многослойных структур с толщиной слоя 500нм и 200нм в режиме рентгеновской просвечивающей микроскопии была получена серия изображений с увеличением 46 раз (рис 7).

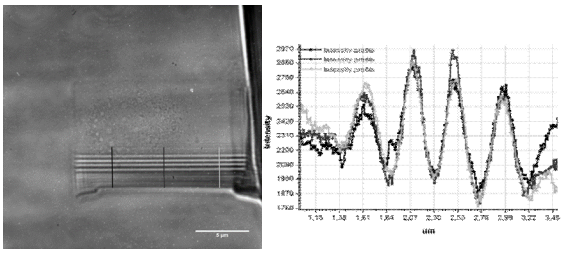


Рис 7. Изображение (а) и профиль интенсивности (б) структуры с толщиной слоя 200 нм

Для исследования образцов с помощью такого типа микроскопии была проведена специальная подготовка: образцы были утонены с помощью методики травления сфокусированным ионным пучком (FIB), в результате чего были получены структуры размером 10x10x1,5мкм (рис. 8). Такая подготовка образцов обусловлена необходимостью наличия ровных краев структуры для устранения размытия наблюдаемой картины за счет набегания дополнительного фазового контраста на ее краях в когерентном излучении. Стоит отметить, что благодаря фазовому контрасту на многослойной структуре мы различили абсорбционный

контраст 0,2% (по теоретической оценке), который получился равным 27%.

На основании полученных результатов, мы предлагаем многослойную структуру из чередующихся слоев с разыми показателями поглощения в качестве универсальной тестовой структуры для определения таких параметров оптической схемы как разрешение и глубина фокуса. Также, мы показали, что преломляющие линзы являются удобным фокусирующим инструментом, как для режима высокоразрешающей просвечивающей рентгеновской микроскопии, так и для создания исследовательских схем в режиме рентгеновского нано-зонда.

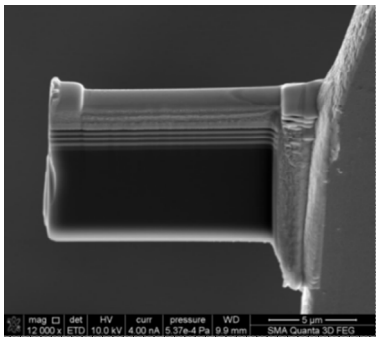


Рис 8. Снимок структуры утоненной FIBом, полученный с помощью ПЭМ.

Показанная нами возможность регистрации слабого контраста в режиме рентгеновской просвечивающей микроскопии, может быть применена для исследования объектов со слабым абсорбционным контрастом.

Работа выполнена при поддержке Министерства Образования и Науки Российской Федерации (грант № 14.Y26.31.0002, грант № 02.G25.31.0086). Авторы выражают благодарность Любомирскому Михаилу и Карстону Детлефсу (Carsten Detlefs) за помощь в проведение экспериментов.

1. Tatsuya Ueki , Kuniko Takemoto , Barbara Fayard and etc// “Scanning X-ray Microscopy of Living and Freeze-Dried Blood Cells in Two Vanadium-Rich Ascidian Species, Phallusia mammillata and Ascidia sydneiensis samea”, ZOOLOGICAL SCIENCE 19 : 27–35 (2002)
2. M.Bertoni,D. Fenning,M. Rinio,V. and etc//, "Nanoprobe X-ray fluorescence characterization of defects in large-area solar cells", Energy Environ. Sci., 4, 4252, 2011A.
3. I. Snigireva, G. B. M. Vaughan and A. Snigirev// AIP Conf. Proc. 1365, 188 (2011)
4. C. G. Schroer, O. Kurapova, J. Patommel// “Hard x-ray nanoprobe based on refractive x-ray lenses”, Applied Physics Letters 87, 124103 (2005)
5. Snigirev, V. Kohn, I. Snigireva and B. Lengeler// “A compound refractive lens for focusing high-energy X-rays”, Nature, vol. 384, 49-51, 1996
6. A. Bosak, I. Snigireva, K. S. Napolskii, A. Snigirev, “High-Resolution Transmission X-ray Microscopy: A New Tool for Mesoscopic Materials”, Adv.Mater. 2010, 22, 3256–3259
7. A. Snigirev, I. Snigireva// “Hard X-ray Microoptics” , Springer Series in Optical Sciences vol. 137, 255-285, 2008
8. A. Snigirev, V. Kohn, I. Snigireva, and etc.// "Focusing High-Energy X Rays by Compound Refractive Lenses," Appl. Opt. 37, 653-662 (1998)
9. A. Goikhman, S. Sheludyakov, E. Bogdanov// “Ion beam assisted deposition of novel thin film materials and coatings”, Materials Science Forum Vol. 674, p. 195 (2011).

Проблемы томографии в полихроматических схемах

М. Чукалина,[1,2] Н. Ингачева,[3,4,2] А. Бузмаков,[2] В. Прун,[5,1] Д. Николаев,[4] М. Алиев,[6] Д. Золотов,[2] В. Асадчиков[2]

[1]*Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия*

[2]*Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва, Россия*

[3]*Высшая школа экономики национальный исследовательский университет, Москва, Россия*

[4]*Институт проблем передачи информации им. А.А. Харкевича РАН, Москва, Россия*

[5]*Московский физико-технический институт государственный университет, Долгопрудный, Россия*

[6]*Институт системного анализа РАН, Москва, Россия*

e-mail: chukalinamarina@mail.ru

Тенденции развития метода компьютерной томографии (КТ), такие как – стремление повысить пространственное разрешение и уменьшить геометрические размеры измерительной системы, обеспечив их применение буквально в “полевых” условиях, приводят к тому, что обеспечение монохроматичности используемого зонда становится невыполнимой задачей. Происходит это по следующим причинам. Чтобы добиться повышения пространственного разрешения в монохроматической моде необходимо использовать измерительную схему с увеличением, т.е. установить дополнительные оптические элементы. Это противоречит второму условию – уменьшить размеры лабораторного томографа. Достаточно логичным выглядит применение конусной схемы, например, такой, как представлена авторами [1] (рис.1).

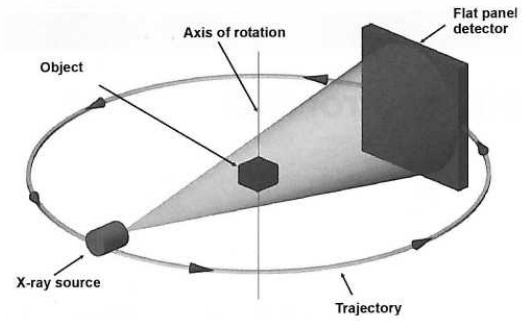


Рис. 1. Принципиальная схема КТ в конусной геометрии [1].

Следует обратить внимание, что для компактности томографа достаточно вращать объект, сделав неподвижной систему источник-детектор, а для исследования объектов, чья неподвижность критична – вращать систему источник-детектор. В обоих случаях водится понятие проекционного угла, под которым ведется наблюдение объекта. Вращение может проводиться по разным траекториям, например, спиральная томография нашла свое широкое применение в медицине.

Монохроматическая мода, в основном реализуемая в параллельной схеме измерения, является столь привлекательной по той причине, что уже создан гигантский математический аппарат для решения задачи реконструкции, которая формулируется следующим образом: по набору томографических проекций восстановить пространственное распределение линейного коэффициента ослабления исследуемого объекта на длине волны зондирующего излучения. Т.е., строго говоря, распределением этого коэффициента и описывается объект. Если в элементарном (с точки зрения измерения) объеме исследуемого объекта присутствует не один элемент, то коэффициент линейного ослабления есть линейная комбинация всех присутствующих компонентов. Т.е. объект описывается с точки зрения его поглощательной способности на одной конкретной длине волны.

В схеме, представленной на рис.1, отсутствует монохроматор. Задача использования фильтров является самостоятельной, отдельно стоящей задачей, и пока в рассуждениях мы ее не коснемся. Для конусной схемы и монохроматической моды анализ методов реконструкции представлен в [2]. Мы же говорим о том, что хотелось бы оценить возможности томографа в конусной геометрии и полихроматической моде. Пример такого спектра представлен на рис. 2. Регистрирующая аппаратура не обладает чувствительностью к различным длинам волн, но наделена пространственным разрешением. Попробуем сформулировать задачу реконструкции в такой постановке.

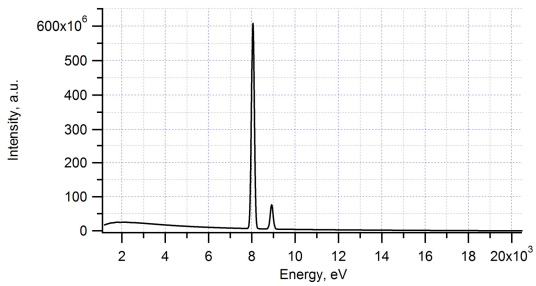


Рис. 2. Пример полихроматического спектра.

Каждая отдельная монохроматическая составляющая зондирующего спектра по-разному ослабляется компонентами объекта, т.е. регистрируемый сигнал $I(\rho,\varphi)$ есть сумма по всем

монохоматическим вкладам E_i зондирующего спектра:

$$I(\rho,\varphi)=\Sigma I(E_i)\exp(-\Sigma\mu_{ij}\Delta l_j).$$

Здесь ρ определяется положением регистрирующей ячейки детектора, φ – проекционный угол. $I(E_i)$ – интенсивность компоненты зондирующего спектра энергии E_i, μ_{ij} – коэффициент линейного ослабления для энергии E_i для единичного объема j, Δl_j длина пересечения единичного объема j с лучом, направление которого совпадает с направлением на ячейку детектора, положение которой задает ρ. Если сохранить описание объекта в терминах распределения линейных коэффициентов ослабления, то легко заметить, что пространство объекта в этом случае становится векторным. Чтобы избежать этого

В докладе будет приведен обзор предложенных в мире подходов к решению задачи, а также представлен новый алгоритм реконструкции с применением быстрого преобразования Хафа в итерационной схеме, созданный авторами. Программное обеспечение для проведения математического моделирования томографических проекций реализовано авторами и использует библиотеку XRayLib [3]. Геометрия фантома Шеппа-Логана [4] использована для модельных расчетов проекций. В докладе будут представлены результаты, полученные авторами для центрального сечения конуса, т.е. для веерной схемы.

Для разделения влияния немонохроматичности пучка и особенностей собственно алгоритма восстановления реализован пересчет веерной измерительной схемы в параллельную [5], поскольку алгоритмы восстановления для последней изучены более детально.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке рффи (проекты 13-07-00970-а, 13-07-12179-офи_м).

[1] Simon M., Sauerwein C., Insight, **42**(10), 651 (2000).
[2] Закидальский А. И., Самбыкина Э. Е., Регистрация, хранение и обраб. данных, **5**(1), 61(2003).
[3] https://github.com/tschoonj/xraylib/wiki 30/04/2014
[4] Shepp L., Logan B. IEEE Trans. on Nucl. Sci. NS-**21**, 22 (1974).
[5] Ингачева Н., Прун В., Чукалина М. Материалы конференции-школы Информационные технологии и системы — 2014, Нижний Новгород 31 августа – 5 сентября (2004) (принята в печать).

Резко асимметричная дифракция как метод определения компонент тензора восприимчивости вблизи краев поглощения

Ю. Л. Репченко[1], М. А. Андреева[2]
[1]*Воронежский Государственный Университет, Воронеж, Россия*
[2]*Московский Государственный Университет имени Ломоносова, Москва, Россия*
e-mail: kent160@mail.ru

Магнитооптические константы вблизи краев поглощения рентгеновского излучения важно знать для исследования магнитного упорядочения в магнитных мультислоях, для интерпретации XRMR экспериментов (X-ray Resonant Magnetic Reflectometry), для изучения DAFS особенностей (Diffraction Anomalous Fine Structure), для интерпретации волноводных и других эффектов, наблюдаемых вблизи краев поглощения. Для мягкого рентгеновского излучения зависимость восприимчивости (и магнитных поправок) от преломления может быть экспериментально определена из сдвига брэгговских максимумов [1-3]. Для жёсткого рентгеновского излучения данный эффект пренебрежительно мал. Преломление в этом случае существенно лишь вблизи критического угла полного внешнего отражения, а брэгговское отражение в симметричной геометрии имеет место при углах скольжения гораздо больших критического. В данной работе мы исследует спектральную зависимость положения брэгговского максимума в условиях резко асимметричной дифракции вблизи L_3 края поглощения Y в плёнке YFe_2.

В простейшем случае без учета преломления положение брэгговского максимума определяется законом Вульфа-Брэгга $2d\sin(\theta+\psi)=n\lambda$, где θ угол скольжения для падающего излучения, ψ - угол между поверхностью кристалла и атомно-кристаллическими плоскостями (Рис. 1), d – межплоскостное расстояние, n – порядок отражения. При скользящих углах падения $\sin(\theta+\psi)\approx(\theta\cos\psi+\sin\psi)$, что дает линейную зависимость положения угла Брэгга от длины волны (или обратно пропорциональную от энергии фотона E_{ph}).

В случае кинематической дифракции с учетом преломления волновой вектор в среде равен $\mathbf{k}_1=\frac{2\pi}{\lambda}\{0,\cos\theta,\sin\theta'\}$, $|\mathbf{k}_1|=\frac{2\pi}{\lambda}(1+\chi/2)$, где $\sin\theta'=\eta=\sqrt{\sin^2\theta+\chi}$, χ - восприимчивость среды, η - нормальная компонента волнового вектора в единицах $\chi\omega/c$. Для набега фазы при отражении от кристаллических плоскостей на одном периоде должно быть

$$\exp(-2i\,\mathrm{Re}\,k_{1h}d)=\exp(2\pi i), \qquad (1)$$

где k_{1h} - проекция (комплексного) волнового вектора преломленной волны на нормаль к отражающим плоскостям (то есть на направление вектора обратной решетки $\mathbf{h}=\frac{2\pi}{d}\{0,-\sin\psi,-\cos\psi\}$).

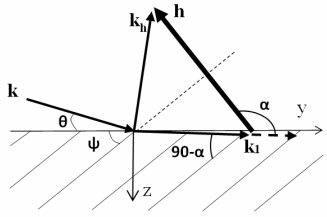


Рис 1. Схематичное представление резко ассиметричной дифракции.

Косинус угла между $\mathbf{h}$ и $\mathbf{k}_1$ равен

$$\frac{(\mathbf{k}_1\mathbf{h})}{|k_1||h|}=\cos\alpha=\frac{-\cos\theta\sin\psi-\mathrm{Re}(\sin\theta')\cos\psi}{1+\chi/2}. \qquad (2)$$

Таким образом, из (1) следует

$$-\mathrm{Re}\,k_{1h}=\frac{2\pi}{\lambda}(\cos\theta\sin\psi+\mathrm{Re}(\sin\theta')\cos\psi)=\frac{2\pi}{2d}, \qquad (3)$$

и мы получаем обобщение формулы Вульфа-Брэгга на случай резко асимметричной дифракции в виде:

$$\sin\psi\cos\theta_m+\cos\psi\,\mathrm{Re}\sqrt{\sin^2\theta_m+\chi(E_{ph})}=\frac{\lambda}{2d}. \qquad (4)$$

Это уравнение для определения угла скольжения $\theta_m(E_{ph})$, при котором возникает брэгговское отражение, мы решаем точно методом Ньютона. Отметим, что в работах [1-4] квадратный корень в (4) вычислялся приближенно, поэтому считалось, что в кинематическом приближении мнимая часть $\chi(E_{ph})$ не влияет на положение брэгговского максимума. Точное решение (4) учитывает $\mathrm{Im}\,\chi(E_{ph})$, однако влияние поглощения в этом алгоритме все же невелико (см. далее Рис.5).

Мнимая часть фазового сдвига $2\,\mathrm{Im}\,k_{1h}d$ искажает форму брэгговского пика, и если поглощение асимметрично относительно θ_m,

максимум сдвигается. В кинематическом приближении форму и, соответственно, точное положение брэгговского максимума дает функция Лауэ:

$$I \sim \left| t \frac{1}{1-e^{-2ik_{1h}d}} \right|^2, \quad t = \frac{2\sin\theta}{\sin\theta+\eta}. \qquad (5)$$

где t –френелевский коэффициент пропускания на границе с кристаллом в направлении проходящей волны.

В динамической теории положение брэгговского пика определяется экстремумом модуля в квадрате амплитуды дифрагированной волны. В кристалле амплитуда дифрагированной волны $\mathbf{E}_2$ связана с амплитудой проходящей волны $\mathbf{E}_1$ соотношением (для σ -поляризации) [4]:

$$\mathbf{E}_2 = -\frac{1-\hat{\mathbf{k}}_1^2+\chi_0}{\chi_h}\mathbf{E}_1 = -\frac{\chi_{\bar{h}}}{1-\hat{\mathbf{k}}_2^2+\chi_0}\mathbf{E}_1. \qquad (6)$$

В (6) $\hat{\mathbf{k}}_1$ и $\hat{\mathbf{k}}_2$ определены в единицах $2\pi/\lambda$, $\hat{\mathbf{k}}_2 = \hat{\mathbf{k}}_1 + \boldsymbol{\tau}$, $\boldsymbol{\tau} = \frac{\lambda}{2\pi}\mathbf{h}$. Определив $\sin\theta'$ как $\sin\theta' = \eta = \sin\theta + \xi$, будем искать поправку на преломление ξ из дисперсионного уравнения в общем случае 4-ой степени.

$$(1-\hat{\mathbf{k}}_1^2+\chi_0)(1-\hat{\mathbf{k}}_2^2+\chi_0) - \chi_{\bar{h}}\chi_h = 0. \qquad (7)$$

Анализ корней показывает, что в нашем случае резко ассиметричной дифракции по Брэггу от полубесконечной среды только один корень из четырех имеет физический смысл. При этом зеркально отражённая $\mathbf{E}_\mathbf{R}$ и преломлённая $\mathbf{E}_1$ волны определяются формулами Френеля (но уже нормальная компонента волнового вектора в среде η определяется из уравнения (7)), а для $\mathbf{E}_2$ преломление не существенно, так что во внешней среде $\mathbf{E}_\mathbf{h} = \mathbf{E}_2$.

Численное моделирование мы провели для плёнки YFe_2 вблизи $L_{2,3}$ края поглощения Y (E_{ph}=2071 - 2095 *eV* , λ=0.591 – 0.598 *нм*). Как показывает моделирование по программе PowderCell [6] для рассматриваемых значений длин волн возможно отражение лишь от кристаллической плоскости (111) (d=0.4255 *нм*). Для того, чтобы дифракция возникала при скользящем угле падения, мы выбрали угол ψ=43.9 град. Восприимчивость $\chi_0(E_{ph})$ и поправки на круговой магнитный дихроизм $\Delta\chi_{magn}(E_{ph})$ мы взяли из работы [7]. Фурье компоненты $\chi_{h,\bar{h}}(E_{ph})$ вычислялись для структуры C15 ($Fd3mO_h^7$, атомы Y в положении 8a, Fe - 16d) с использованием [8].

Уравнение (7) решалось с помощью программного пакета Wolfram Mathematica. Отметим, что расчет по динамической теории полностью совпадает с результатами работы [9]. Результат для энергии E_{ph}=2082 *eV* приведен на Рис. 2.

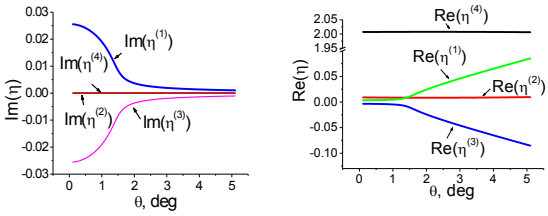


Рис 2. Корни уравнения (7) для энергии E_{ph}=2082 *eV*.

Только $\hat{\mathbf{k}}_\mathbf{1}^{(1)}$ в нашей геометрии имеет смысл. Волновой вектор $\hat{\mathbf{k}}_\mathbf{1}^{(2)}$ имеет отрицательную мнимую часть при положительной реальной и не имеет физического смысла; для $\hat{\mathbf{k}}_\mathbf{1}^{(3)}$ волна направлена в обратную сторону, эта волна возбуждается в пленке при наличии нижней границы, $\hat{\mathbf{k}}_\mathbf{1}^{(4)}$ имеет слишком большую реальную часть, соответствующая дифрагированная волна согласно (6) пренебрежимо мала. Отметим, что $\eta^{(1)}$ практически не отличается от $\eta = \sqrt{\sin^2\theta + \chi}$, что может быть обусловлено относительно малой величиной $\chi_{h,\bar{h}}(E_{ph})$.

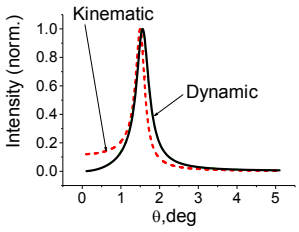


Рис 3. Кривые дифракционного отражения (111) от YFe_2 для E_{ph} = 2082 *eV*.

Для сравнения кинематики и динамики мы рассчитали форму дифракционного максимума по формуле (5) и по динамической теории (Рис. 3).

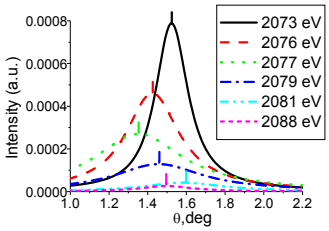


Рис. 4. Кривые дифракционного отражения от YFe_2 для нескольких энергий вблизи L_3 края поглощения Y. Расчет по динамической теории.

Видно, что различие все же есть, но в обоих случаях проведенные расчёты (Рис. 4-5) показывают сильную зависимость положения брэгговского пика от эффекта преломления.

Расчет изменения положения брэгговского пика в функции энергии фотонов вблизи L_3 края поглощения Y (Рис. 5) мы провели с помощью простого закона Вульфа-Брэгга (тонкая черная линия), по обобщенной формуле (4) (пунктирная красная линия), с использованием функции Лауэ (зеленая жирная линия) и по динамической теории (штрих-пунктирная синяя линия). Для сравнения на этом же рисунке приведены зависимости $\mathrm{Re}(\chi_0)$, $\mathrm{Im}(\chi_0)$ (правая шкала).

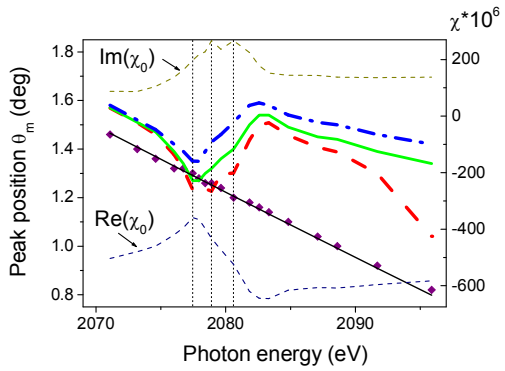


Рис 5. Энергетическая зависимость положения брэгговского максимума, рассчитанная для YFe_2 в разных приближениях теории дифракции.

Дифракционный максимум наблюдался (совершенно неожиданно для таких длин волн) на фоне флуоресцентного излучения, регистрируемого при измерениях рефлектометрии от образца Nb(4 *нм*)/YFe_2(40 *нм* <110>)/Fe(1.5 *нм*)/Nb(50 *нм*) для набора энергий вблизи $L_{2,3}$ края поглощения Y в работе [7]. Положение пика в зависимости энергии фотонов в основном следовало закону Вульфа-Брэгга, но имело слабую дополнительную зависимость от преломления. Этот «артефакт» стимулировал проведение данного детального теоретического анализа. Экспериментальные значения положения пика в этих измерениях представлены на Рис. 5 точками. Их слабая зависимость от преломления может быть объяснена тем, что пленка YFe_2 была закрыта слоем Nb, и при скользящих углах сигнал мог быть получен только из интерфейса Nb/YFe_2.

Проведенный анализ показывает, что для идеальной структуры эффект преломления в условиях резко асимметричной дифракции весьма значителен. Расчет положения дифракционного пика для правой и левой круговой поляризации с учетом магнитной добавки к восприимчивости из [7] показывает, что и магнитный эффект в условиях резко асимметричной дифракции для жесткого рентгеновского излучения наблюдаем. Рассчитанная зависимость разницы в положении брэгговского пика для двух круговых поляризаций воспроизводит (обращенную) форму реальной части $\Delta\chi_{magn}$ (Рис. 6).

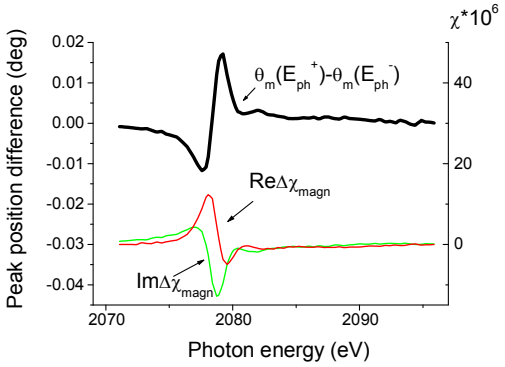


Рис 6. Разница положения бэгговского пика для правой и левой круговой поляризации, рассчитанная для YFe_2 вблизи L_3 края поглощения Y

Таким образом, резко ассиметричная дифракция может быть хорошим методом для определения магнитооптических констант в жестком диапазоне длин волн рентгеновского излучения.

Работа поддержана грантами РФФИ №09-02-01293 и 13-02-00760-а.

[1] Sacchi M. et al. Phys. Rev. Let. **81**, 1521 (1998).

[2] Andreeva M. A., Smekhova A. G. et al. Jorn. of Magn. Mater. **300**, 371-374 (2006).

[3] Андреева М. А., Смехова А. Г. Поверхность. Рентг., синхр. и нейтр. исследования **2**, 83-88 (2006).

[4] Rosenbluth A., Lee P. App. Phys. Let. **40**, 466 (1982).

[5] Пинскер З. Г., Динамическое рассеяние рентгеновских лучей в идеальных кристаллах, Наука, Москва (1974).

[6] http://powdercell-for-windows.software.informer.com/2.4/

[7] Smekhova A. G., Andreeva M. A. et al, Crystallography Reports **55**, 906 (2010).

[8] Int. Tables for X-ray Crystallography, v.1, p.340 (1969).

[9] Kishino S., Kohra K., Jap. J.App.Phys. **10,** 551 (1971).

Рентгено-рефлектометрические исследования подложек Si(001) подвергнутых низковольтной плотной гелиевой плазме

А.А. Ломов, А.В. Мяконьких
ФГБУН Физико-технологический институт РАН, Москва, Россия
E-mail: lomov@ftian.ru

Интерес к модификации свойств приповерхностных слоев кремниевых подложек методом высокодозовой имплантации ионов гелия проявлялся уже давно [1,2]. Было показано, что таким методом возможно формирование внутренних пористых слоев, с пустотами в виде пузырей, что нашло широкое применение в последнее десятилетие, в частности в MOS технологии [3]. Более эффективно подобные пористые низкоразмерные слои могут быть получены в плотной гелиевой плазме при плазменно-иммерсионной обработке подложек. Этот метод был применен, например, для целей микроэлектроники [4] и фотовольтаики [5]. Достоинствами такой обработки без химического взаимодействия с подложкой является проведение за короткое время высокодозовой имплантации ионов различных благородных газов и формирование наноразмерных аморфных, напряженных и скрытых пористых слоев с толщинами 5-10нм, создаваемых при энергии ионов 0.5-5 кэВ.

Малые толщины слоев различного структурного совершенства и переменной плотности могут быть изучены методом высокоразрешающей рентгеновской рефлекто-метрии (ВРР) на основе регистрации и анализа зеркальной и диффузной компонент полного рассеяния [6].

Настоящая работа посвящена экспериментальному изучению методом ВРР особенностей рассеяния рентгеновского излучения от внутреннего пористого слоя, созданного обработкой в низковольтной гелиевой плазме стандартной подложки кремния.

Подложки кремния Si(100) непосредственно перед имплантацией подвергалась очистке от естественного окисла в 5% растворе плавиковой кислоты при комнатной температуре в течение 1 минуты. Имплантация проводилась в плазменно-иммерсионном ионном имплантере (разработка ФТИАН РАН), имеющим ICP-источник плотной плазмы. Давление гелия в рабочей камере поддерживалось равным 10 мТорр при мощности разряда 500 Вт. Имплантация происходила при подаче на образец прямоугольных импульсов отрицательного ускоряющего потенциала 2-5 кВ с длительностью 10 мкс и частотой 1 кГц. Доза имплантации определялись по величине ионного тока через образец в течение следования импульсов и варьировалась от 6×10^{15} до 5×10^{17} $см^{-2}$.

Рентгеновские рефлектометрические исследования выполнялись с высоким угловым разрешеним (10угл.с, РТ 1 кВт, $CuK\alpha_1$, щелевой с трехкратным отражением 004 Ge монохроматор) на дифрактометре ТРС (СКБ ИКАН) и низким разрешением (140 угл.с, РТ 9кВт, $CuK\alpha_{1,2}$, параболическое градиентное зеркало) на дифрактометре SmartLab (Rigaku). Кривые ВРР записывались в схеме $\omega/2\theta$-сканирования при различных отстройках $\Delta\omega_i$. По полученному на SmartLab дифрактометре массиву данных строилась двумерная карта интенсивности полного рассеяния (reciprocal space map - RSM). В обоих экспериментах регистрация отраженного рентгеновского излучения осуществлялась сцинтилляционным детектором с входной щелью 140 угл. с.

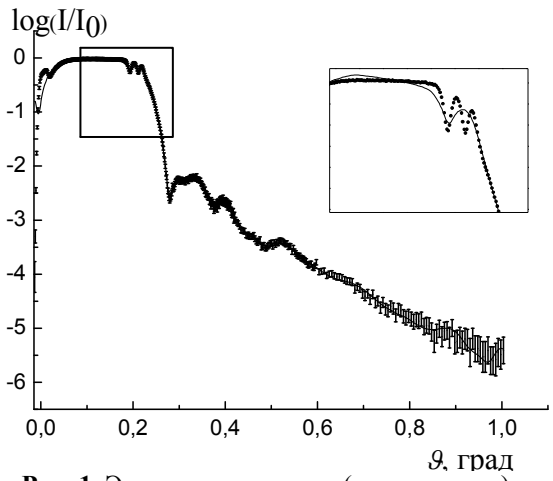


Рис. 1. Экспериментальные (верт. штрихи) и теоретические (сплош. линии) кривые ВРР для образца ($D=5\times10^{17}$ $см^{-2}$, E= 5кэВ). На вставке показана в линейном масштабе часть экспериментальной кривой вблизи угла ϑ_C. $\chi2=3.7$.

При малых дозах имплантации (от 6×10^{15} до 1.2×10^{16} $см^{-2}$) кривые ВРР выглядят аналогично кривым при наличии на их поверхности менее плотных слоев толщиной 5-10нм. Эксперимент, а также моделирование и подгонка кривых ВРР от образцов с малыми дозами имплантации гелия и дополнительные исследования показывают, что несмотря на

созданный обработкой менее твердый чем подложка приповерхностный слой, он имеет достаточно резкую внешнюю границу[6]. Увеличение дозы внедренных ионов гелия приводит к качественным изменениям вида кривых. Этот результат демонстрируется на рис. 1 для дозы 5×10^{17} см$^{-2}$. На кривой ВРР наблюдается два вида осцилляций: 1группа-ярко выраженные вблизи критического угла ϑ_C и 2-я группа -апериодические при больших углах. Осцилляции 1-ой группы имеют резонансную природу и свидетельствуют о наличии внутри образца слоя с уменьшенной поляризуемостью. Подобный эффект проявляется в резонаторе Фабри-Перо.

Для восстановления профиля относительной электронной плотности (рис.2) приповерхностных слоев образцов была осуществлена подгонка теоретических кривых ВРР под экспериментальные по модели [7], с учетом вклада диффузного рассеяния на нерегулярностях плотности.

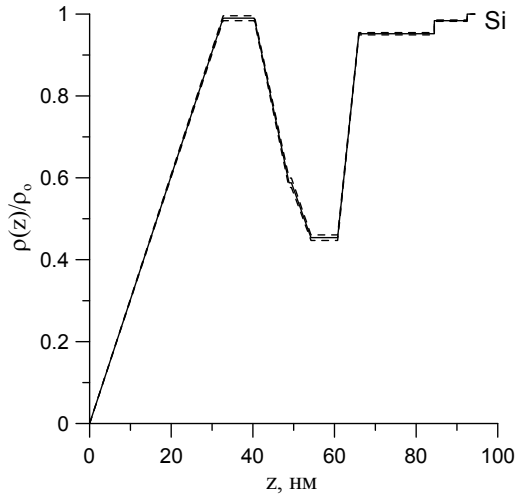


Рис.2. Восстановленный профиль электронной плотности по глубине z приповерхностного слоя образца с дозой 5×10^{17} см$^{-2}$ и энергией 5кэВ; штриховые линии –коридор ошибок.

Из рис.2 видно, что характерной особенностью профиля плотности приповерхностного слоя является наличие на глубине 50-70 нм субслоя с уменьшенной на 50% плотностью. Уменьшение плотности связано с образованием пузырей, представляющих собой вакансионные кластеры и содержащие атомы гелия. Положение этого пористого слоя было сопоставлено с распределением концентрации ионов гелия C_{He}(z), полученным моделированием по программе SRIM (рис.3). Расчеты показывают, что максимальная C_{He}(z) совпадает с положением по глубине менее плотного слоя.

Ранее [6] было зафиксировано появление слабого диффузного рассеяния при больших дозах имплантации. Его величина заметно превышала рассеяние на шероховатостях как от исходной подложки, так и от образцов с малыми дозами. В настоящей работе измерение диффузного рассеяния было проведено с использованием 9кВт источника. Карта RSM получена при скользящих углах падения и отражения и представлена на рис.4. Видно, что кроме полосы зеркального отражения при $\Delta\omega=0$ на карте наблюдаются два «крыла Юнеды», представляющие рассеяние от локальных неоднородностей плотности (включая поры-пузыри) n_{SO} и формирующиеся когда падающий или отраженный рентгеновский луч составляет угол ϑ_C с поверхностью образца.

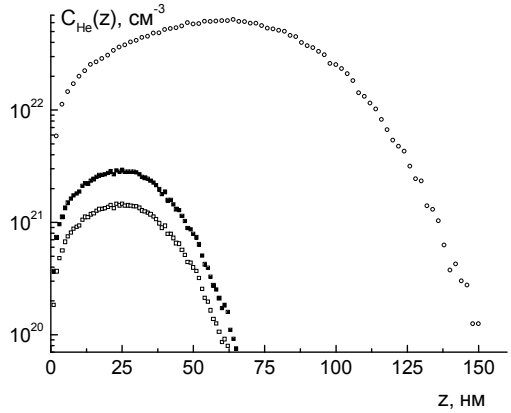


Рис. 3. Расчетные профили концентрации C_{He}(z) ионов гелия в Si(001) для энергий 2кэВ(□), (■) и 5кэВ (○).

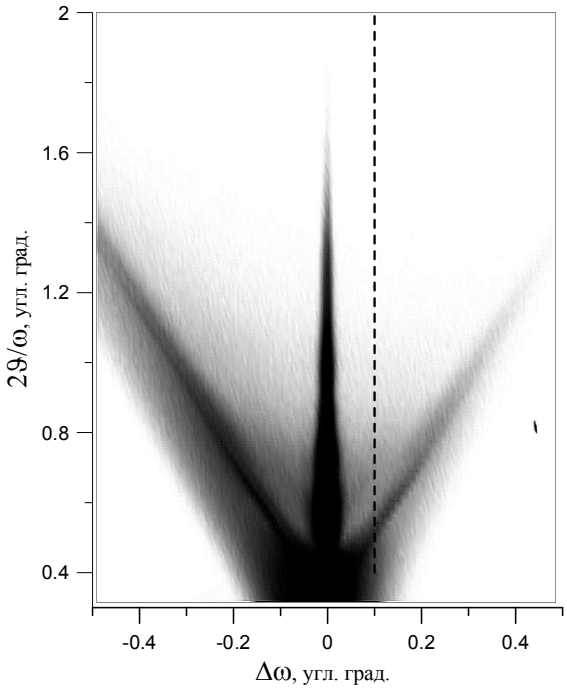


Рис.4. Экспериментальная карта RSM вблизи узла 000 обратной решетки образца. Штриховая линия показывает направление сечения (рис.5) диффузного рассеяния от пор-пузырей.

Для определения распределения рассеивающих объектов n_{SO} по размерам было

построено сечение (рис.5) и проведен его анализ в модели сферических пор по программе (Rigaku). Видно, что модельная кривая удовлетворительно описывает экспериментальные данные.

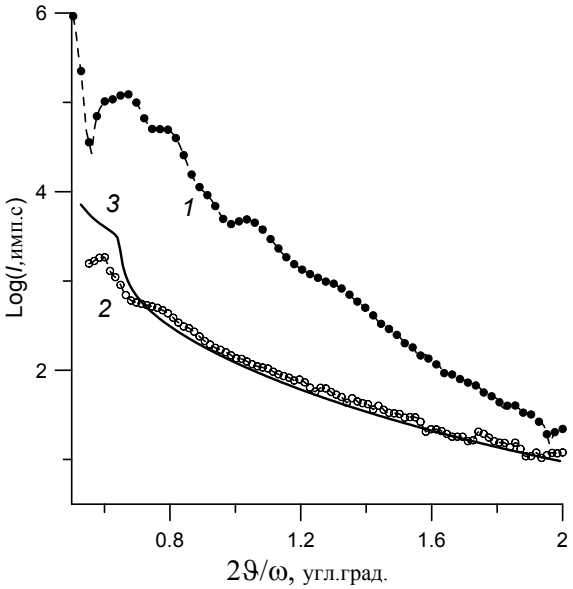


Рис.5. Экспериментальные сечения карты RSM образца 5×10^{17} см$^{-2}$ при отстройках $\Delta\omega$=0 (*1*) и 0.1 угл.град. (*2*) относительно точного зеркального отражения и модельная кривая диффузного рассеяния (*3*).

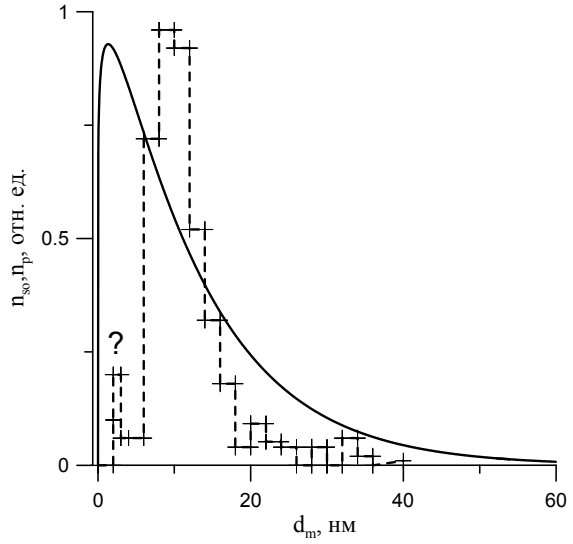


Рис.6. Распределение рассеивающих объектов n_{SO} (сплошная кривая) в модели сферических частиц со средним диаметром d_m и гистограмма распределения пор n_P согласно рис. 7. (?- количество пор с размерами 1-3 нм не поддается определению).

Визуализация реальной структуры пористого слоя была проведена методом ПРЭМ от образца в виде клина и показана на рис.7. Видно, что исследуемый слой не однороден и содержит объекты n_P «сферической» формы с резкими границами. Эти объекты и являются порами-пузырями. Их видимое распределение по размерам представлено в виде гистограммы на рис.6. Поры -пузыри с размерами 7-15 нм имеют максимальную концентрацию. Есть ли поры с размерами от 1-3 нм, дающие основной вклад в диффузное рассеяние, из данных микроскопии определить не удалось. Однако из рис.7 видно, что между стенками пор находятся частицы кремния с размерами 1-4нм, и их число достаточно велико. Рассеяние от них также должно быть учтено.

Таким образом, метод ВРР может быть применен для диагностики границ и структуры внутренних пористых слоев созданных имплантацией ионов гелия. Однако при больших концентрациях пор анализ диффузного рассеяния затруднителен и может быть применен только для косвенной характеризации пор. Для полной структурной диагностики пор необходимо привлечение дополнительных методов.

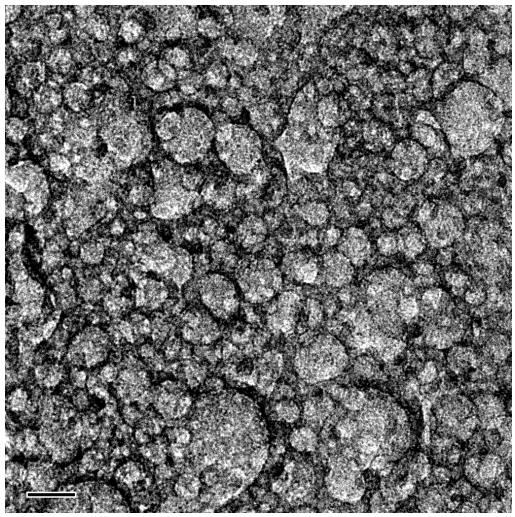


Рис. 7 ПРЭМ с Е=300кэВ изображения на просвет участка поверхности клина образца 5×10^{17} см$^{-2}$. Длина метки равна 20 нм.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке фонда РФФИ (грант № 12-07-00745-а).

[1] Farrell K., Radiation Effects, **53** (3/4), 175 (1980).
[2] Van Veen, A., et al., Materials Research Society Symposium Proceedings, **107**, 449 (1987).
[3] Doyle B.S., Roberds B., US Pat. №6740913 B2, 25may 2004.
[4] Pelaz L., Marqués L. A. et.al, J. Journal of Appl. Phys. **96**, 5947 (2004).
[5] Мяконьких А.В., Рогожин А.Е. с соавт., Микроэлектроника, **42** (4), 306 (2013).
[6] Ломов А.А., Мяконьких А.В., с соавт., Кристаллография, **59** (3), 174 (2014).
[7] Чуев М.А., Субботин И.А. и др., Письма в ЖЭТФ, **85** (1), 21 (2007).

Рентгеновская микротомография верхних конечностей эмбриона человека

Асадчиков В.Е.[1], Бузмаков А.В.[1], Золотов Д.А.[1], Савельев С.В.[2], Сенин Р.А.[3], А.Ю. Серегин[1], Е.Ю. Терещенко[1], М.В. Чукалина[1]
[1]Институт кристаллографии РАН, Москва, Россия
[2]Институт морфологии человека РАМН, Москва, Россия
[3]Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт", Москва, Россия
e-mail: asad@crys.ras.ru

Морфогенез образования кисти руки человека начинается с закладки пальцевой пластинки, которая формируется в виде мезенхимального скопления прохондральных клеток, окружённых эктодермой. Внутри однородного скопления мезенхимы по непонятным до настоящего времени причинам появляются области компактно расположенных клеток, которые распределены в форме уплощённой лопатки, соответствующей закладке будущих элементов скелета. В этой зоне через 4-6 дней начинается компактизация скелетогенной мезенхимы в соответствии с расположением фаланг пальцев, пястных и запястных костей. Эта скелетогенная мезенхима имеет общее происхождение с окружающей её мезенхимой, но по неизвестным причинам проявляет топологически выраженную способность к склеиванию, которая приводит к формированию мезенхимальных предшественников будущих элементов скелета кисти. Однако, несмотря на морфологическую дифференцировку и компактизацию мезенхимы, в зонах будущих костей, биохимические события, соответствующие этим явлениям пока неизвестны. Первым признаком дифференцировки скелетогенной мезенхимы является формирование рыхлого эмбрионального хряща, в котором начинает накапливаться внеклеточный кальций. Локализация очагов первичной кальцификации закладок скелета кисти до настоящего времени неизвестна. До сих пор нет ответа на принципиальный вопрос о существовании множества зон первичного отложения кальция или одной первичной области. Высказывалось предположение, что существуют автономные очаги оссификации для каждого из пальцев, пястья и запястья. По этой причине в цель работы входило выявление пространственного распределения очагов первичного отложения кальция и сопутствующих элементов в кисти человека [1].

На основании проведённых биохимических исследований были выбраны образцы скелета интегрированных в кисти правой руки эмбрионов и плодов человека с 11 по 18 недели развития, которые пригодны для изучения с использованием лабораторных рентгеновских источников и синхронного излучения методом рентгеновской микротомографии. На этих стадиях развития можно определить основные этапы первичного отложения кальция в эмбриональной хрящевой ткани, зоны резорбции хряща и вторичной оссификации. Следовательно, выбранный материал адекватно отражает динамику первичной кальцификации и плодного остеогенеза костей кисти верхней конечности человека.

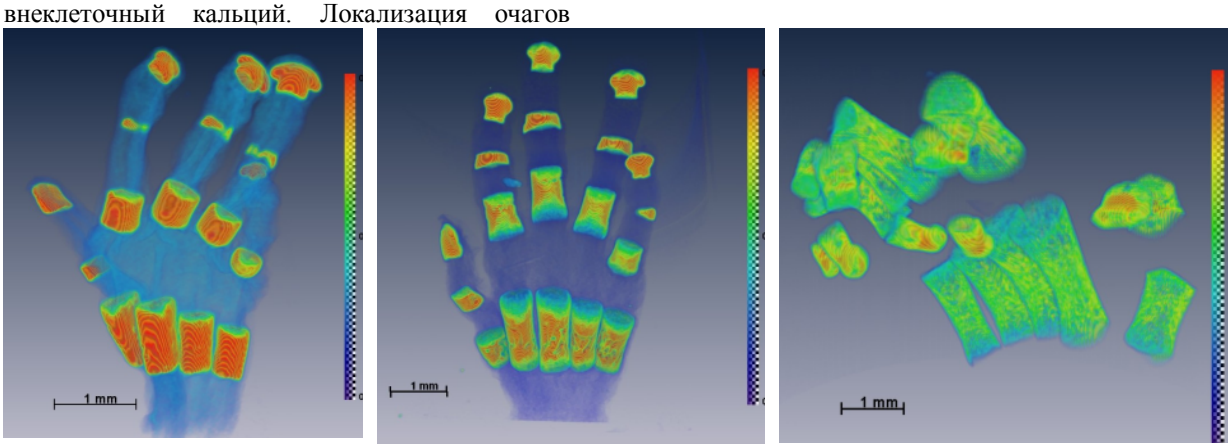
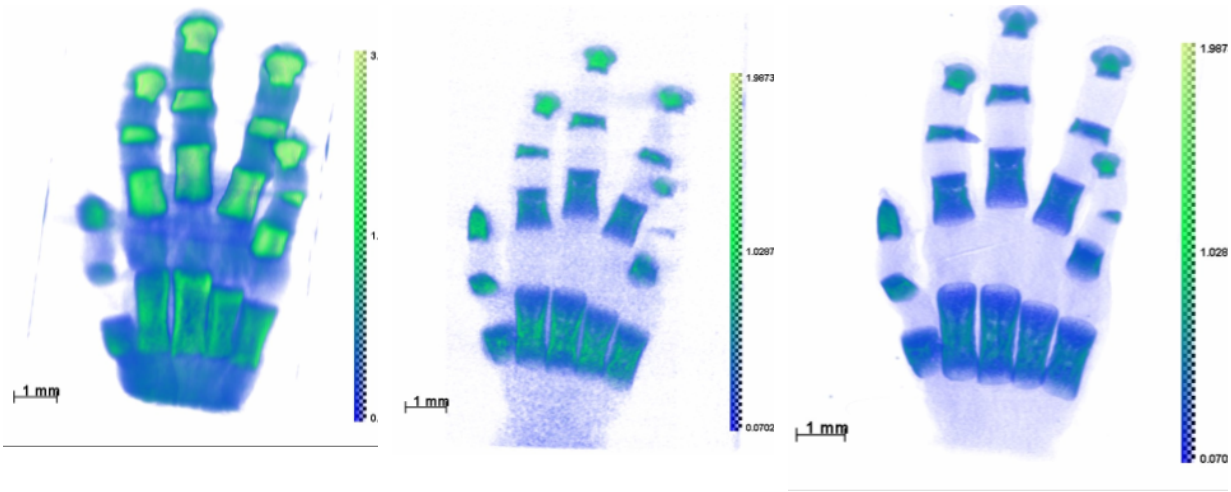


Рис. 1. Результаты реконструкции 3-х кистей конечности человека с 11 по 16 недели. Длина волны рентгеновского излучения $\lambda = 0.5$ Å.



а) б) в)

Рис. 2. Проекции реконструкции кисти конечности с использованием трех различных длин волн рентгеновского излучения: а) λ = 1.54 Å, б) λ = 0.71 Å, в) λ = 0.5 Å.

Рентгеновские микротомографические исследования проводились на лабораторном рентгеновском микротомографе в ИК РАН и на синхротронной станции «РТ-МТ» в КЦ СИ образцов костной ткани при энергиях 8, 17.5 и 20 КэВ (что соответствует длинам волн 1.54, 0.71 и 0.5 Å). Один из образцов исследовался также на рентгеновском микротомографе Xradia VersaXRM-500 (http://www.xradia.com/products/versaxrm-500.php) при ускоряющем напряжении 60 КэВ и пространственном разрешении ~2 мкм. В последнем случае широкий спектр излучения не позволял получить истинное значение линейного коэффициента поглощения μ, однако обеспечивалась высокая степень детализации изучаемого объекта.

Типичные результаты реконструкции объектов на разных этапах развития представлены на Рис. 1.

На Рис.2 представлены результаты реконструкции одного и того же объекта на различных длинах волн.

Этот рисунок иллюстрирует значительные изменения поглощающего контраста при смене длины волны зондирующего излучения

На Рис. 3 представлено сечение одного из объектов и соотношение поглощений в нем на разных длинах волн. Мы видим, что при изменении длины волны в различных частях костной ткани поглощение меняется не пропорционально. Это, по всей видимости, свидетельствует о том, что сильно поглощающие элементы (с большим атомным номером) сосредоточены в наиболее в плотных участках костной ткани.

Для проверки этого предположения были проведены исследования кистей верхних конечностей эмбрионов человека (11-18 недели) методом ренгенофлоресценции. В ходе исследований был определен элементный состав, даны количественные оценки массовых долей элементов Кроме того проведена регистрация флуоресцентного сигнала при сканировании поверхности исследуемого образца рентгеновским пучком размерами 0.5×0.5 мм. Одновременно с флуоресцентными спектрами регистрировалась интенсивность пучка прошедшего сквозь образец.

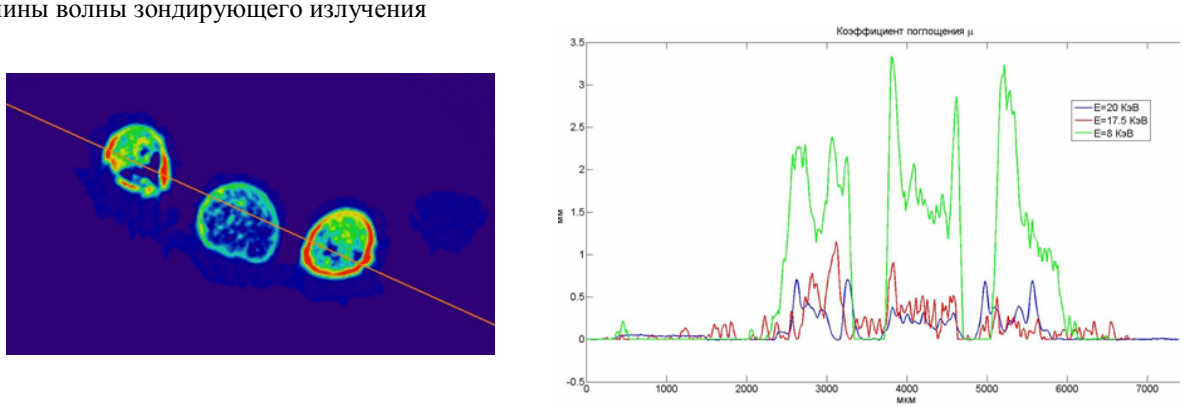


Рис. 3. Одно из томографических сечений образца костной ткани кисти эмбриона и соотношение поглощений на разных длинах волн.

Получены карты распределения элементов Ca и Zn . Наложение флуоресцентного и прошедшего сигнала показывает, что данные элементы распределены неравномерно по длине пальцев. Наблюдается ярко выраженная асимметрия в расположении Ca и Zn между «правой» и «левой» стороны кисти, что может быть обусловлено спецификой процессов ее формирования.

Таким образом применение в рентгеновской микротомографии различных длин волн для анализа кисти в сочетании с рентгено-флуорецентым анализом позволило установить как особенности отложения внеклеточных элементов матрикса хряща и кости, так и концентрацию кальция и фосфора в неоссифицируемых участках растущей кисти. Было установлено, что с 11-й по

14-ю недели внутриутробного развития в 3-х дистальных фалангах пальцев кисти начинается независимое накопление внеклеточных элементов матрикса (кальций и фосфор). Эти данные опровергают гипотезу о существовании общего очага первичного накопления кальция в кисти руки. Автономные зоны накопления кальция были обнаружены не только в отдельных пальцах, но и в каждой из исследованных фаланг, что подтверждает эволюционную гипотезу компилятивного формирования конечности из нескольких ранее дифференцированных элементов скелета. Наиболее интересным фактом, обнаруженным при исследовании первичной оссификации кисти, можно считать выявленные зоны высокой плотности кальция в самых дистальных фалангах пальцев кисти. Это говорит о том, что в зонах образования ногтевого ложа, расположенного над передним краем дистальных фаланг пальцев, происходит ранее неизвестное морфогенетическое событие. Его суть состоит в том, что рентгеноплотное скопление внеклеточного матрикса формирует прообраз кончика пальца с валиком на месте будущего ногтевого ложа. Такие эмбриональные образования в скелете конечности руки человека ранее не были известны, а их роль пока неясна. Можно предположить, что временные (ценогенетические) адаптивные приспособления к пространственной разметке будущих финальных морфогенезов могут предопределяться концентрационными изменениями элементов матрикса хряща и кости. На исследованных стадиях развития кисти было установлено расширение зон диафизной локализации внеклеточного матрикса, которые не затрагивали ни эпифизов фаланг пальцев, ни суставных поверхностей закладок пястно-запястной зоны. Это говорит о том, что морфогенетически активными элементами растущей кисти являются эпифизарные области и суставные поверхности хрящевых предшественников кости. Соответственно, морфогенетически пассивными являются только центральные части диафизов фаланг (Рис. 1, Рис. 2.)

Впервые показано, что оссификация кисти конечности человека начинается с отложений внеклеточного матрикса в диафизах пальцев кисти и в дистальных зонах пальцев и ногтевого ложа. Среди пястных костей, между 11 и 16 неделями плодного развития и дифференцировки кисти, никаких признаков формирования внеклеточного минерализованного матрикса не обнаружено. Отсутствие оссификации в костях пястья и запястья сопровождается сохранением эмбрионального статуса в закладках костей. Они не накапливают рентгеноконтрастные элементы матрикса кости до конца исследованного периода, хотя обе кости предплечья демонстрируют наличие плотного внеклеточного матрикса. Следовательно, фаланги пальцев, локтевая и лучевая кости демонстрируют значительные отлодения внеклеточного кальцифицированного матрикса, а пястье и запястье подобных отложений не имеет. Этот факт позволяет сделать вывод, что элементы скелета, расположенные в зоне пястья и запястья, являются эволюционным новообразованием, или их дифференцировка гетерохронизирована в развитии человека. В обоих случаях поздняя кальцификация этой области говорит об вторичных адаптивных изменениях эмбриогенеза кисти руки человека.

Ранее не известные данные были получены при сопоставлении результатов микротомографического анализа кисти конечности человека с аналогичными данными, полученными на Курчатовском специализированном источнике синхротронного излучения. В результате сравнительных экспериментов, на различных источниках рентгеновского излучения, было установлено, что для полноценного анализа дифференцирующихся биологических тканей необходимо использовать несколько длин волн, которые позволяют получать различную детализацию объектов различающихся по величине поглощения рентгеновского излучения. Установлено, что для мягких эмбриональных тканей оптимальным является использование трубок с Cu, а для анализа оссифицированных элементов скелета с отложениями гидроксиаппатита - с Ag и Mo. Сравнение полученных различным способом 3D реконструкций показал, что быстрый рост кисти руки происходит за счёт приэпифизарных зон диафизов, самих эпифизов и аналогичных областей дистальных фаланг пальцев. При этом самые дистальные участки пальцев содержат много внеклеточного матрикса и медленно

увеличиваются в размерах. Параллельное использование для анализа кистей рук эмбрионов Xradia VersaXRM-500 продемонстрировало возможность применения этого метода для исследования мягких тканей в сложных ситуациях при невысокой рентгеновской плотности объекта.

Особый интерес представляет анализ динамики развития кисти конечности человека с 11 по 16 недели онтогенеза в областях, лежащих между зонами первичной оссификации. Изучение 3D реконструкций позволило установить, что вне зон формирования внеклеточного матрикса существуют ранее неизвестные образования прогнозирующие направление дифференцировки остеобластов (рис.4).

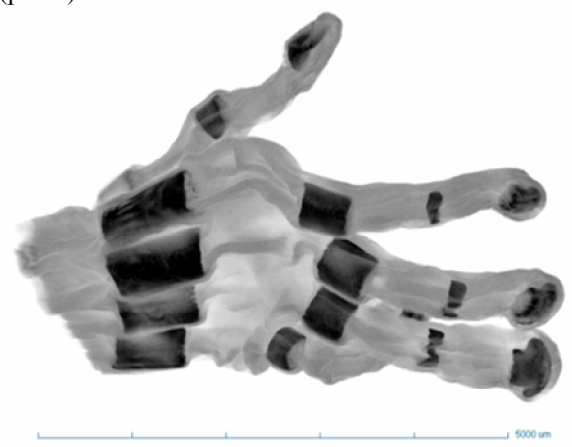


Рис. 4. Проекция ладони человеческого эмбриона по данным рентгеновской микротмографии

В результате сравнительных экспериментов, на различных источниках рентгеновского излучения, было установлено, что для полноценного анализа дифференцирующихся биологических тканей необходимо использовать несколько длинн волн, которые позволяют получать различную детализацию объектов различающихся по величине поглощения рентгеновского излучения. Установлено, что для мягких эмбриональных тканей оптимальным является использование трубок с Cu, а для анализа оссифицированных элементов скелета с отложениями гидроксиаппатита - с Ag и Mo.

В работе впервые установлены независимое первичное отложение кальция и последующая оссификация фаланг пальцев кисти руки человека. Показано, что кости пястья и запястья начинают накапливать элементы матрикса на несколько недель позже, чем фаланги дифференцирующихся пальцев и кости предплечья. Обнаружено новое морфогенетическое явление накопления кальция и фосфора в зонах формирования дистальных фаланг и ногтевого ложа пальцев. Анализ динамики развития кисти конечности человека с 11 по 16 недели онтогенеза показал, что вне зон формирования внеклеточного матрикса существуют ранее неизвестные образования прогностирующие направление дифференцировки остеобластов. Эти данные подтверждены в результате применения локального рентгенофлюоресцентного анализа, что требует дальнейших исследований.

Литература

1. Sadler T.W. Langman’s medical embryology. Williams & Wilkins, Baltimore 1995. P.1-460.

Рентгеновские дифракционные элементы на основе SOI структур

В.А. Юнкин[1], С.М. Кузнецов[1], И.И. Снигирева[2], П.А. Ершов[3], А.А. Снигирев[2]
[1]*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия*
[2]*Европейский Центр Синхротронного Излучения, Гренобль, Франция*
[3]*Балтийский Федеральный Университет им. И. Канта, Калининград, Россия*
e-mail: yunkin@iptm.ru

Различные кремниевые рентгеновские дифракционные элементы, такие как: Брэгг-Френелевские линзы (БФЛ) [1-3] и зонные пластинки Френеля (ФЗП) [4-7], активно используются на лабораторных и синхротронных источниках рентгеновского излучения, а также разрабатываются для будущих источников – лазеров на свободных электронах [6, 7]. Именно кристаллический кремний уже долгие годы является очень востребованным материалом благодаря своим уникальным свойствам, таким как: совершенство структуры, малый коэффициент линейного расширения и хорошая теплопроводность. Высокая радиационная и термическая стойкость кремния, а также наличие развитых методов его структурирования, пришедших из технологий микроэлектроники и микро-электро-механических систем (МЭМС), делают его еще более привлекательным для рентгеновских оптических элементов на основе тонких мембран и кристаллов. Использование мембран позволяет в значительной мере снизить радиационную нагрузку, потери излучения в толще материала оптического элемента, а также уменьшить нежелательное рассеяние на дефектах кристалла.

В настоящее время мембраны толщиной несколько микрометров на пластинах Si (100) для ФЗП изготавливают с использованием глубокого легирования бором рабочей поверхности и жидкостного анизотропного травления с обратной стороны [4, 7]. Для формирования более толстых (> 10 мкм) мембран применяют жидкостное анизотропное и плазменное травление кремния, а также специальные методы контроля их толщины в процессе травления [6, 5]. Для уменьшения толщины такие мембраны можно дополнительно отшлифовать, как было сделано для изготовления линейных БФЛ для двумерной фокусировки жесткого рентгеновского излучения [2] и для получения изображения лазерной плазмы [3]. Перечисленные методы сложны и требуют специального контроля при изготовлении мембран, а сами мембраны часто не воспроизводимы по толщине, не плоскопараллельны и их обратные стороны не всегда получаются гладкими.

В данной работе предлагается более простой и надежный метод формирования кремниевых мембран, необходимых для изготовления рентгеновских дифракционных элементов. В его основе лежит применение SOI (silicon-on-insulator) структур, которые активно используются в технологиях МЭМС. В нашей работе были использованы SOI пластины, изготовленные по технологии сращивания 2-х пластин через слой диоксида кремния, предварительно выращенного на одной из них. Рассмотрим подробнее технологию изготовления рентгеновских дифракционных элементов на основе SOI структур на примере зонных пластинок Френеля.

Для изготовления линейных и кольцевых ФЗП для разных энергий рентгеновского излучения был использован набор SOI пластин диаметром 150 мм от фирмы Okmetic (http://www.okmetic.com/). Толщина приборного Si (100) слоя (или будущей мембраны) на разных пластинах менялась от 12 ± 0.3 мкм до 90 ± 0.3 мкм. При этом толщины термического слоя SiO_2 и Si (100) подложек-носителей были везде одинаковыми и равными 1 мкм и 380 мкм, соответственно.

На рисунке 1 схематически показаны основные этапы изготовления ФЗП с использованием SOI пластин (Рис. 1а). Сначала пластины окисляли для получения защитного слоя SiO_2 толщиной около 1 мкм. Затем на обратную сторону пластин наносился фоторезист и выполнялась фотолитография. Последующим плазменным травлением в слое окисла вскрывались окна под мембраны. Результат всего этого показан на рисунке 1б. Далее на лицевую сторону пластины наносился другой резист, который после дополнительных обработок экспонировался и проявлялся. Через фоторезистивную маску рисунки ФЗП переносились в слой SiO_2 за счет травления (RIE) в плазме CHF_3 (Рис. 1в). Этот структурированный слой использовался в качестве селективной маски при плазменном травлении кремния на заданную глубину с помощью Bosch процесса [8] (Рис. 1г). Далее формировались Si мембраны травлением кремния в окнах SiO_2 в растворе на основе KOH.

Процесс останавливался после достижения SOI окисного слоя, который выполнял роль надежного стоп-слоя. После этого остатки защитного окисного слоя и стоп-слой под мембранами удалялись одновременно в буферном растворе HF (Рис. 1д).

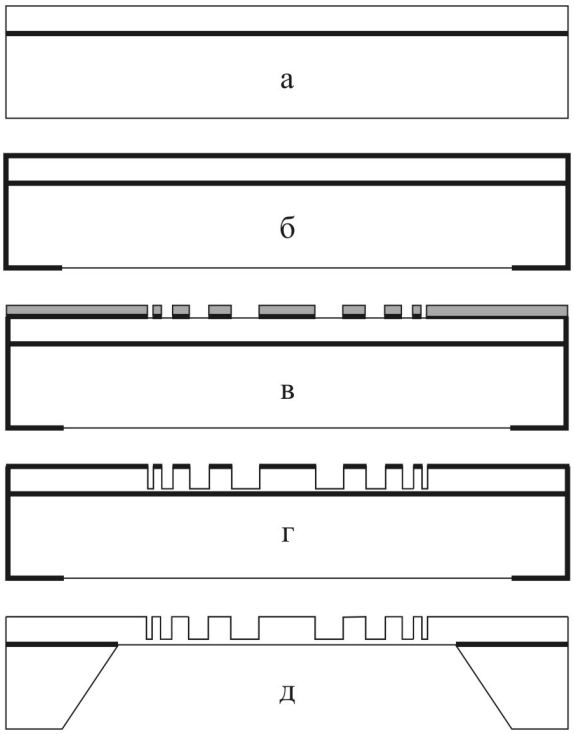


Рис. 1. Схема изготовления ФЗП с использованием SOI пластин.

На каждом типе мембран площадью 1 x 1 мм^2 были изготовлены линейные и кольцевые ФЗП (Рис. 2 и 3) диаметром до 930 микрометров, шириной крайних зон около 400 нанометров и глубиной от 9 до 30 микрометров.

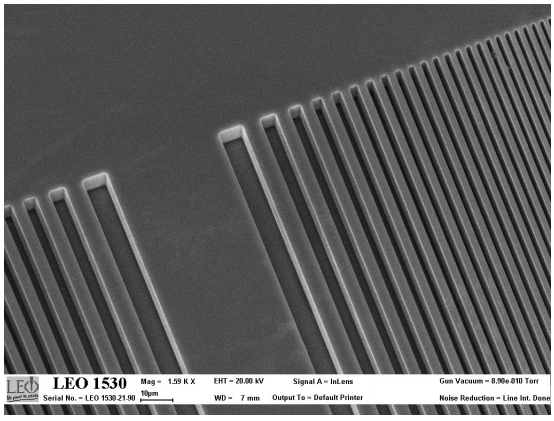


Рис. 2. РЭМ фото фрагмента линейной линзы.

Тестирование фокусирующих свойств изготовленных линз было проведено на экспериментальных станциях BM05 и ID15 Европейского центра синхротронного излучения ESRF.

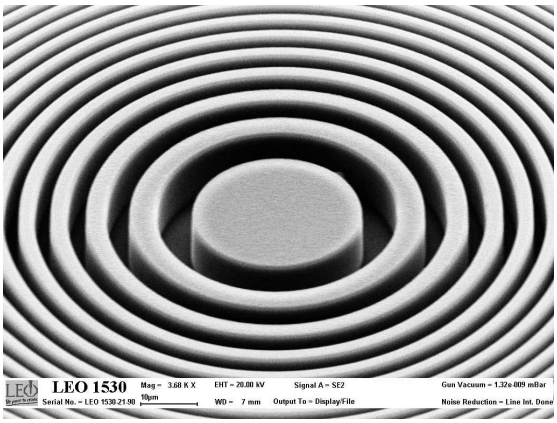


Рис. 3. РЭМ фото фрагмента кольцевой линзы.

В работе также исследованы особенности травления разных по ширине зон ФЗП (Рис. 4) и влияние сформированной зонной структуры на свойства мембран. Обнаружено, что у мембран с ФЗП присутствует кривизна поверхности, а именно выпуклость в сторону лицевой поверхности мембраны. Причем можно выделить две области: область с относительно постоянным радиусом кривизны и область с медленно спадающим радиусом кривизны. Показано, что изгиб мембран одной толщины увеличивается с ростом глубины травления зон.

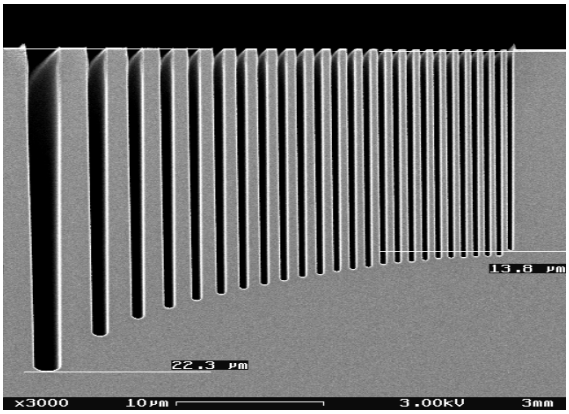


Рис. 4. РЭМ фото фрагмента поперечного сечения линейной линзы, созданной в мембране.

Полученные в данной работе результаты показывают перспективность предложенного метода формирования кремниевых мембран для изготовления рентгеновских дифракционных элементов.

Работа выполнена при частичной поддержке Министерства Образования и Науки Российской Федерации (грант № 14.Y26.31.0002, грант № 02.G25.31.0086).

[1] V.V. Aristov, A.A. Snigirev, Yu.A Basov, and A.Yu. Nikulin, AIP Conf. Proc. **147**, 253 (1986).
[2] Ya. Hartmann, A.K. Freund, I. Snigireva, A. Souvorov, A. Snigirev, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A **385**, 371 (1997).
[3] Y. Aglitskiy, S. Obenschain, V. Yunkin, Rev. Sci. Instrum., **74**, 2228 (2003).
[4] L.V. Dorozhkina, L.D. Panchenko, V.A. Yunkin, A.I. Erko, et al., Optics Comm., **75**, 370 (1990).
[5] David C., Noehammer B, Ziegler E., Microelectron. Eng. **61-62**, 987 (2002)
[6] I. Snigireva, A. Snigirev, V. Kohn, V. Yunkin, M. Grigoriev, S. Kuznetsov, et al., Phys. Stat. Sol. (a), **204**, 2817 (2007).
[7] J. Vila-Comamala, K. Jefimovs, J. Raabe, B. Kaulich, C. David, Microelectron. Eng., **85**, 1241 (2008).
[8] A. Snigirev, I. Snigireva, M. Grigoriev, V. Yunkin, M. Di Michiel, S. Kuznetsov, G. Vaughan, Proc. of SPIE **6705** (2007) 670506-1.

Рентгеновские интерферометры на основе планарных кремниевых структур

М. Любомирский[1], И. Снигирёва[1], В. Юнкин[2], С. Кузнецов[2], В. Кон[3] и А. Снигирёв[1]
[1]*ESRF,Grenoble, France*
[2]*ИПТМ РАН, Черноголовка, Россия*
[3]*НИЦ Курчатовский институт, Москва, Россия*
e-mail: mikhail.lyubomirskiy@esrf.fr

С развитием новых рентгеновских источников — синхротронов третьего поколения и рентгеновских лазеров на свободных электронах, большое внимание уделяется развитию различных схем интерферометрии в диапазоне жесткого рентгеновского излучения.

Наиболее распространенными являются схемы, использующие двулучевую интерференцию. Большинство схем заимствовано из оптики видимого света, такие как интерферометр Юнга [1] и двойное зеркало Френеля [2] с последовательным расположением зеркал.

Развитие планарных MEMS технологий, особенно травления, позволяет профилировать кремний на большие глубины с сохранением высокого качества поверхности – боковых стенок [3], что позволяет изготавливать оптические элементы для рентгеновского излучения, например преломляющие линзы [4].

Недавно был предложен двухлинзовый интерферометр, основанный на планарной преломляющей оптике [5]. Он содержит набор двух идентичных параллельных линз, расположенных друг от друга на дистанции меньшей, чем длина когерентности первичного рентгеновского пучка, см. рис. 1. При облучении когерентным излучением от удаленного источника, расположенного на расстоянии Z_0, создаётся два вторичных когерентных источника, на расстоянии изображения Z_f, которые, в свою очередь, генерируют периодическую интерференционную картину - стоячую волну. Период этой стоячей волны зависит от расстояния наблюдения и варьируется от десятков нанометров до десятков микрон.

Для увеличения апертуры интерферометра, а также расширения функциональных возможностей была предложена многолинзовая система, в которой используется более двух планарных параллельных «массивов». В сравнении с билинзой, где механизм формирования волнового фронта довольно прост, многолинзовая система формирует более сложную и контрастную интерференционную картину, которая может описываться в формализме Тальбот - или Фурье – изображений [6]. При когерентном облучении периодический объект самовоспроизводится на дистанции Z_T: $1/Z_0+1/Z_T=\lambda/2nd^2$, где d – период структуры, λ – длина волны, Z_0 - дистанция до источника. Разделяют два типа изображений: при целом n воспроизводится сам объект (такое изображение называется фундаментальным), при дробном – его уменьшенная копия (частичное изображение) с периодом, пропорциональным n.

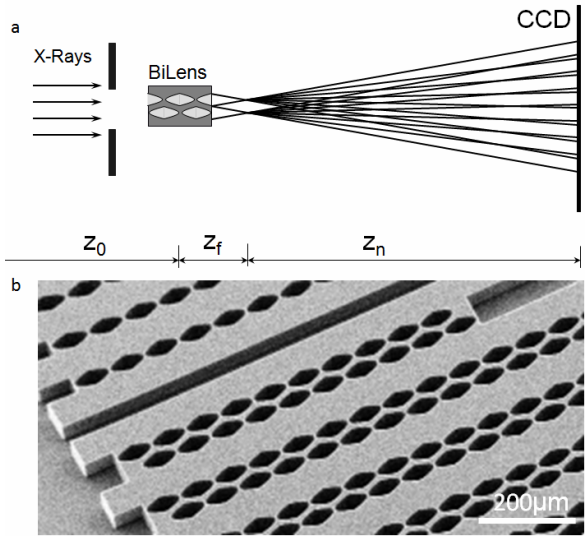


Рис.1. a) Экспериментальная схема формирования стоячей волны двухлинзовым интерферометром. b) РЭМ изображение планарных линз и двухлинзового интерферометра.

Увеличение апертуры позволяет повысить интенсивность и контраст интерференционной картины за счет сжатия максимумов (вплоть до десятков нм).

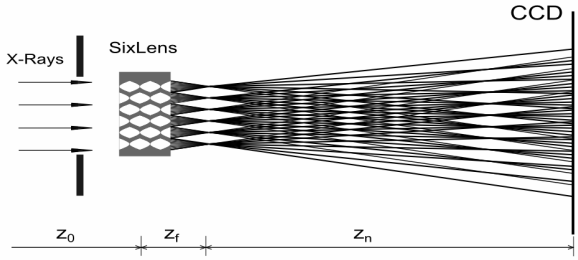


Рис.2. Экспериментальная схема формирования стоячей волны многолинзовым интерферометром.

Исследования оптических свойств интерферометра в ближнем поле проведены на синхротронной станции ID6 на ESRF. Экспериментальная схема представлена на Рис.2.

Для сравнения контрастности, а также ширины максимумов был проведён эксперимент с двухлинзовым интерферометром, который располагался в том же положении что и многолинзовый: Z_0=56м от источника, при энергии излучения 12 кэВ. Сравнение проводилось с частичным (1/6) изображением Тальбота (период 10 микрон), дистанция наблюдения составляла 3 метра. Относительное сжатие максимумов составило 1.7 раза при увеличении контраста почти в 2 раза, см. рис.3.

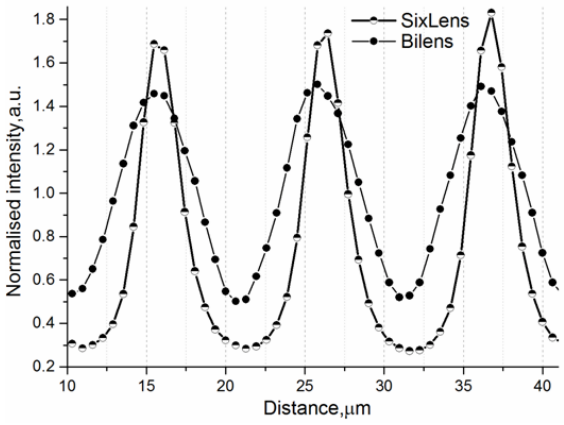


Рис.3. Интерференционная картина, создаваемая многолинзовым интерферометром в сравнении с двухлинзовым

Для изучения оптических свойств в условиях сферического волнового фронта был проведён эксперимент с вторичным источником, который был создан рефракционной оптикой на дистанции Z_0=55см. от интерферометра. Данная схема позволила зарегистрировать частичное изображение Тальбота (1/40) на дистанции 3.8 метра, с периодом интерференционной картины, совпадающим с дробным изображением 1/6.

Изучение свойств интерферометра при высоких энергиях проводилась на «длинной» (~100 м) станции ID11 на ESRF. Регистрация интерференционной картины осуществлялась на дистанции Z_1=52 метра от интерферометра, который располагался на удалении Z_0=42.5 метра от источника.

Было получено фундаментальное (см. рис.4) и частичное изображение Тальбота при энергии излучения 32 и 64 кэВ соответственно. Ширина интерференционного максимума фундаментального изображения соответствовала размеру источника – 14 микрон, что было подтверждено другими методами. Проведённые исследования оптических свойств позволяют говорить о возможности использования данного интерферометра в широком энергетическом диапазоне без каких-либо конструктивных изменений.

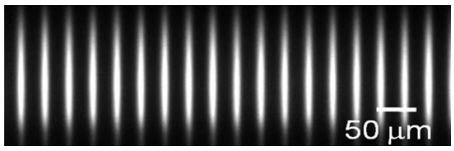


Рис.4. Интерференционные полосы от многолинзового интерферометра при энергии 32 кэВ.

С использованием планарной технологии возможно изготавливать оптические элементы не только для геометрии на прохождение, но и на отражение, обеспечивая качество поверхности достаточное для наблюдения полного внешнего отражения (ПВО) рентгеновского излучения.

В настоящей работе мы предлагаем новый тип зеркального интерферометра, отражающие поверхности которого расположены параллельно друг над другом, что имеет ряд преимуществ, по сравнению с остальными схемами. Существенное уменьшение проекции длины зеркал за счет малых скользящих углов делает эту схему эквивалентной интерферометру Юнга с очень тонкими щелями. Такая организация отражающих поверхностей позволяет охватить весь спектр зазоров между зеркалами для использования интерферометра практически при любых экспериментальных условиях.

Интерферометр состоит из двух параллельных каналов (рис 5), протравленных в кристалле кремния и разделенных промежутком из материала. Отражение рентгеновского излучения происходит от их нижних или верхних боковых стенок (зеркал). Это достигается путём помещения интерферометра в рентгеновский пучок таким образом, чтобы боковые стенки каналов находились друг над другом, а рентгеновское излучение проходило через каналы вдоль кристалла.

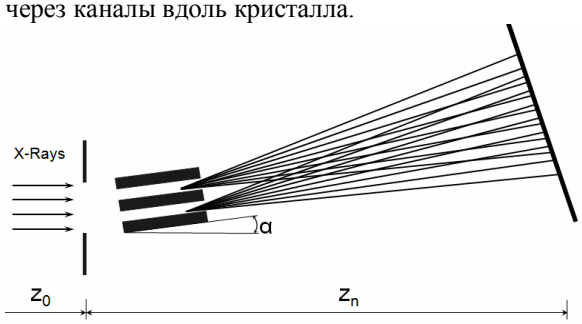


Рис.5. Экспериментальная схема наблюдения интерференции, формируемой зеркальным интерферометром.

На станции ID06 проводились исследования оптических свойств нового интерферометра, который был помещен на дистанции L = 56 метров от источника, энергия излучения составляла 12 кэВ. Съёмка интерференционных картин осуществлялась при различных скользящих углах падения рентгеновского излучения - α, которые достигались путём поворота интерферометра. Исследования проведены как в ближнем, так и

дальнем поле. На рис.6 представлены сечения интерференционных картин при двух углах падения излучения на поверхность зеркал на дистанции Z=1.5 метра (ближнее поле). При большем угле падения излучения наблюдается уменьшение видности (V) интерференционных полос.

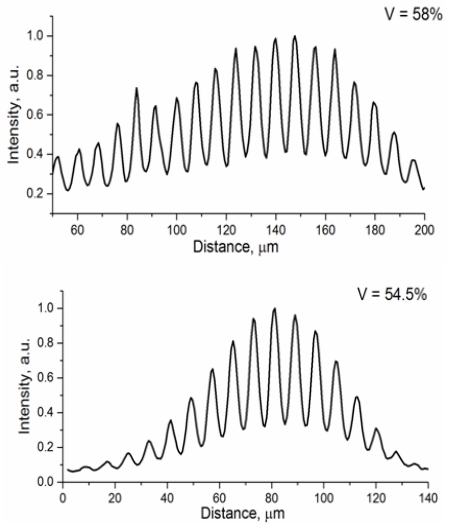


Рис.6. Сечение интерференционных картин, при двух углах падения рентгеновского излучения: 0.004°(вверху), 0.007°(внизу).

Увеличение угла падающего излучения приводит к уменьшению дифракционного уширения отражённых пучков и степени их взаимного перекрытия в ближнем поле, что и снижает контраст. При наблюдении интерференционной картины в дальнем поле дифрагированные пучки перекрываются полностью, и угол поворота интерферометра не влияет на интерференционный контраст. Для наблюдения интерференционной картины в дальнем поле камера располагалась расстоянии 4 метра, энергия излучения составляла 12 кэВ. На рис.7 представлена угловая зависимость видности полос интерференционной картины.

Снижение контраста при увеличении угла падения излучения может быть обусловлено усилением влияния шероховатостей поверхности каналов при приближении к критическому углу ПВО, что позволяет говорить о чувствительности данной методики к качеству поверхности зеркал.

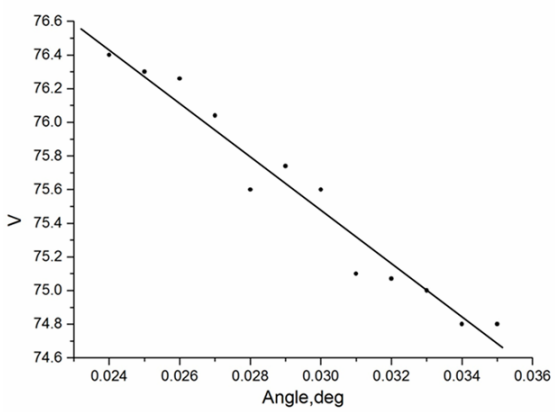


Рис.7. Угловая зависимость видности интерференционных полос в дальнем поле.

Таким образом, MEMS технология позволяет создавать оптические элементы с заданными оптическими свойствами. Существенным достоинством использования планарной технологии является возможность создания рентгенооптических систем объединяющих на одной пластине преломляющие линзы [4], линзовые [5] и зеркальные интерферометры. Такие интерферометры могут быть использованы как для исследования когерентных свойств рентгеновских источников, так и для метрологии и диагностики в широком энергетическом диапазоне. Возможность создавать стоячую рентгеновскую волну в параксиальной геометрии была использована для реализации метода электрохимической фотолитографии [7].

[1] W. Leitenberger, S. M. Kuznetsov, and A. Snigirev, Opt. Commun. 191, 91-96 (2001).
[2] K. Fezzaa, F. Comin, S. Marchesini, R. Coïsson, and M. Belakhovsky, J. Xray. Sci. Technol. 7, 12-23 (1997).
[3] A. Snigirev, I. Snigireva, M. Grigoriev, V. Yunkin, M. Di Michiel, S. Kuznetsov, and G. Vaughan, Proc *SPIE 6705*, 670506 (2007).
[4] A. Snigirev, V. Kohn, I. Snigireva, B. Lengeler, Nature, 384, 49-51, 1996
[5] A. Snigirev, I. Snigireva, V. Kohn, V. Yunkin, S. Kuznetsov, M.B. Grigoriev, T. Roth, G. Vaughan, C. Detlefs, Phys. Rev. Lett., 103 (2009) 064801
[6] Winthrop T. and Worthington R., J. Opt. Soc. Am. 55, 373 (1965)
[7] A. Eliseev, N. Sapoletova, I. Snigireva, A. Snigirev, K. Napolskii, Angew. Chem. Int. Ed. 51, 11602-11605 (2012).

Рентгеновский фазовый контраст микропор в кристаллах SiC: эксперимент и численное моделирование

Т. С. Аргунова,[1] В. Г. Кон[2]
[1]*Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе, г. С.-Петербург, Россия*
[2]*НИЦ «Курчатовский Институт», г. Москва, Россия*
e-mail: argunova2002@mail.ru

В условиях высокой пространственной когерентности, обеспечиваемой источниками синхротронного излучения (СИ) третьего поколения, фазовый контраст от микрообъектов можно наблюдать, используя пучки с низкой [1] степенью монохроматизации. Ранее было показано, что те объекты, границы которых отклоняют рентгеновские лучи на довольно большие углы, могут формировать фазово-контрастные изображения на малых расстояниях от детектора (то есть в ближнем поле) даже в отсутствие монохроматизации [2]. Целью данной работы является исследование микрообъектов малого сечения, вызывающих малый сдвиг фазы. Примерами таких объектов являются микропоры в кристаллах; например, микротрубки (МТ) в карбиде кремния (SiC).

Мы измеряли изображения МТ, используя простую схему (Рис. 1*a*), на источнике СИ средней яркости Pohang Light Source (PLS) в г. Поханге, Республика Корея. Излучение от поворотного магнита (с вертикальным размером источника $S = 60$ мкм на расстоянии $z_0 = 32$ м от образца) сквозь Be окно и щели 1 падало на образец 2 – пластину SiC, и возбуждало флуоресценцию кристалла-сцинтиллятора 3 за образцом. Интенсивность света, отраженного от зеркала 4, измерялась детектором 6. Объектив 5 (20×) увеличивал оптическое изображение. В схеме не было монохроматора, и высокая интенсивность СИ обеспечивала милли-секундные экспозиции даже для толстых образцов SiC.

В отсутствие монохроматора спектр СИ тем не менее имел максимум при определенной энергии, формируя «розовый» пучок [3]. Спектральный максимум с энергией $E = 16$ keV ($\lambda = 0.775$ Å) и полушириной $\Delta E = 24$ keV ($\Delta\lambda = 0.52$ Å) формировался за счет поглощения в Be окне и пластине SiC толщиной 490 мкм. В этом случае длины временной L_t и пространственной L_s когерентности были равны: $L_t = \lambda^2/\Delta\lambda = 1.2$ Å; $L_s = \lambda/\alpha = 42$ мкм, где $\alpha = S/z_0$ – угловой размер источника. Поскольку диаметры d микротрубок в SiC могут иметь значения от долей микрона до десятков микрон [4], $L_s >> d$. Величина L_t была очень мала однако достаточна для формирования интерференционной картины в центральной части изображения МТ.

В ближнем поле радиус первой зоны Френеля $r_1 = (\lambda z_1)^{1/2} < d$ (где z_1 - расстояние от детектора), и размер изображения примерно равен размеру МТ, а контраст слабый. Однако, контраст и размер изображения существенно больше в дальнем поле, где $r_1 >> d$. Поэтому, с одной стороны, микрообъекты целесообразно исследовать в дальнем поле, поскольку разрешение современных детекторов не может быть меньше микрона. С другой стороны восстановление размеров объекта из его изображения нуждается в компьютерном моделировании. В работе показано, как при помощи моделирования можно определить размер, форму и ориентацию МТ в пластине SiC, имея всего одну проекцию.

Компьютерная программа Fit Micro Tube Image (FIMTIM) была разработана (с использованием языков Java и ACL-Advanced Command Language [5]) для восстановления сечений микрообъектов трубчатой формы – таких, как МТ в SiC. Сечение МТ пучком (в общем случае эллиптической формы) определялось диаметрами D и D_0 поперек и вдоль пучка, соответственно. Теоретические основы моделирования были изложены в ранее [6, 7]. Программа выполняла подгонку теоретического профиля интенсивности под экспериментальный, считывая экспериментальный профиль и вычисляя расчетный профиль много раз, исходя из переменных предустановленных параметров D и D_0. Она автоматически находила ближайший минимум суммы наименьших квадратов $\chi^2(D, D_0)$ на сетке точек с определенным шагом, постепенно уменьшая шаги. Расчетная кривая вычислялась суммированием отдельных кривых для различных монохроматических компонент с учетом реального спектра излучения, фиксируемого детектором. Спектр вычислялся в самой программе. Одновременно проводилась оценка точности определения диаметров по чувствительности теоретических кривых к их изменению. После нахождения минимума, программа могла по требованию отобразить его область. Точность результатов оценивалась путем исследования кривых $\chi^2 - \chi^2_{min.} = B$ для

различных значений B и выводилась на дисплей в виде карты $\chi^2 - \chi^2_{min.}(D, D_0)$.

На Рис. 1*b* показано изображение МТ в пластине 4*H*-SiC с ориентацией $(\bar{1}100)$. Профиль интенсивности был измерен с помощью программы ImageJ поперек изображения, т.е. вдоль оси x, и записан в виде числового массива. Программа FIMTIM считала профиль и выполнила серию подгонок.

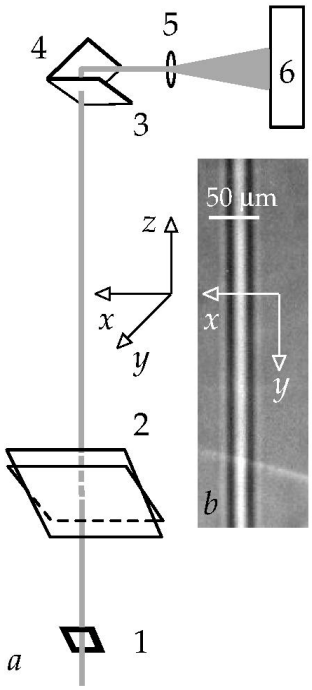


Рис. 1. a) Схема эксперимента: 1 - щель; 2 - образец; 3 - сцинтиллятор (толщиной 150 мкм); 4 - зеркало; 5 - объектив; 6 - детектор. b) Фазово-контрастное изображение микротрубки в SiC. Расстояние образец-детектор 40 см.

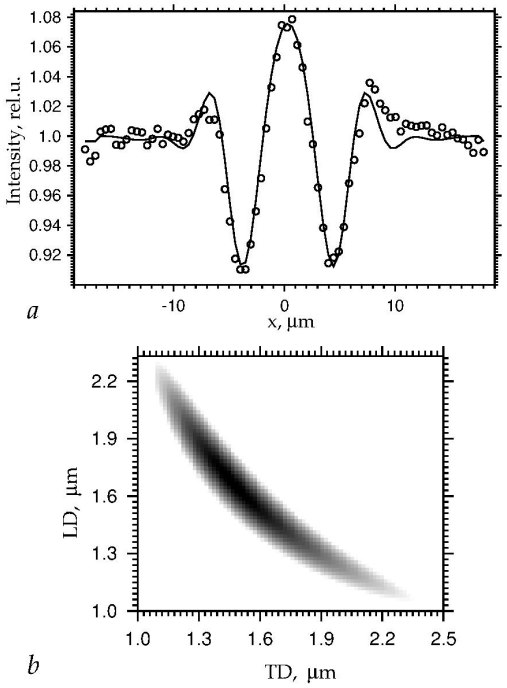


Рис. 2. a) Экспериментальный и теоретический профили интенсивности для случая наилучшего совпадения ($\chi^2_{min.}=9.8\times10^{-5}$). b) Карта $\chi^2 - \chi^2_{min}$ в зависимости от D и D_0 вблизи точки минимума.

На Рис. 2*a* можно видеть расчетную (сплошная линия) и нормированную экспериментальной (круглые маркеры) кривые, соответствующие минимальному значению $\chi^2_{min.}=9.8\times10^{-5}$. Наилучшее совпадение профилей было достигнуто для $D = 1.36$ мкм и $D_0 = 1.82$ мкм. Карта распределения $\chi^2 - \chi^2_{min.}$ в зависимости от D и D_0 вблизи точки минимума показана на Рис. 2*b*. На карте черный и белый цвет соответствуют $\chi^2_{min.} = 9.8\times10^{-5}$ и $\chi^2_{max.} = 1.13\times10^{-4}$, соответственно. Все значения $\chi^2 > \chi^2_{max.}$ заменялись на χ^2_{max}. Можно видеть, что область малых величин χ^2 не локализована. Она имеет минимальный размер вдоль направления $D = D_0$ и максимальный – в перпендикулярном направлении.

Карта отражает установленную нами особенность изображений микрообъектов в дальнем поле [8]: изменение размеров сечения микротрубок не приводит к изменению размеров их изображений, а влияет только на контраст. Этот эффект обусловлен дифракцией Фраунгофера в частном случае объектов с малым продольным размером, когда фазовый сдвиг $\Delta\omega < 1$.

Далее рассмотрен более сложный случай: пусть МТ эллиптического сечения параллельна оси y (Рис. 1), и пусть ее сечение поворачивается вокруг этой оси так, что большая полуось эллипса образует угол φ с осью x. Тогда D и D_0 (т. е. расстояния поперек и вдоль пучка) не будут равны истинным диаметрам d и d_0 сечения МТ. Зная угол φ можно определить d и d_0 из D и D_0 с помощью соотношений:

$D = [(d\cos\varphi)^2 + (d_0\sin\varphi)2]^{1/2}$, $D_0 = d_0 d / D$ [6].

Однако измерить угол φ достаточно сложно. Тем не мнее, его можно определить при помощи FIMTIM.

На Рис. 3 показано изображение участка МТ с переменным контрастом. В нижней части изображения трубка имеет светлую середину и темные края; в средней части середина выглядит более темной, и в верхней части она снова светлеет. Можно предположить, что изменение контраста отражает изменение либо размера, либо формы данной МТ, либо и размера, и формы. Строго говоря, в этих случаях моделирование в рамках одномерной модели не применимо. Однако для достаточно медленных изменений моделирование возможно.

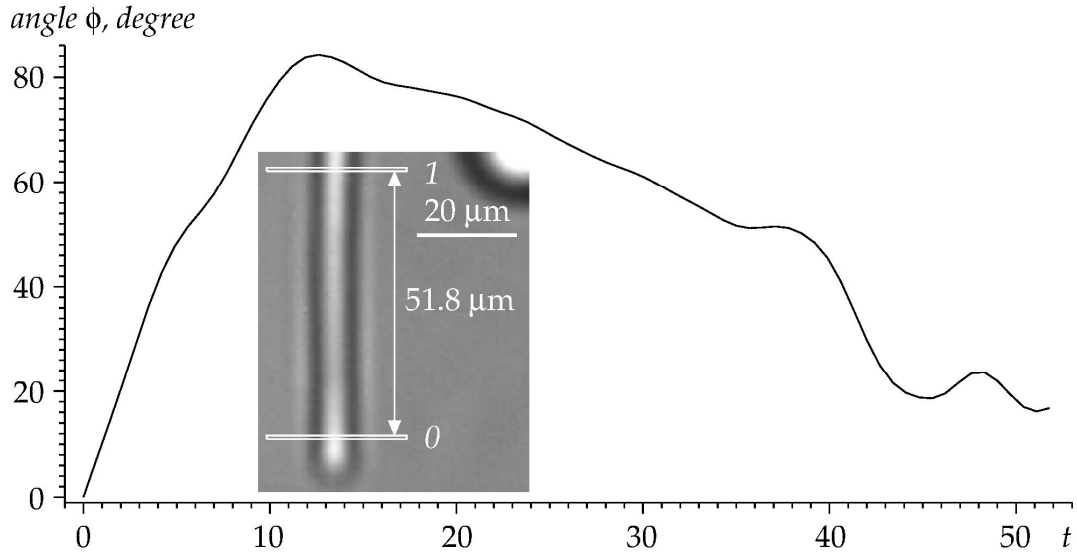


Рис. 3. Зависимость угла поворота φ эллиптического сечения от расстояния вдоль оси трубки t, мкм. На вставке показано изображение участка микротрубки вблизи источника ее зарождения (внизу). 0 и 1 – уровни вдоль оси, ограничивающие интервал моделирования изображения. Направление роста кристалла – снизу вверх.

Профили интенсивности были измерены с мелким шагом на участке между уровнями 0 и 1 (Рис. 3), то есть на отрезке длиной $t = 51.8$ мкм. Поскольку радиус первой зоны Френеля на расстоянии 45 см от детектора равен $r_0 = 5.9$ μm, $t = 4.4\, r_0$. В этом случае одномерная модель применима. Отметим, что распространение МТ (вместе с ростом кристалла) происходило снизу вверх. Фитирование профилей и обработка данных показали, что между уровнями 0 и 1 площадь сечения МТ изменялась слабо, а диаметры D и D_0 - очень сильно. Построив зависимости $D(t)$ и $D_0(t)$ мы увидели поворот эллиптического сечения МТ вокруг оси трубки с небольшим изменением формы эллипса. Влияние формы на вычисление угла поворота было устранено путем деления D на отношение площадей сечений в текущей и в начальной точках интервала. Приняв, что угол φ равен нулю на уровне 0 (т.е. вблизи источника зарождения микротрубки) и определен в интервале от 0 до 90°, получаем, что $d = D$, $d_0 = D_0$ на уровне 1, а в остальных точках имеем $D = [(d\cos(\varphi)^2 + (d_0 \sin(\varphi)^2]^{1/2}$, $D_0 = d\, d_0/D$. Так как площадь сечения в основном сохраняется, то $\sin(\varphi) = [(1 - S^2/d^2)/(1 - d_0^2/d^2)]^{1/2}$, $S = D$ или $S = d\, d_0/D_0$.

Зависимость $\varphi(t)$ угла поворота φ (в направлении от D к D_0) от расстояния t показана на Рис. 3. Кривая сглажена, чтобы ликвидировать случайные отклонения. Можно видеть, что происходит поворот эллиптического сечения от 0 до 90° и обратно. Асимметричная форма кривой означает, что в начале своего распространения (т.е вблизи начала координат на Рис. 3) трубка поворачивается очень быстро. Возврат формы в исходное состояние более медленный.

Таким образом, с помощью программы FIMTIM мы получили информацию о размере, форме и ориентации сечения МТ в пластине SiC всего лишь из одной проекции. Как известно, метод томографии, который не использует моделирование, позволяет реконструировать объемное изображение на основе серии проекций. Однако в нашем случае томография бессильна по ряду причин. Образец имеет форму пластины, и положение оси трубки в объеме образца заранее неизвестно. В ближнем поле, т. е. там, где томография наиболее эффективна, контраст изображения МТ слишкой слабый, а размер его слишком незначителен для эффективной работы детекторов.

[1] Hwu Y., Hsieh H., Lu M-J., Tsai W.L., et al, J. Appl. Phys., **86**, 4613 (1999).
[2] Hwu Y., Tsai W-L., Groso A., Margaritondo G., Je J.H., J. Phys. D: Appl. Phys., **35**, R105 (2002).
[3] Kohn V.G., Argunova T.S., Je J.H., Appl. Phys. Let., **91**, 171901 (2007).
[4] Huang X.R., Dudley M., Vetter W.M., *et al.*, Appl Phys. Lett., **74**, 353 (1999).
[5] The program can be freely downloaded at http://vkacl.narod.ru/
[6] Argunova T.S., Kohn V.G., Je J.H., Поверхность, **12**, 48 (2008).
[7] Kohn V.G., Argunova T.S., Je J.H., AIP Advances, **3**, 122109 (2013).
[8] Kohn V.G., Argunova T.S., Je J.H., J. Phys. D: Appl. Phys., **43**, 442002 (2010).

Рентгенодифракционная характеризация синтетических кристаллов граната, алмаза и сапфира

И.А. Прохоров[1], В.Е. Асадчиков[2], Б.С. Рощин[2], В.И. Стрелов[1], В.Г. Ральченко[3], А.П. Большаков[3]

[1]*Филиал ФГБУН Института кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН Научно-исследовательский центр «Космическое материаловедение», Калуга, Россия*

[2]*ФГБУН Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва, Россия*

[3]*ФГБУН Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Москва, Россия*

e-mail: igor.prokhorov@mail.ru

Синтетические кристаллы гранатов, алмаза и сапфира, благодаря уникальным свойствам этих материалов: высокая твёрдость, химическая и радиационная стойкость, прозрачность, малый коэффициент теплового расширения и др., находят широчайшее применение в различных областях науки и техники. В частности, монокристаллы со структурой граната используются при создании высокоэффективных твердотельных лазеров. Подложки из сапфира (α-Al_2O_3) находят широкое применение в микроэлектронике для получения эпитаксиальных слоев КНС (кремний на сапфире), GaN, InN, GaP, для производства интегральных схем, высокоинтенсивных светодиодов и СВЧ транзисторов. Кроме того, синтетические монокристаллы алмаза и сапфира рассматриваются как перспективные для использования в качестве монохроматоров и оптических элементов для нового поколения синхротронных источников с исключительно высокими потоками излучения [1, 2]. При этом, как правило, предъявляются чрезвычайно высокие требования к однородности кристаллов и их структурному совершенству. Для характеризации кристаллов с высоким структурным совершенством необходимо использовать адекватные высокочувствительные методы изучения реальной структуры кристаллов.

В настоящей работе обобщается опыт практического применения высокочувствительных неразрушающих методов двухкристальной рентгеновской дифрактометрии и топографии при совершенствовании технологии получения высокооднородных синтетических кристаллов гранатов, сапфира, алмаза. Оптимизированы условия проведения дифракционных исследований кристаллов с использованием монохроматоров из Ge. Выявлены основные дефекты структуры (дислокации, дефекты упаковки, макронеоднородности распределения состава, полосы роста, включения второй фазы и др.), возникающие в кристаллах в процессе их получения.

Исследования методами двухкристальной рентгеновской дифрактометрии и плосковолновой топографии на отражение проводили на двухкристальном рентгеновском дифрактометре в $CuK_{\alpha 1}$ излучении. Известно, что эффективность указанных методов существенно возрастает при использовании бездисперсионной (n,-n) установки кристаллов. Однако высокая твердость алмаза и сапфира затрудняет изготовление из этих материалов прецизионно ориентированных сильно асимметричных кристаллов-монохроматоров. Кроме того, кристаллы алмаза, сапфира и граната (по крайней мере, на начальных этапах отработки технологии выращивания) по структурному совершенству, как правило, уступают элементарным полупроводникам Ge и Si. В этой связи в настоящей работе для расширения пучка и формирования почти плоской волны использовали сильно асимметричные отражения от монохроматоров из высокосовершенного бездислокационного германия. Использовали отражения типа 511 (угол Брэгга $\theta \sim 45.07°$, фактор асимметрии отражения $b \sim 0.01$, расходимость пучка после монохроматора составляет ~ 0.5") и 620 (угол Брэгга $\theta \sim 59.52°$, фактор асимметрии отражения $b \sim 0.06$). Исследования кристаллов проводили в отражениях, хорошо согласующихся по брэгговскому углу с отражением от монохроматора. Применение сильно асимметричной дифракции на кристалле-монохроматоре позволило свести к минимуму влияние эффекта свертки. Использованный метод позволяет с высокой чувствительностью выявлять структурные дефекты в приповерхностной области кристаллов толщиной до нескольких десятков микрон. Топографические исследования проводили в широком пучке с использованием щели шириной ~ 0.5 см. При дифрактометрических исследованиях использовали одинарную щель. Измерения с использованием двойной щели [3] позволяли определять радиус кривизны пластин с чувствительностью до $R \sim 1$ км.

Впервые, рассматриваемый метод мы начали применять при исследовании монокристаллов гадолиний-галлиевого граната $Gd_3Ga_5O_{12}$ (ГГГ), когда в семидесятые годы прошлого века возникла острая потребность в высокооднородных бездислокационных кристаллах ГГГ для использования в качестве подложек при получении эпитаксиальных феррит-гранатовых плёнок с цилиндрическими магнитными доменами. Нахождение в составе ГГГ тяжелых металлов приводит к сильному поглощению

рентгеновского излучения, что практически исключает возможность использования рентгенотопографических методов на просвет.

На Рис. 1 представлена двухкристальная топограмма монокристалла ГГГ, выращенного методом Чохральского в кристаллографическом направлении <111> из расплава с 5% избытком Ga_2O_3 на этапе отработки технологии роста. Отчетливо выявляется полосы роста, выделения второй фазы и макронеоднородность распределения состава, обусловленная проявлением “эффекта грани”. В процессе роста на фронте кристаллизации появляются макроскопические грани {211} и {110}, с развитием которых связано формирование центральной трехлепестковой части и округлых пятен на периферии соответственно.

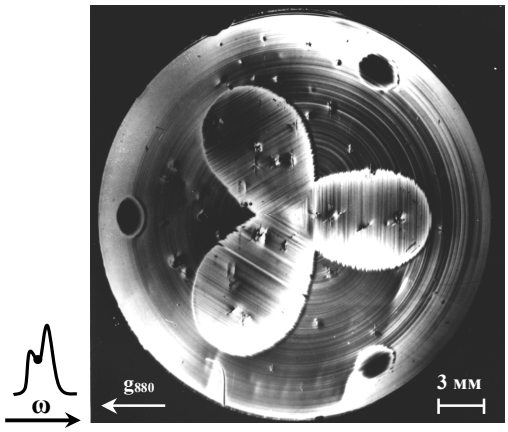


Рис. 1. Двухкристальная рентгеновская топограмма монокристалла $Gd_3Ga_5O_{12}$, выращенного из расплава с 5% избытком Ga_2O_3. $CuK_{\alpha 1}$ излучение, отражение 880 (угол Брэгга $\theta \sim 44.8°$), монохроматор Ge_{511}.

В результате проведённых исследований установлено, что для получения наиболее совершенных по структуре монокристаллов ГГГ необходимо проводить технологический процесс роста из расплава с избыточным содержанием Gd_2O_3, соответствующим составу $Gd_{3.4}Ga_{4.6}O_{12}$ (для предотвращения выпадения второй фазы), поддерживая фронт кристаллизации близким к плоскому (для исключения "эффекта грани"), и с последующим продолжительным высокотемпературным отжигом кристаллов для снятия термоупругих напряжений. Оптимизация состава и технологии выращивания кристаллов на основе анализа рентгенодифракционных данных обеспечила получение высокосовершенных бездислокационных монокристаллов ГГГ и сложно-замещённых гранатов на его основе для магнитооптики, СВЧ-техники, лазеров и других применений.

На Рис. 2 приведена топограмма сильно дефектного кристалла алмаза группы Ib, выращенного в аппарате высокого давления (метод HPHT – high pressure, high temperature). Топограмма получена методом двухкристальной рентгеновской топографии в отражении 113 (угол Брэгга $\theta \sim 45.7°$). Полуширина кривой качания асимметричного отражения 113 в топографическом режиме с полным омыванием образца пучком составила $\Delta\omega_{1/2}$ = 4.9", пиковое отражение R ~ 0.73. На топограмме выявляется ярко выраженная макронеоднородность распределения периода кристаллической решетки по площади пластины, обусловленная неоднородностью распределения примесей (преимущественно азота) в различных секторах роста кристалла. Контраст изображения соответствует увеличению периода кристаллической решётки в областях с повышенным содержанием азота (крестообразная фигура) [4]. Кроме того, выявляются дислокации, дефекты упаковки, границы между секторами роста, полосы роста, следы механических повреждений и некогерентные (без полей деформации) включения второй фазы.

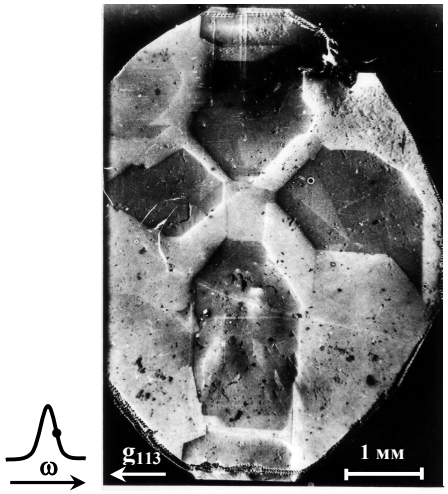


Рис. 2. Двухкристальная рентгеновская топограмма HPHT кристалла алмаза ориентации (001). $CuK_{\alpha 1}$ излучение, отражение 113. Контраст обратный, показана проекция вектора дифракции на плоскость топограммы.

В наиболее совершенных HPHT кристаллах алмаза наблюдались лишь единичные дислокации, что свидетельствует о достаточно высокой степени структурного совершенства кристаллов и позволяет использовать их в качестве подложек для получения гомоэпитаксиальных CVD плёнок.

Исследования эпитаксиальных структур алмаза CVD/HPHT методом двухкристальной топографии выявили пучки дислокаций, зарождающихся на границе плёнка-подложка (Рис. 3). Их образование связанно с релаксацией упругих напряжений, возникающих в структуре из-за несоответствия периодов кристаллических решёток подложки и плёнки.

Несоответствие периодов $\Delta a/a \sim 4.8 \cdot 10^{-5}$ обусловлено высокой концентрацией примесного азота ($C_N \sim 7 \cdot 10^{19}$ см$^{-3}$) в Ib подложках алмаза. Критическая толщина псевдоморфной пленки для

такого несоответствия составляет t_c ~ 4.1 мкм [4]. При больших (~ 620 мкм) толщинах пленок, более чем на два порядка превышающих критическое значение, происходит интенсивная релаксация упругих напряжений, сопровождающаяся формированием большой плотности дислокаций. В этой связи для повышения структурного совершенства толстых CVD пленок алмаза необходимо, как минимум, использовать безазотные подложки алмаза группы IIa.

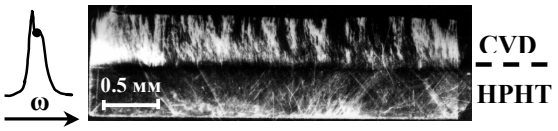


Рис. 3. Двухкристальная рентгеновская топограмма поперечного (110) среза гомоэпитаксиальной структуры алмаза CVD / HPHT (001). $CuK_{\alpha 1}$ излучение, отражение 113, ω_B геометрия дифракции.

Сравнительные исследования кристаллов сапфира, выращенных различными методами: Вернейля, Чохральского, Киропулоса-Мусатова, методом теплообмена (heat exchange method - HEM) показали, что структурное совершенство кристаллов существенно зависит от метода их выращивания.

Кристаллы, выращенные методом Вернейля, как правило, были блочными. Кривые качания состояли из нескольких перекрывающихся пиков, с шириной области отражения до 30'.

Исследование кристаллов сапфира ориентации (01-12), выращенных методом Чохральского, и используемых для получения структур КНС, показали, что основными дефектами в таких кристаллах являются дислокации со средней плотностью $N_D \sim 2\times10^3$ см$^{-2}$. Духкристальная рентгеновская топография в отражении 13-44 (рис. 4.) выявила дислокации, частично сгруппированные в полосах скольжения, и слабый рисочный фон от обработки. Это свидетельствует о недостаточной величине съема на этапе химико-механической полировки.

К сожалению, качество кристаллов, выращенных методом HEM, оценить в полной мере не удалось из-за плохого качества обработки пластин.

Наименьшая плотность дислокаций на уровне $N_D \sim 10^2$ см$^{-2}$ зарегистрирована в кристаллах, выращенных методом Киропулоса. Однако плосковолновая топография в отражении 000.12 выявила значительные структурные неоднородности в приповерхностной области одного из кристаллов (Рис. 5), связанные как с особенностями структурного состояния кристалла, так и с его обработкой. Топография на просвет в белом пучке синхротронного излучения выявила геликоидальные дислокации в этом кристалле, что свидетельствует о высокой концентрации точечных дефектов. Очевидно, это затрудняет генерацию и движение дислокаций, обеспечивая их низкую плотность, однако способствует образованию микротрещин (стрелка на Рис. 5).

Тестирование этого кристалла на предмет возможности его использования в качестве обратно рассеивающего монохроматора в синхротронных экспериментах по неупругому ядерному резонансному рассеянию дало обнадеживающие результаты [2], поскольку разрешение в удовлетворяющей по размеру малой (~ 1 мм^2) области кристалла составило менее 2 мэВ на энергии 24 кэВ.

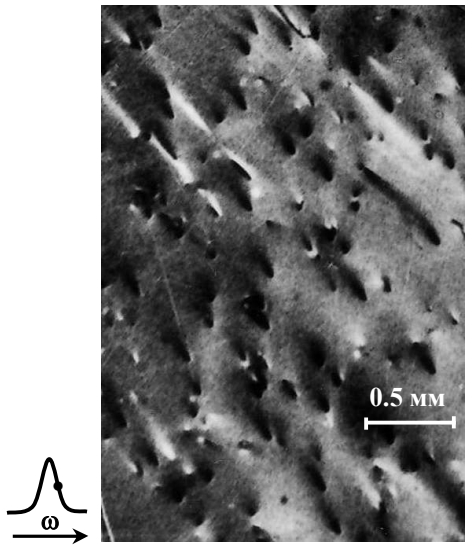


Рис. 4. Двухкристальная рентгеновская топограмма участка пластины сапфира ориентации (01-12) с дислокациями. $CuK_{\alpha 1}$ излучение, асимметричное отражение 13-44 (угол Брэгга $\theta \sim 45.57°$), ω_B геометрия дифракции, монохроматор Ge $_{511}$. Полуширина кривой качания составляет $\Delta\omega_{1/2} = 4.9''$.

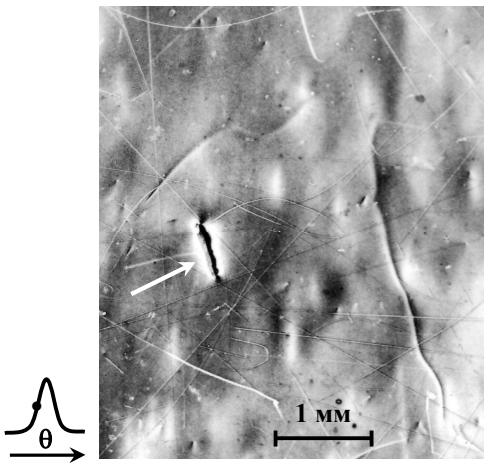


Рис. 5. Двухкристальная рентгеновская топограмма участка пластины сапфира ориентации (0001). $CuK_{\alpha 1}$ излучение, симметричное отражение 000.12 (угол Брэгга $\theta \sim 45.33°$), монохроматор Ge $_{511}$. Полуширина кривой качания составляет $\Delta\theta_{1/2} = 2.4''$.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект №13-02-91325-СИГ_а).

[1] Shvyd'ko Yu., Stoupin S., Blank V., Terentyev S., Nature Photonics, **5**, 539 (2011).
[2] Asadchikov V.E., Hermann R.P. et al, ESRF Users' Meeting, Grenoble, 3-5 February, 34 (2014).
[3] Прохоров И.А., Захаров Б.Г., Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед., №2, 106 (1999).
[4] Prokhorov I.A., Ralchenko V.G., Bolshakov A.P. et al, Crystallography Reports, **58**, No. 7, 1010 (2013).

Рентгенооптическая дифрактометрия Si-Ge нано-гетероструктуры

П.А. Ершов[1], С. М. Кузнецов[2], И.И. Снигирева[3], В.А. Юнкин[2], А.Ю. Гойхман[1], А.А. Снигирев[3]

[1]*Балтийский Федеральный Университет им. И. Канта, Калининград, Россия*

[2]*Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, Черноголовка, Россия*

[3]*Европейский Центр Синхротронного Излучения, Гренобль, Франция*

e-mail: fofan89@gmail.com

Одним из направлений развития нано- и микро- электроники является создание трехмерных полупроводниковых структур малого размера. Примером использования таких технологий является КМОП матрицы для детектирования электромагнитного излучения, где на подложке расположены миллионы пикселов – полупроводниковых гетероструктур [1]. Одним из мощных инструментов изучения таких объектов является рентгеновская дифрактометрия. В своей работе мы использовали преломляющую рентгеновскую оптику как анализатор волнового фронта, сформированного в результате дифракции рентгеновской волны от упорядоченных нано-кристаллических структур.

Нами были получены карты обратного пространства для Si-Ge наногетероструктуры с использованием преломляющей оптики в качестве Фурье преобразователя, когда рентгеновская камера помещается в фокальную плоскость линзы, а линза помещается до или после образца [2].

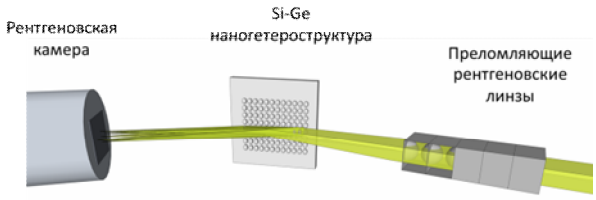


Рис.1 Геометрия эксперимента.

Эксперименты были проведены в Европейском Центре Синхротронного Излучения (ESRF) на станции ID06 (Гренобль, Франция). Экспериментальная схема представлена иа Рис. 1. Si-Ge наногетероструктуры представляют собой 100 нм германиевые нанокристаллы, стоящие на периодической решетке из кремниевых столбов, 90 нм шириной и 150 нм высотой, расстояние между которыми составляет 360 нм (Рис. 2). Эта наногетероструктура была выращена на подложке кремния (001).

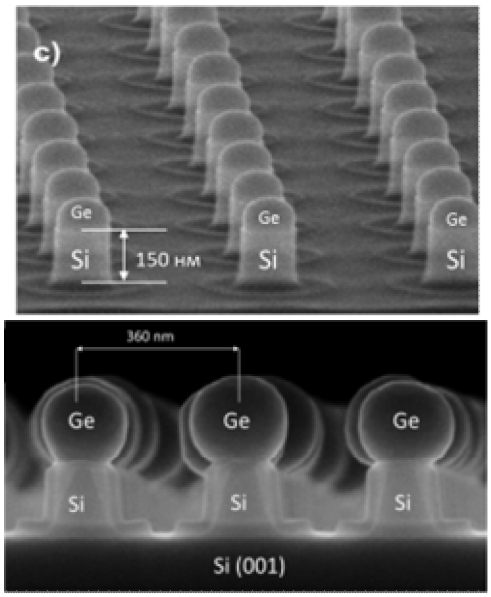


Рис.2 РЭМ изображения Si-Ge нано-гетероструктуры (взято из статьи [3])

Карты обратного пространства были построены около отражений кремния и германия (400) (Рис. 3). Благодаря 40 мкм размеру источника и 60 м оптическому пути нами было получено угловое разрешение 4 мкрад, что превосходит разрешение традиционных дифрактометрических методов. За счет использования 16 битной КМОП камеры Photonic Science были получены карты обратного пространства с высоким динамическим диапазоном.

Полученные экспериментальные данные дали детальную информацию о пространственной ориентации, кристаллической структуре и периодичности исследуемой наногетероструктуры.

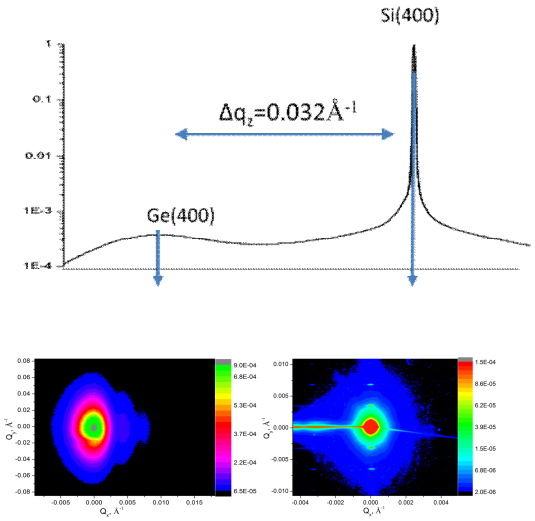


Рис.3 Брэгговские отражение кремния и германия (400) от наногетероструктуры (сверху), соответствующие карты обратного пространства (снизу).

Работа выполнена при поддержке Министерства Образования и Науки Российской Федерации (грант № 14.Y26.31.0002, грант № 02.G25.31.0086). Авторы выражают благодарность доктору П. Цаумзайль (Peter Zaumseil) за предоставленные образцы - Si-Ge нано-гетероструктуры, Любомирскому Михаилу, П. Ваттекампсу (Pierre Wattecamps) и Карстону Детлефсу (Carsten Detlefs) за помощь в проведение экспериментов.

[1] N. Wermes, Nucl. Instr. and Methods in Physics Research A, 512, 277–288 (2003).
[2] P. Ershov, S. Kuznetsov, I. Snigireva, V. Yunkin, A. Goikhman and A. Snigirev, J. Appl. Cryst. 46, 1475–1480 (2013).
[3] P. Zaumseil and et al., Journal Of Applied Physics, 109, 023511 (2011)

Рентгеноструктурная диагностика полупроводниковых систем с квантовыми точками

Д. В. Сивков[1]
[1]*Отдел математики КомиНЦ УрО РАН, Сыктывкар, Россия*
e-mail: danjorno@yandex.ru

Полупроводниковые структуры с квантовыми точками (КТ) широко применяются в приборах электроники, фотоники и оптоэлектроники [1], при этом возникающие квантовые эффекты существенно зависят от размеров, формы и пространственного расположения КТ в эпитаксиальных системах, а также распределения упругих деформаций, возникающих из-за несоответствия параметров решеток КТ и материала матрицы. Поэтому определение параметров КТ является актуальной задачей. Эффективным неразрушающим методом исследования эпитаксиальных систем с квантовыми точками является высокоразрешающая рентгеновская дифрактометрия [2].

КТ представляют собой структурные дефекты [3], на которых происходит диффузное рассеяние. Его угловое распределение зависит от формы и размеров КТ, а так же связанных с ними упругих деформаций кристаллической структуры.

В работе проведены теоретические исследования диффузного рассеяния от скрытых КТ с учетом упругих полей деформаций в кристаллической матрице вокруг квантовых точек. При этом решения для атомных смещений вокруг КТ, имеющих форму сфероида, цилиндра, усеченного конуса и усеченной пирамиды, получены с использованием метода функции Грина [4]. Представленный подход был использован нами ранее для цилиндрических, конусообразных и сфероидальных квантовых точек [5]. В настоящем докладе впервые рассматривается задача для КТ в форме усеченной пирамиды, которая является более сложной из-за наличия наклонных граней и острых ребер между гранями.

Угловое распределение интенсивности рассеяния зависит от величины вектора $\boldsymbol{q}$, задающего отклонение вектора дифракции от узла обратной решетки. Выражение для интенсивности имеет вид

$$I_n^d(\mathbf{q}) = K_D \left| D(\mathbf{q}) \right|^2 / V_{QD}, \qquad (1)$$

где K_D – постоянный коэффициент, зависящий от концентрации КТ и рассеивающей способности кристалла, V_{QD} - объем квантовой точки. Амплитуда диффузного рассеяния в (1) равна

$$D(\mathbf{q}) = D_{SW}(\mathbf{q}) + D_D(\mathbf{q}). \qquad (2)$$

где первое слагаемое $D_{SW}(\mathbf{q})$ – амплитуда диффузного рассеяния от кристаллической матрицы без учета упругих деформаций вне КТ (рассеяние Стокса-Вильсона), для которой имеются известные аналитические решения [6]. Второе слагаемое $D_D(\mathbf{q})$ учитывает влияние полей атомных смещений вблизи КТ и может быть записано в виде

$$D_D(\mathbf{q}) = \int_{\notin V_{QD}}^{\infty} [1 - \exp(i\mathbf{hU})] \exp(i\mathbf{qr})\, dr. \qquad (3)$$

Для расчета вектора упругих смещений сфероидальной КТ использовалась аналогия между задачами электростатики и теорией упругости [7] и запишем выражение для вектора упругих смещений в точке r, возникающих в среде.

$$\mathbf{U}(\mathbf{r}) = \Lambda \int_V \frac{\mathbf{r} - \mathbf{r}'}{\left|\mathbf{r} - \mathbf{r}'\right|^3} d\mathbf{r}'. \qquad (4)$$

Представляя поле атомных смещений от КТ в виде ряда [8], получим выражение для $\mathbf{U}(\mathbf{r})$ в виде суммы

$$\mathbf{U}(\mathbf{r}) = A \sum_{n=0}^{\infty} C_n \left((l_z/2)^2 - R^2 \right)^n P_{2n}(\cos\theta) \frac{\mathbf{r}}{r^{2n+3}}. \qquad (5)$$

Здесь $A = \Lambda V_{ell}$, где $\Lambda = \varepsilon(1+\nu)/(4\pi(1-\nu))$, ν – коэффициент Пуассона, ε – рассогласование решеток КТ и матрицы, $V_{ell} = (2\pi/3) l_z R^2$ – объем КТ, C_n – константы.

Из (5) можно получить амплитуду диффузного рассеяния на полях атомных смещений вблизи КТ в виде разложения по мультиполям

$$D_D(\mathbf{q}) = D_H(\mathbf{q}) + \sum_{n=1}^{\infty} D_n(\mathbf{q}), \qquad (6)$$

где амплитуда хуанговского рассеяния:

$$D_H(\boldsymbol{q}) = \frac{2\pi A \boldsymbol{hq}}{q^2} \Phi_0(q, R, l_z). \qquad (7)$$

Здесь функция $\Phi_0(q,R,l_z)$ зависит от $q = \sqrt{q_x^2 + q_y^2 + q_z^2}$ и параметров сфероида R, l_z:

$$\Phi_0(q, R, l_z) = \int_{-1}^{1} dx \exp(iq\rho(x, R, l_z)x),$$

где $\rho(x, R, l_z) = R\left(1 + \left[\frac{R^2}{(l_z/2)^2} - 1\right] x^2\right)^{-1/2}$.

Следующие мультипольные поправки

$$D_n(\mathbf{q}) = 2\pi(-1)^{n+1} C_n A [(l_z/2)^2 - R^2]^n \times \mathbf{hq} q^{2n-2} \Phi_n(q, R, l_z), \qquad (8)$$

где

$$\Phi_n(q,R,l_z)=\int_{-1}^{1}dxP_{2n}(x)x^{2n}e^{iq\rho(x,R,l_z)x}f_n(iq\rho(x,R,l_z)x)\cdot$$

Здесь множитель $f_n(iqp(x,R,l_z)x)$ представляет собой рекуррентную функцию, первое значение которой определяется через интегральную экспоненту. Для того чтобы учесть влияние соседних КТ на атомное смещение, аналогично работе [8] введем понятие границы смещения – расстояние на котором смещение спадает до нуля. Выражение (4) примет вид:

$$\mathbf{U}^{lim}(\mathbf{r})=A\sum_{n=0}^{\infty}C_n\left((l_z/2)^2-R^2\right)^nP_{2n}(\cos\theta)\times \times\left(1-\frac{R_0^{2n+3}(\theta)}{R_1^{2n+3}(\theta)}\right)^{-1}\left(1-\frac{r^{2n+3}}{R_1^{2n+3}(\theta)}\right)\frac{\mathbf{r}}{r^{2n+3}} \quad (9)$$

где $R_0(\theta)$ – задает границу КТ, а $R_1(\theta)$ – задает расстояние от центра КТ, на котором величина упругого смещения спадает до нуля. Для поля смещений спадающего на бесконечность ($R_1(\theta)\to\infty$) выражение (9) преобразуется в (5).

Существенное ограничение предлагаемого подхода состоит в том, что он не применим для КТ, форма которой отлична от сфероидальной.

Наряду с описанным выше аналитическим подходом развит численный метод с использованием метода функции Грина. Численный расчет диффузного рассеяния от кристалла со скрытыми КТ с учетом упругих атомных смещений удобно проводить в обобщенной сферической системе координат, в итоге получаем следующее выражение для (3):

$$D_D(\boldsymbol{q})=-i8\frac{\mathbf{hq}}{q}\int_0^{\pi/4}d\phi\int_0^{\pi}d\theta\sin\theta\cos\theta\times \times\int_{r_0(\phi,\theta)}^{\infty}dr\,r^2U_r(\phi,r,\theta)\cdot\exp(iqr\cos\theta)\,, \quad (10)$$

где интегрирование по r ведется от поверхности КТ заданной функцией $r_0(\phi,\theta)$ по всему объему засвеченного рентгеновским пучком кристалла. Здесь

$$U_r(\boldsymbol{r})=\int_{\notin V_{QD}}^{r}e_{rr}(\boldsymbol{r}')d\boldsymbol{r}'+U_{r0} \quad (11)$$

- проекция поля упругих решеточных смещений на выделенное направление.

В этом случае тензор деформации массива КТ e_{rr} может быть представлен в виде трехмерного ряда Фурье

$$e_{rr}(\boldsymbol{r})=\frac{1}{V_L}\sum_{n_1,n_2,n_3}\tilde{e}_{rr}^{s}(\xi_n)\exp(i\xi_n\mathbf{r})\,, \quad (12)$$

где $V_L=d_1d_2d_3$; d_1, d_2, d_3 – периоды трансляционного порядка КТ в соответствующих направлениях кристалла с кубической элементарной ячейкой;

$$\tilde{e}_{rr}^{s}(\boldsymbol{\xi})=\varepsilon_0\,\tilde{\chi}_{QD}(\boldsymbol{\xi})\left\{1-\frac{C_{11}+2C_{12}\left(C_{44}\xi^2/\xi_r^2+C_{an}\right)^{-1}}{1+(C_{12}+C_{44})\sum_{p=1}^{3}\dfrac{\xi_p^2}{C_{44}\xi^2+C_{an}\xi_p^2}}\right\} \quad (13)$$

– Фурье образ компоненты тензора деформации отдельной КТ внутри кубического кристалла [4]. Здесь C_{11}, C_{12}, C_{44} – упругие константы; коэффициент $C_{an}=C_{11}-C_{12}-2C_{44}$; $\varepsilon_0=(a_M-a_{QD})/a_M$ – деформация несоответствия; a_M, a_{QD} – постоянные решетки основной матрицы и квантовой точки. В (13) присутствует Фурье-образ характеристической функции КТ [4]

$$\tilde{\chi}_{QD}(\boldsymbol{\xi})=\int_{V_{QD}}\chi_{QD}(\mathbf{r})\,\exp(i\boldsymbol{\xi}\cdot\mathbf{r})d\mathbf{r}\,, \quad (14)$$

где $\chi_{QD}(\mathbf{r})=\begin{cases}1, & \mathbf{r}\in V_{QD}\\ 0, & \mathbf{r}\notin V_{QD}\end{cases}$

и интегрирование проводиться по объему КТ. Отметим, что характеристическая функция КТ $\chi_{QD}(\mathbf{r})$ является аналогом функции формы в теории рентгеновской дифракции, а ее Фурье-образ (14) по своей структуре совпадает с корреляционным объемом при отсутствии упругих полей деформаций вокруг КТ.

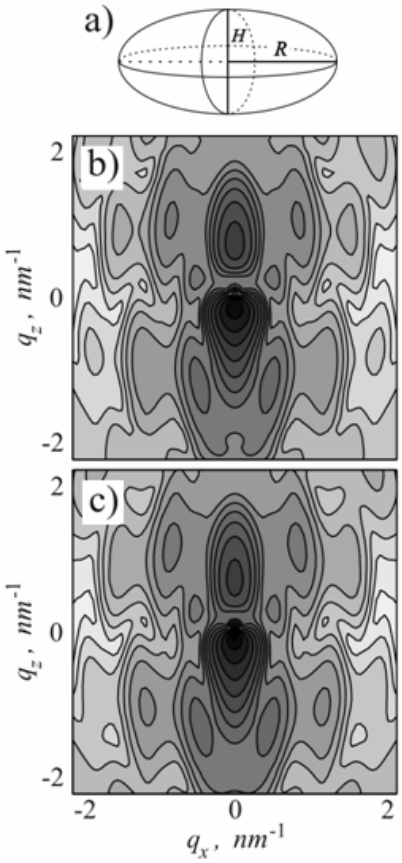


Рис. 1 a) модель сфероидальной КТ. RSM диффузного рассеяния от сфероидальной КТ, полученные b) аналитическим методом (6-8), c) с помощью МФГ.

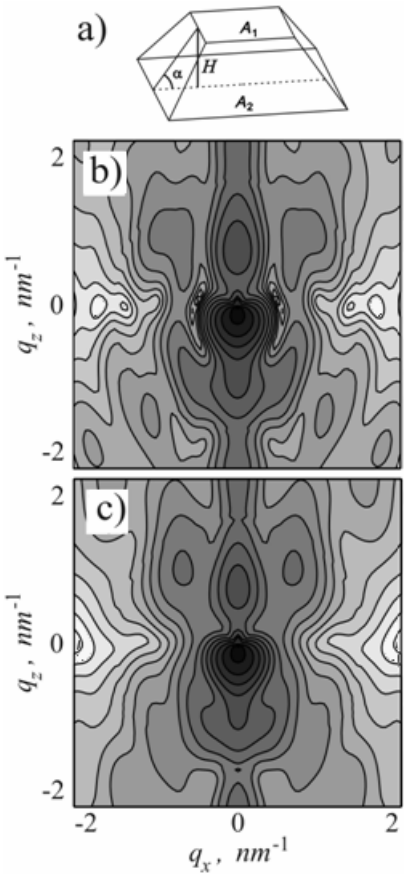


Рис. 2 a) модель пирамидальной КТ. RSM диффузного рассеяния от КТ в форме усеченной пирамиды, полученные с помощью МФГ для двух плоскостей дифракции b) (100), c) (110).

В рамках настоящей работы развит подход позволяющий рассчитывать диффузное рассеяния от эпитаксиальных систем с КТ имеющих форму сфероида, цилиндра, усеченного конуса и усеченной пирамиды. На рис. 1,2 представлены рассчитанные карты диффузного рассеяния в обратном пространстве (RSM – reciprocal space maps) в логарифмическом масштабе для КТ в форме сфероида и усеченной пирамиды, имеющих одинаковый объем равный объему сфероида с высотой l_z = 5 нм и радиусом R = 10 нм. Карты рассеяния имеют следующие параметры: расстояние между ближайшими линиями 0.2, деформация несоответствия ε_0 = 0.003, число КТ в массиве $n^3 = 161^3$ (для метода функции Грина - МФГ), среднее расстояние между соседними КТ составляет 250 nm в вертикальном и латеральном направлениях. Из рис. 1 видно хорошее согласование расчетов диффузного рассеяния для МФГ и аналитического подхода.

Для нахождения структурных параметров КТ требуется анализ двумерных карт интенсивности диффузного рассеяния, однако этой информации недостаточно и существует необходимость учета когерентного рассеяния, в частности, для получения информации о толщинах слоев, их композиционном составе, деформациях несоответствия, наличии или отсутствии релаксационных процессов и т.д. Перспективность одновременного учета когерентного и диффузного рассеяния рентгеновских лучей недавно продемонстрирована на примере изучения пористых кристаллов [9] и полупроводниковых сверхрешеток с КТ [10-12]. Для количественного анализа экспериментальных данных необходимо учитывать как размеры, форму КТ, упругие деформации вокруг них [13], так и пространственное расположение КТ в вертикальном [14] и латеральном направлениях [15].

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (проект № 14-02-31778, 13-02-00272-а), программы Президиума РАН 12-П-1-1014 и программы фундаментальных исследований УрО РАН 12-У-1-1010.

[1] Wang Z. M. (Ed), *Self-Assembled Quantum Dots*, Springer, Berlin, 2008, 463 p.
[2] Pietsch U., Holy V., Baumbach T. *High Resolution X-ray Scattering – from Thin Films to Lateral Nanostructures*. Springer-Verlag. New York. 2004. 408 p.
[3] Krivoglaz M. A. *X-Ray and Neutron Diffraction in Nonideal Crystals*. Springer, Berlin. 1996. 467p.
[4] Andreev A.D. *et.al*., J. Appl. Phys., **86**, 297 (1999).
[5] Пунегов В.И. Сивков Д.В., Письма в ЖТФ, **39**(21), 60 (2013).
[6] Lazzari, R., Lect. Notes Phys. **770**, 283 (2009).
[7] Darhuber A.A. *et.al*., Phys. Rev. B, **55**, P.15652 (1997).
[8] Пунегов В.И., Кристаллография, **54**(3), 423 (2009).
[9] Punegov V.I, Lomov A.A., Shcherbachev K.D., Physica status solidi (a). **204**(8), 2620 (2007).
[10] Пунегов В.И.**,** Письма в ЖТФ, **34**(20), 8 (2008).
[11] Punegov V.I., Faleev N.N, JETP Letters, **92**(7), 437 (2010).
[12] Пунегов В.И., Фалеев Н.Н., Известия РАН. Серия физическая, **75**(1), 42 (2011).
[13] Пунегов В.И., Сивков Д.В., Кладько В.П., Письма в ЖТФ, **37**(8), 41 (2011).
[14] Пунегов В.И., Письма в ЖТФ, **39**(10), 54(2013).
[15] Punegov V.I., Tech. Phys. Lett., **37**, 696(2011)

РФА ПВО спектрометрия в условиях применения плоских рентгеновских волноводов-резонаторов

В.К. Егоров[1], Е.В. Егоров[1], Е.М. Лукьянченко[2]
[1]*ИПТМ РАН, Черноголовка, 142432 Россия*
[2]*ОАО «Полюс», Санкт-Петербург, Россия*
e-mail: Egorov@iptm.ru

Метод рентгенофлуоресцентного анализа элементного состава материалов, выполняемый в условиях полного внешнего отражения рентгеновского потока возбуждения вторичной рентгенофлуоресценции (РФА ПВО), является в настоящее время стандартной аналитической процедурой [1]. Принципы, лежащие в основе этого метода, имеют прочные теоретические и экспериментальные обоснования [2]. Поэтому наиболее целесообразный подход к его дальнейшему развитию на современном этапе ориентирован на совершенствовании его экспериментальной базы, связанной с модернизацией узлов, составляющих РФА ПВО спектрометр, и поиск специфических условий, позволяющих повысить эффективность выполняемых измерений. Такой подход предполагает выявление специфических особенностей РФА ПВО спектрометрии, требований, предъявляемых к процедуре измерений и параметрам устройств, составляющих экспериментальную базу, а также определение ключевых факторов, регламентирующих аналитическую эффективность спектрометрической методики.

Фундаментальной особенностью РФА ПВО спектрометрии является реальное тестирование приповерхностной области изучаемого объекта толщиной 3-5 нанометров. Вследствие малости толщины поверхностного слоя, формирующего выход вторичной рентгенофлуоресценции, РФА ПВО спектры характеризуются низкой интенсивностью вклада фоновой составляющей. Эта особенность метода определяет его высокую чувствительность и низкие пределы обнаружения примесей. Кроме того, это обеспечивает отсутствие необходимости учета вкладов матричных эффектов. Следовательно, в РФА ПВО спектрометрии реализуется линейная связь между интенсивностью выхода линий рентгенофлуоресценции и количеством соответствующих атомов в возбуждаемом поверхностном слое. Возможности этого метода даже в условиях использования примитивной экспериментальной базы оказались уникальными. Однако детальный анализ его особенностей позволяет наметить пути дальнейшего существенного роста эффективности РФА ПВО измерений.

Особенности РФА ПВО спектрометрии

Набор устройств, составляющих РФА ПВО спектрометр, несколько отличается от набора, характеризующего стандартный рентгенофлуоресцентный анализатор [2]. Эти отличия определяются необходимостью выполнения измерений в условиях полного внешнего отражения потока рентгеновской возбуждающей радиации, соответствующих малым углам его падения на исследуемую поверхность $\varphi \leq 0.1°$. Столь жесткие условия измерений требуют включения в состав спектрометра системы высокоточного углового позиционирования исследуемого объекта в потоке возбуждающей радиации и применения специальных систем формирования этого потока в рамках строго определенных размерных параметров [3]. Также как и стандартный рентгенофлуоресцентный анализатор, РФА ПВО спектрометр имеет в своем составе источник рентгеновского излучения и систему регистрации вторичной рентгенофлуоресценции. Вследствие отсутствия матричных эффектов РФА ПВО спектрометрия использует упрощенные расчетные алгоритмы.

Основными требованиями к изучаемому объекту являются его высокая планарность и низкий уровень шероховатости и волнистости. В этом случае выход вторичной рентгенофлуоресценции дает представление об усредненном по поверхности значению содержания элементов в возбуждаемом приповерхностном слое объекта. При этом надо иметь в виду, что поверхностный слой изучаемого объекта может иметь состав, отличный от объемного. Поэтому РФА ПВО спектрометрия, несмотря на все свои преимущества, не отменяет стандартный рентгенофлуоресцентный анализ объемных материальных объектов. В то же время РФА ПВО спектрометрия является более предпочтительной аналитической технологией в сравнении со стандартным рентгенофлуоресцентным анализом при элементной диагностике тонких пленок. Это наглядно демонстрирует рисунок 1, на котором показаны спектры выхода вторичной рентгенофлуоресценции в условиях стандартной и скользящей геометрии падения потока возбуждения для пленки одного и того же сухого

остатка водного раствора, содержавшего дозированное количество атомов Zn, Co и Sr [4]. Сопоставление этих спектров, зарегистрированных при одних и тех же параметрах работы источника излучения, показывает, что для реализации высокой эффективности РФА ПВО измерений требуется формировать поток возбуждения минимальной ширины и угловой расходимости. Только при выполнении этих требований будут достигнуты условия полного внешнего отражения для всех квантов излучения, составляющих возбуждающий поток. Это выявляет и важнейший фактор, определяющий уровень эффективности РФА ПВО спектрометрии. Для этих измерений требуется повышенная радиационная плотность потока возбуждения. Ее увеличение может быть достигнуто либо за счет банального повышения мощности источника излучения, либо путем повышения эффективности формирования этого потока. Исследования показали, что самым эффективным средством на пути развития второго направления является использование в структуре РФА ПВО спектрометра плоских рентгеновских волноводов-резонаторов (ПРВР) [4].

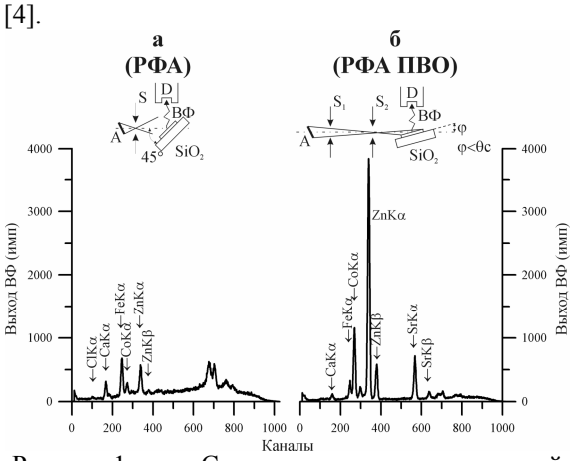


Рисунок 1. Спектры выхода рентгеновской флуоресценции для сухого остатка водного раствора объемом 30 мкл, содержавшего 100 мг/л атомов Zn, 20 мг/л атомов Co и 10 мг/л атомов Sr, на кварцевой подложке, полученные в условиях стандартной (а) и РФА ПВО (б) геометрии при одинаковых режимах работы источника. Цена канала 26 эВ/канал.

ПРВР и его применение для РФА ПВО

Концепция волноводно-резонансной транспортировки потоков рентгеновского излучения появилась вследствие отсутствия рационального объяснения особенностей их распространения в протяженных плоских щелевых зазорах наноразмерной ширины [5]. Сутью этой концепции является появление однородного интерференционного поля стоячей рентгеновской волны во всем пространстве воздушного щелевого зазора, сформированного плоскими диэлектрическими рефлекторами, в условиях распространения в этом щелевом зазоре потока характеристического рентгеновского излучения [6]. Однородное интерференционное поле возникает в условиях, когда расстояние между рефлекторами, образующими зазор, становится меньше половины длины когерентности потока рентгеновского излучения. Поскольку длина когерентности рентгеновских излучений характеризуется наноразмерными величинами, поток на выходе ПРВР соответствует первому требованию, предъявляемому к рентгеновским пучкам, формируемым для РФА ПВО измерений, т.е. имеет наноразмерную ширину. ПРВР так же является весьма эффективным устройством для повышения радиационной плотности формируемого потока. По этому параметру формируемый им поток на 2-4 порядка превосходит поток рентгеновских лучей на выходе системы формирования, состоящей из 2х последовательно установленных обрезающих щелей [7]. Единственный параметр, по которому ПРВР простейшей конструкции проигрывает щелевым структурам формирования потока, это его угловая расходимость [4]. Однако, специальная конструкция на базе составного волновода-резонатора (СПРВР) позволяет скорректировать и этот фактор [8]. Рисунок 2 представляет сравнительную характеристику использования системы двух обрезающих щелей и СПРВР оригинальной конструкции для РФА ПВО измерений одной и той же мишени Ti_2Zn/Si при

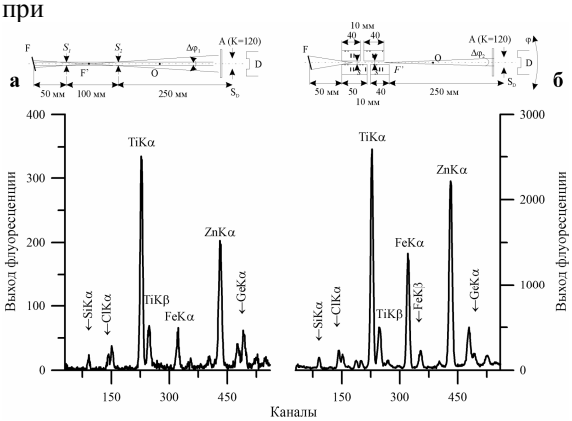


Рисунок 2. Геометрия измерений и РФА ПВО спектры пленки Ti_2Zn на Si подложке, зарегистрированные в положении «О» при формировании потока возбуждения системой двух обрезающих щелей с щелевыми зазорами $s_1=s_2=6$ мкм (а) и составным ПРВР с шириной формирующего щелевого зазора s=0.08 мкм (б). Режим работы источника БСВ-24 (Mo) U=25 кэВ, I=10 мА, τ=300 сек. $\Delta\varphi_1>\Delta\varphi_2$. А – ослабитель (К=120) для MoKα.

одинаковых условиях функционирования источника излучения. Сравнение представленных спектров показывает

повышение эффективности РФА ПВО измерений с использованием СПРВР почти на порядок. При этом важно отметить, что уменьшение расстояния между задним срезом формирователя и положением исследуемого образца в случае использования щелевого формирователя практически не повышают эффективности измерений, в то время как в случае применения СПРВР этот фактор возрастает экспоненциально [9]. Например, используя ячейку с ПРВР формирователем потока возбуждения, описанную в работе [9], удалось достичь пределов обнаружения при изучении загрязнения на уровне $4 \cdot 10^{-13}$ г. В качестве примера подобного анализа на рисунке 3 приведен спектр РФА ПВО сухого остатка водного раствора с концентрацией атомов Fe 1.85 мг/литр. Спектр зарегистрирован с использованием источника излучения БСВ-22 (Ag) U=40 кэВ, I=4 мА, в течение 1000 секунд. Помимо атомов железа в растворе зафиксировано присутствие целого ряда других атомов, из которых наибольшей концентрацией характеризуется кальций (21 мг/литр). Указанная ячейка, построенная на базе модифицированного ПРВР, позволяет исследовать элементный состав сухих остатков жидкостей и миниатюрных образцов твердых тел со следовым содержанием примесей на уровне десятков пикограмм. В то же время на базе волноводов-резонаторов специальных конструкций, ориентированных на одновременное параллельное использование нескольких независимых источников излучения, можно построить РФА ПВО ячейки с пределами обнаружения примесей на уровне в несколько пикограммов. В настоящее время разрабатывается РФА ПВО ячейки с ПРВР, ориентированная на применение двух независимых источников рентгеновского излучения.

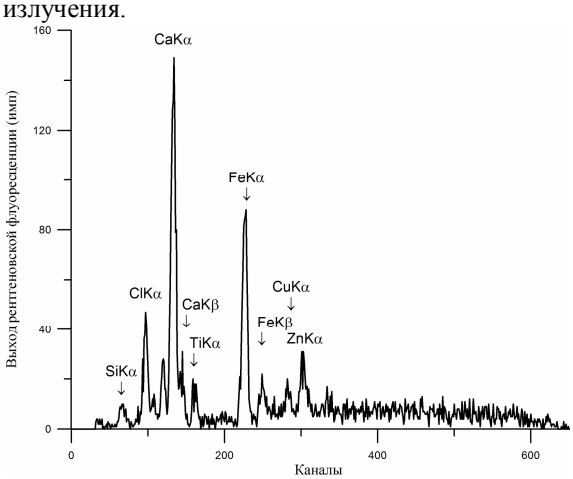


Рисунок 3. РФА ПВО спектр сухого остатка воды, взятой из центрального водопровода Санкт Петербурга, полученный с использованием внутреннего стандарта атомов Fe с содержанием 1.8 мг/литр. Энергетическая цена канала 28 эВ/канал.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке фонда РФФИ (проекты №12-08-00315 и №13-07-00782).

[1] Klockenkamper R., Total reflection X-ray fluorescence analysis. New York: Wiley. 1997. 245 p.

[2] Handbook on X-ray spectrometry / Eds. Van Grieken R., Markowicz A.A. 2nd Edition. New York: Dekker. 2001. 1016 p.

[3] Wobrauschek P., X-ray Spectrometry, **v36**, 289 (2007).

[4] Egorov V.K., Egorov E.V., Advances of X-ray Chem. Anal. Japan, **v44**, 21 (2013).

[5] Egorov V.K., Egorov E.V., Bil'chik T.V., Investigated in Russia, **v3**, 423 (2002). http://zhurnal.ape.relarn.ru/articles/2002/40.pdf

[6] Egorov V.K., Egorov E.V., X-ray Spectrometry, **v33**, 360 (2004).

[7] Egorov V.K., Egorov E.V., X-ray Spectrometry, **v36**, 381 (2007).

[8] Egorov V.K., Egorov E.V., MRS Proc., **v716**, 189 (2002).

[9] Egorov V.K., Egorov E.V., Advances in X-ray Chem. Anal. Japan, **v43**, 139 (2012).

Синтез монокристаллических пленок GaN на подложках пьезоэлектрического кристалла лантангаллиевого силиката $La_3Ga_5SiO_{14}$

Д.В. Рощупкин[1], Д.В. Иржак[1], В.Н. Павлов[1], Г.Н. Панин[1,2], T. W. Kang[2], Byung-Guon Park[3], Moon Deock Kim[3]

[1]Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия
[2]QSRC-Dongguk University, Republic of Korea
[3]Chungnam National University, Republic of Korea
e-mail: rochtchr@iptm.ru

Монокристаллические полупроводниковые пленки GaN применяются как в светодиодных технологиях, так и при создании солнечных батарей [1-2]. Являясь полупроводниковым материалом GaN обладает неплохими пьезоэлектрическими и акустическими свойствами. Недавно был предложен новый тип солнечных элементов, в которых поверхностные акустические волны подавляют рекомбинацию экситонов и транспортируют электроны и дырки из области генерации к контактным приборам, увеличивая КПД солнечных элементов [3].

Принципиальное значения для эпитаксиального роста GaN играет выбор подложки. Сегодня в основном для эпитаксиального роста пленок GaN используются подложки из сапфира [4]. Несоответствие параметров элементарной кристаллической ячейки GaN и сапфира приводит к формирование большого количества дислокаций несоответствия в пленке GaN. Для устранения несоответствия между параметрами элементарных ячеек вводят специальные буферные слои между сапфировой подложкой и пленкой GaN (например, AlN). В последнее время в качестве подложек для роста пленок GaN предлагается использовать пленки карбида кремния SiC [5]. Использование подложки SiC позволяет уменьшит несоответствие параметров элементарных ячеек. Однако следует отметить, что получение подложек SiC высокого кристаллического совершенства в настоящее время весьма проблематично.

Одним из интересных решений является использование подложек Ga_2O_3 [6]. В данном случае наблюдается хорошее соответствие между параметрами кристаллической решетки Ga_2O_3 и GaN. Однако сегодня существуют проблемы синтеза кристаллов Ga_2O_3 большого диаметра и относительно простым методом. Для синтеза кристаллов Ga_2O_3 практически нельзя использовать метод Чохральского из-за агрессивности процесса роста кристалла. Сегодня для роста кристаллов Ga_2O_3 используется специфический ростовой метод, связанный с локальным расплавом шихты вблизи затравки с помощью лазеров или фокусировки излучения светодиодов. Сегодня данная технология синтеза кристаллов представляет собой “art”.

В настоящей работе предложено использовать подложки лантангаллиевого силиката $La_3Ga_5SiO_{14}$ (LGS). Пара материалов GaN-LGS была выбрана из-за хорошего согласования *c*-постоянных гексагональных ячеек (c_{GaN}=5.1855 Å, c_{LGS}=5.1014 Å). В данной работе исследуются структуры, в которых оси *c* ориентированы вдоль направления роста пленки по нормали к поверхности подложки. Несмотря на большую разницу в параметре элементароной ячейки *a* (a_{GaN}=3.1891Å, a_{LGS}=8.1783Å) соотношение a_{LGS}/a_{GaN} близко к $\sqrt{7}$. При таком соотношении гексагональная симметрия позволяет получить хорошее совпадение решеток в плоскости *c* за счет их взаимного поворота. Как следствие, полученная пленка GaN характеризуется высоким качеством.

По сравнению с подложками (сапфир, SiC, Ga_2O_3), используемыми для эпитаксиального роста пленок GaN, подложки LGS обладают минимальным несоответствием элементарной ячейки.

Для эпитаксиального роста пленок GaN были использованы подложки *Z*-среза кристалла LGS. Шероховатость подложек не превышала 4 Å при толщине нарушенного слоя не более 60 Å. Эпитаксиальный рост пленок GaN осуществлялся при температуре ~700°C в течении 30 минут при скорости роста ~5 нм/мин. Эпитаксиальный рост пленок GaN осуществлялся как без использования, так и с использованием буферных слоев AlN. Оптимизация параметров эпитаксиального роста позволила сформировать монокристаллические пленки GaN на поверхности *Z*-среза кристалла LGS. На рис. 1 представлены микрофотографии поверхности пленок GaN, полученных до оптимизации (а) и после оптимизации процесса роста пленки GaN (б).

Исследования свойств выращенной монокристаллической пленки GaN были выполнены на лабрентгеновском дифрактометре Bruker D8 Discover с вращающимся медным анодом (λ=1.54 Å). Исследования были

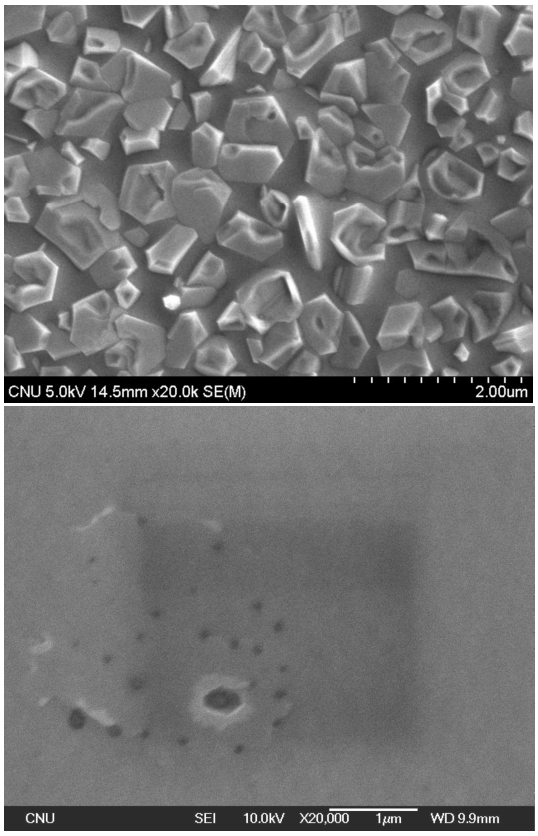


Рис. 1. РЭМ микрофотографии синтензированных пленок GaN на поверхности Z-среза кристалла LGS: (а) поликристаллическая пленка; (б) монокристаллическая пленка.

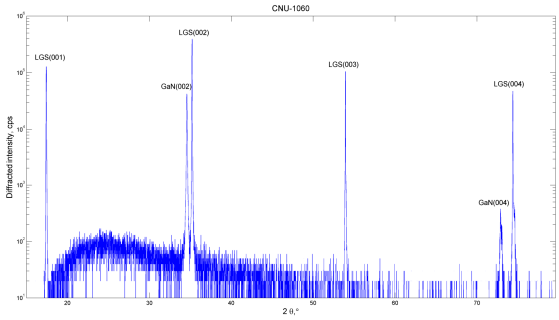


Рис. 2. Рентгеновский дифракционный спектр GaN/LGS.

выполнены в схеме двухкристального рентгеновского дифрактометра.

На рис. 2 представлена рентгеновская дифрактограмма эпитаксиально выращенной пленки GaN на *Z*-срезе кристалла LGS. На дифракторамме видны отражения (001), (002), (003), (004) от монокристаллической подложки *Z*-среза кристалла LGS и отражения (002) и (004) от выращенной пленки GaN. Таким образом, дифракционный спектр показывает, что ось *c* в пленке направлена по нормали к поверхности, а плоскости (002) параллельны поверхности подложки.

Для исследования монокристаллических свойств выращенной пленки GaN были

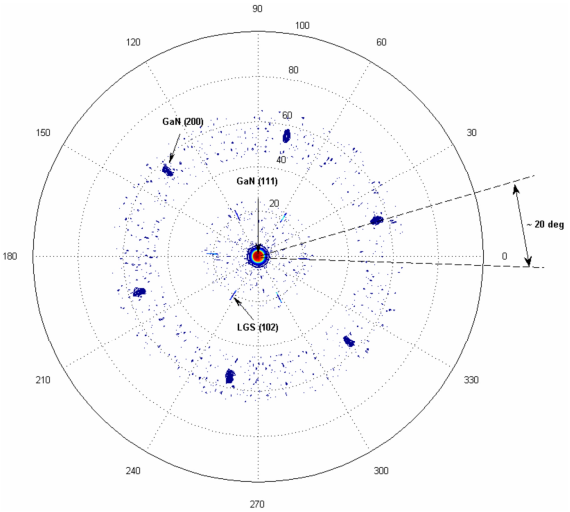


Рис. 3. Полюсная фигура GaN/LGS.

измерены полюсная фигура (рис. 3) и двумерная карта распределения дифрагированной рентгеновской интенсивности (рис. 4).

На полюсной фигуре рис. 3 хорошо видны узкие рефлексы от монокристалла LGS и рефлексы от пленки GaN, что характеризует монокристаллические свойства выращенной пленки GaN. Из рисунка 3 также хорошо видно, что угловой разворот рефлексов между решетками кристалла LGS и пленки GaN составляет φ~20°.

На рис. 4 представлена двумерная крата распределения дифрагированной рентгеновсой интенсивности на структуре GaN/LGS. Наличие на карте рефлекса GaN(002) свидетельствет о монокристаллических свойствах выраженной пленки.

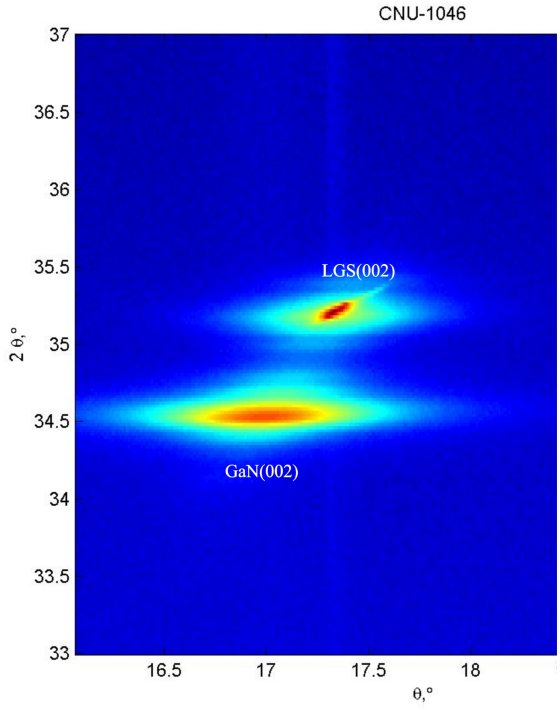


Рис. 4. 2Θ-Θ крата распределения дифрагированной рентгеновской интенсивности GaN(002)/LGS(002).

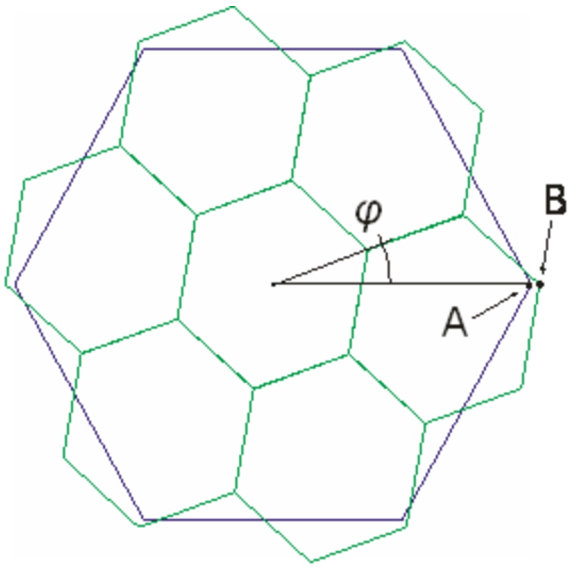


Рис. 5. Гексагональные структуры GaN и LGS в их общей плоскости (002). В плоскости (002) базисные векторы решеток развернуты на угол φ. Зеленые и синие шестиугольники – элементарные ячейки GaN и LGS, соответственно. При a_{LGS}/a_{GaN} =8.2597 Å / 3.1814 Å=2.5962, φ=19.1°.

Детальный анализ рис. 3-4 продемонстрировал, что угловой разворот между гексагональными решетками пленки GaN и кристаллом LGS в плоскости (002) состаляет φ=19.1°. На рис. 5 представлено сопоставление ячеек монокристалла LGS и эпитаксиально выращенной пленки GaN в плоскости (002). Из рисунка хорошо видно, что одной гексагональной ячейке LGS соответствуют 7 гексагональных ячеек GaN с углом разворота ячеек на φ=19.1°, что соответствует экспериментальным результатам на полюсной фигуре рис. 3.

Следует отметить, что в данном случае также имеется небольшое несоответствие размеров гексагональных ячеек (рассогласование d_{AB}=0.16 Å.), что приводит к появлению деформаций на границе пленка GaN / кристалл LGS. Дополнительные исследование методом катодолюминисценции и методом наведенного тока показали, что наличие деформаций приводит к появлению дислокаций несоответствия с плотностью $10^8 \div 10^9$. Отметим, что в исходном кристалле LGS плотность дислокаций составляет $10^4 \div 10^5$. Следует констатировать, что плотность дислокаций $10^8 \div 10^9$ в пленке GaN на сегодняшний день является минимальный. Данный результат позволяет констатировать перспективность применения подложек кристалла LGS для получения пленок GaN для светодиодных технологий и для перспективных солнечных элементов.

Работа выполнена при поддержке Российского Фонда Фундаментальных Исследований (грант № 14-02-91700-НИФ_а).

[1] J. A. Bardwell, M. W. C. Dharma-Wardana, H. Tang and J. B. Webb, Infrared characterization of *GaN* and *GaN/AlGaN* molecular beam epitaxial layers, J. Vac. Sci. Technol. A Vol. 18, 643 (2000).

[2] M. Salis, A. Anedda, F. Quarati, A. J. Blue and W. Cunningham, Photocurrent in epitaxial *GaN*, J. Appl. Phys. Vol. **97** , 033709 (2005).

[3] V. Miseikis, J. E. Cunningham, K. Saeed, R. O'Rorke, A. G. Davies, Acoustically induced current flow in graphene, Appl. Phys. Lett. Vol. 100, 133105 (2012).

[4] J. Ohta, H. Fujioka, M. Oshima, K. Fujiwara and A. Ishii, Experimental and theoretical investigation on the structural properties of *GaN* grown on *sapphire*, Appl. Phys. Lett. Vol. 83, 3075 (2003).

[5] X. Y. Sun, R. Bommena, D. Burckel, A. Frauenglass, M. N. Fairchild, S. R. J. Brueck, G. A. Garrett, M. Wraback and S. D. Hersee, Defect reduction mechanisms in the nanoheteroepitaxy of *GaN* on *SiC*, J. Appl. Phys. Vol. 95 , 1450 (2004).

[6] D. Klimm, S. Ganschow, D. Schulz, R. Uecker, P. Reiche, R. Fornari, Growth of Oxide Compounds under Dynamic Atmosphere Composition, J. Crystal Growth Vol. 311 (2009) 534—536.

Современное рентгеновское аналитическое оборудование фирмы Bruker AXS

Голованов Д.Г.,
ООО "Брукер", Москва, Россия
e-mail: denis.golovanov@bruker.com

Компания ООО "Брукер" на протяжении долгих лет официально представляет группу компаний Bruker на территории России и стран СНГ. Одним из направлений работы компании является подразделение Bruker AXS, производящее и разрабатывающее современные рентгеновские аналитические системы.

Спектр продукции Bruker AXS достаточно широк: рентгеновские дифрактометры для фазового анализа и исследования тонкой структуры многослойных покрытий, монокристальные дифрактометры, компактные настольные дифрактометрические системы, а также рентгенофлуоресцентные спектрометры, позволяющие решать любые задачи как в лаборатории, так и на производстве.

Дифрактометры Bruker AXS установлены в ведущих научных центрах России и всего мира, что позволяет компании реагировать даже на малейшие изменения в направлении исследований и вносить конструктивные изменения, а также адаптировать и постоянно совершенствовать программное обеспечение.

В настоящее время, для обычного фазового анализа при стандартных условиях, оптимальным выбором будет настольный дифрактометр D2 Phaser. Данный прибор позволяет проводить количественный фазовый анализ в геометрии Брегг-Брентано, но сильно ограничен в области изменения условий анализа, таких как температура. Дифрактометр сочетает компактные размеры с твердотельным многоканальным детектором и стандартной рентгеновской трубкой. При этом рентгеновская трубка работает в пониженном режиме и не требует внешнего водяного охлаждения. Сочетание многоканального детектора и рентгеновской трубки позволяет получить ускорение съемки в 20 – 30 раз по сравнению с обычным дифрактометром, работающим с точечным детектором. В комплект поставки входит полный набор программного обеспечения для количественного фазового анализа и полнопрофильного уточнения по методу Ритвельда.

Для решения более сложных задач фазового анализа, компания производит профессиональный дифрактометр широкого назначения D8 Advance. Удобная конструкция рабочей зоны прибора позволяет легко размещать различные держатели образцов, включая подвеску Эйлера, а также устанавливать температурные и реакционные камеры. В зависимости от задач, прибор конфигурируется различной рентгеновской оптикой: классическая щелевая геометрия; фокусирующий $K_{\alpha 1}$ монохроматор; зеркало Гёбеля для работы в геометрии параллельного пучка; а также ряд других приспособлений. Помимо рентгеновской оптики, компания предлагает широкий выбор детекторов: классический сцинтилляционный счетчик, линейные твердотельный и газонаполненный детекторы, а также энергодисперсионный счетчик, избавляющий от необходимости использования вторичного монохроматора. Отдельно стоит отметить, что в большинстве случаев смена конфигурации происходит без перенастройки прибора, а современное оснащение позволяет распознавать тип модуля, установленный в дифрактометр.

Помимо продажи оборудования, компания ООО "Брукер" осуществляет полную техническую поддержку оборудования: установка и введение приборов в эксплуатацию, методическую поддержку пользователей, а также все виды гарантийного и пост-гарантийного обслуживания.

Спектральные и дифракционные исследования допированных титанатов и ниобатов висмута со структурой типа пирохлора

С.В. Некипелов,[1] М.С. Королева,[2] О.В. Петрова,[3] И.В. Пийр,[2] В.Н. Сивков[3]
[1]*Сыктывкарский госуниверситет, Сыктывкар, Россия*
[2]*Институт химии КНЦ УрО РАН, Сыктывкар, Россия*
[3]*Коми научный центр УрО РАН, Сыктывкар, Россия*
e-mail: NekipelovSV@mail.ru

Допированные титанаты и ниобата висмута в зависимости от природы допанта и типа кристаллической структуры, характеризуются широкой вариативностью электрофизических свойств и возможностей практического использования в качестве диэлектриков, смешанных и ионных проводников для твердооксидных топливных элементов, кислородопроницаемых мембран и газовых сенсоров, катализаторов для окислительных процессов.

Титанат висмута$Bi_2Ti_2O_7$ со структурой типа пирохлора, является термодинамически нестабильным соединением и разлагается при температурах выше 612°C [1]. Чистый ниобат висмута в структурном типе пирохлора не кристаллизуется, однако, при добавлении ряда металлов, образуются стабильные «поля пирохлоров». В последние годы установлено значительное структурное разупорядочение в металлсодержащих ниобатах висмута (пирохлорах) и отмечено разупорядочение типа смещения. Похожее поведение можно ожидать и в сложных титанатах висмута. Нами выполнено исследование медь-, марганец-, железо- и хромсодержащих титанатов (ниобатов) висмута - пирохлоров, синтезированных по керамической методике и стабильных при высокой температуре.

Особенностью структуры пирохлора с общей формульной единицей $A_2B_2O_6O`$ является независимое сосуществование двух решеток: $A_2O`$ и BO_6. А-позиции крупных катионов, например висмута, окружены атомами кислорода O` и обе (катионная и анионная) подрешетки могут быть дефектными. Катионы, располагающиеся в В-позициях (Ti, Nb), находятся в октаэдрической координации из атомов кислорода О (второй анионной подрешетки), и эти катионная и анионная позиции полностью заселены атомами металлов и кислорода. Атомы допированных М– металлов в структуре типа пирохлора могут распределяться по двум катионным подрешеткам (позициям) [2]. В представленной работе рассматриваются результаты исследования антиструктурного разупорядочения в катионных подрешетках и дефектной структуры в кислородной подрешетке медь-, марганец-, железо- и хромсодержащих титанатов и ниобатов висмута со структурой пирохлора

Для полученных образцов был выполнен рентгенофазовый анализ и определены параметры решетки пирохлора, измерена пикнометрическая плотность. Для отдельных образцов выполнен полнопрофильный анализ дифрактограмм, полученных при комнатной температуре (Shimadzu XRD-6000) с использованием пакета Fullprof с целью уточнения варьируемых параметров, в том числе и заселенности атомных позиций. За основу были взяты результаты количественного анализа на содержание металлов в соединениях и рассмотрены модели с разной заселенностью катионных позиций. Результаты представлены на рис.1-2 и в табл. 1. В подписях к рисункам представлены параметры расчетов.

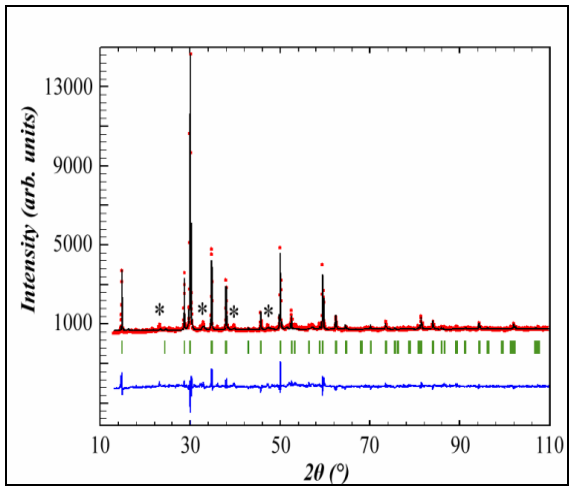


Рис. 1. Теоретический, экспериментальный и разностный профили дифрактограммы для $Bi_{1.6}Mn_{0.8}Ti_{1.6}O_{6.4}$. (*)- следы$Bi_4Ti_3O_{12}$. (a=10.3002(5)Å; R_p= 5.27%; R_{wp} =7.47%; χ^2=4.56).

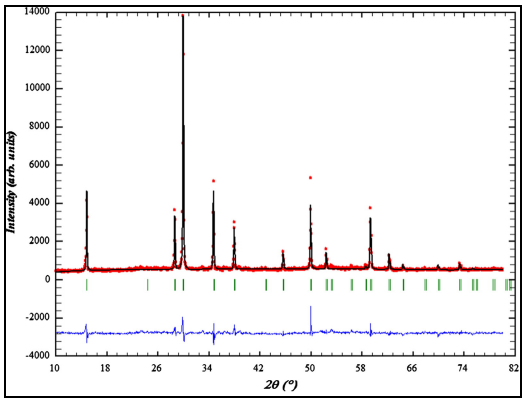


Рис. 2 Теоретический, экспериментальный и разностный профили дифрактограммы для $(Bi_{1.6}Cu_{0.2})(Cu_{0.2}Ti_2)O_{6.8}$. (a=10.3316(1) Å; R_p= 6.64; R_{wp} =9.47%; χ^2=5.54)

Таблица 1. Результаты обработки по Ритвельду для $Bi_{1.6}Mn_{0.8}Ti_{1.6}O_{6.4}$ (R_p= 5.27%; R_{wp} =7.47%; χ^2=4.56. R^*_p= 5.26%; R^*_{wp} =7.43%; χ^{2*}=4.48)

Atom	Site	x	y	z	U_{11} U_{22}	U_{33}	Frac.
Bi Mn	16c	0	0	0	0.274 0.015	0.274 0.015	0.8 0.2
Ti Mn	16d	1/2	1/2	1/2	0.417 0.194	0.417 0.194	0.8 0.2
O	48f	1/8	1/8	0.433	0.513	0.644	1
O`	8a	1/8	1/8	1/8	0.101	0.101	0.40
*Bi *Mn	16c	0	0	0	0.267 0.018	0.267 0.018	0.77 0.16
*Ti *Mn	16d	1/2	1/2	1/2	0.153 0.092	0.153 0.092	0.79 0.21
*O	48f	1/8	1/8	0.434	0.503	2.65	1
*O`	8a	1/8	1/8	1/8	0.101	0.101	0.21

Для выяснения зарядового состояния атомов допированных металлов все образцы были исследованы методами NEXAS-и XPS-спектроскопии с использованием синхротронного источника BESSY-II (Берлин) [3]. Все NEXAS-спектры были получены методом полного квантового выхода внешнего фотоэффекта (TEY). При сравнении NEXAFS Mn2p- и Cu 2p-спектров исследуемых пирохлоров и оксидов металлов (MnO, Mn_2O_3, Mn_3O_4, MnO_2, CuO, Cu_2O) было обнаружено, что Mn(Cu)2p-спектры в титанатах висмута при различных содержания марганца (меди) имеют одинаковую тонкую структуру, которая идентична аналогичным спектрам MnO и CuO (рис.3-4). Основываясь на данной информации, сделано предположение, что атомы марганца и меди представлены в данных твердых растворах в оксидном состоянии Mn^{2+} и Cu^{2+}. Аналогичные исследования проведены и для допированных ниобатов висмута.

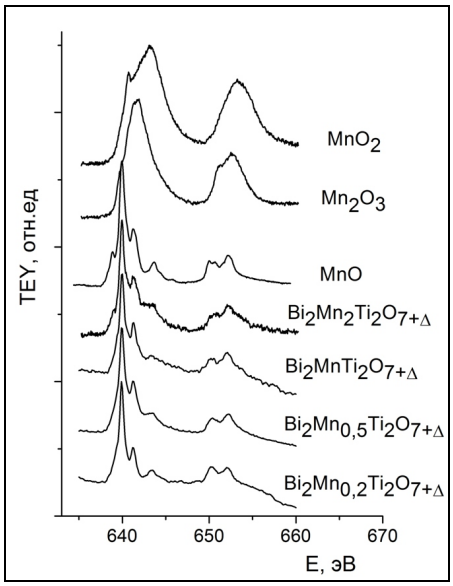


Рис.3. NEXAS Mn2p-спектров пирохлоров на основе титаната висмута. Для сравнения приведены соответствующие спектры оксидов марганца

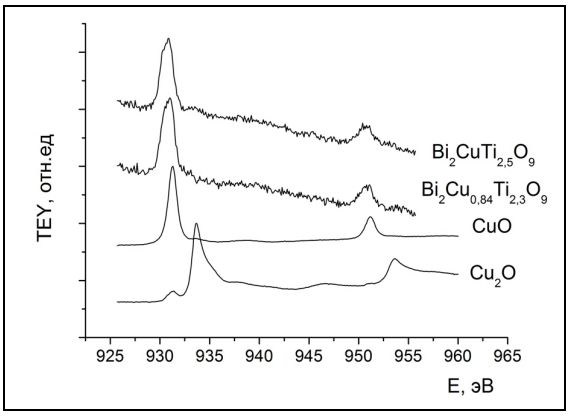


Рис.4. NEXAS Cu2p-спектров пирохлоров на основе титаната висмута. Для сравнения приведены соответствующие спектры оксидов меди

Работа была выполнена в рамках двухсторонней программы Русско-Германской лаборатории на BESSY-II и при частичной финансовой поддержке грантов РФФИ № 12-02-00088а, № 13-03-00132а, № 14-03-31175 мол_а

[1] A.L. Hector, S.B. Wiggin. Journal of Solid State Chemistry, **177**, 139 (2004).
[2] Cann D.P., Randall C.A. Solid State Commun. **100**, 529 (1996).
[3] Stohr, J. NEXAFS Spectroscopy (Springer, Berlin, 1992)

Строгий анализ интенсивности рассеяния многослойных МР-ЭУФ зеркал с использованием непрерывной модели роста разномасштабных рельефов

Л. И. Горай,[1,2] М. Н. Лубов[1,3]
[1]*Санкт-Петербургский академический университет РАН, ул. Хлопина, 8/3, СПб, 194021, Россия*
[2]*Институт аналитического приборостроения РАН, ул. Ивана Черных, 31-33, лит.А.,СПб,198095, Россия*
[3]*Физико-технический институт имени А.Ф.Иоффе РАН, Политехническая ул., 26, СПб, 194021, Россия*
e-mail: goray@spbau.ru

Прогресс в изготовлении многослойных рентгеновской оптики дифракционного качества с субатомной шероховатостью границ связан, в первую очередь, с литографическими и голографическими методами ее изготовления, а также с достижениями химии материалов, развитием вакуумной техники и технологии изготовления и обработки Si пластин и нанометрологией. Актуальность дальнейших исследований обусловлена необходимостью разработки и создания новых высокоразрешающих и эффективных элементов оптических и электронных приборов, в т.ч. для литографии мягкого рентгеновского и экстремального утрафиалетового (МР-ЭУФ) диапазонов, рентгеновского лазера на свободных электронах (РЛСЭ), резонансного неупругого рентгеновского рассеяния, астрофизики МР и ЭУФ, рентгеновской микроскопии и др.

Точные профили границ многослойных зеркал могут быть получены несколькими путями: измерениями; генерацией на основе известных статистических параметров; моделированием роста тонких пленок, в т.ч. с использованием скэйлинговых моделей. Для количественного исследования эволюции профиля границ широко используются локальные микроскопические методы, в т.ч. просвечивающая электронная микроскопия, атомно-силовая микроскопия (АСМ) и ближнепольная сканирующая оптическая микроскопия. Первая из них является дорогостоящей и разрушающей, а две другие не позволяет определить профили границ внутренних слоев изготовленного образца. Одним из наиболее универсальных подходов при изучении морфологии и состава слоев является рефлектометрия (скаттерометрия), в т.ч. коротковолновая, позволяющий интегрально и точно определять характеристики нанорельефа любых тонкопленочных материалов [1,2]. Данная работа является развитием предложенного авторами комплексного теоретического подхода [3,4], во многом заменяющего эксперимент и позволяющего рассчитывать как эволюцию профиля границ зеркал, так и интенсивность их МР-ЭУФ рассеяния. Здесь мы рассмотрим некоторые результаты моделирования границ Al/Zr ЭУФ зеркал и коэффициентов их зеркального и диффузного отражения.

Основой предлагаемой компьютерной диагностики является модифицированный метод граничных интегральных уравнений (МИМ), разработанный для анализа абсолютной интенсивности рассеяния на решеточных и случайно-шероховатых структурах с произвольным профилем границ [5,6]. Особенностью МИМ является точное решение коротковолновых (с малым отношением длины волны λ к периоду структуры или корреляционной длины ξ) задач дифракции, т.е. с использованием строгих граничных условий и условий излучения.

В данной работе для моделирования роста пленки используется непрерывный (континуальный) подход, который в отличие от методов Монте-Карло и молекулярной динамики позволяет рассматривать эволюцию профиля на больших временных ~ 10^3 сек и пространственных ~ 10^2 мкм масштабах. Кроме того, подобный подход позволяет непосредственно изучить влияние различных нелинейных эффектов и шума источника на процесс роста.

В непрерывных моделях роста уравнение эволюции h в точке с радиус-вектором $\boldsymbol{r}$ в зависимости от t имеет следующий вид:

$$\frac{\partial h(\vec{r},t)}{\partial t} = f\left(\nabla h(\vec{r},t), \nabla^2 h(\vec{r},t), \ldots\right) + \eta(\vec{r},t). \qquad (1)$$

В (1) первый член f описывает релаксацию поверхности пленки – изменение высоты, вызванное стремлением системы (поверхности пленки) перейти в состояние, при котором химический потенциал μ одинаков во всех точках системы. Второй член в (1), $\eta(\vec{r},t)$, задает величину потока осаждаемых на поверхность атомов. При этом необходимо учитывать, что поток атомов на поверхности не является постоянным во времени t, а изменяется вблизи среднего значения $\langle \eta(\vec{r},t) \rangle = g(\vec{r})$.

Отметим, что функция f представляет собой сумму линейных $\nabla^n h(\vec{r},t)$ и нелинейных

$\nabla^l\left(\left[\nabla^n h(\vec{r},t)\right]^k\right)$ членов, где l, k, n = 1 ... N, (N – натуральное). При рассмотрении эволюции мелкомасштабного рельефа можно считать, что релаксация происходит локально вблизи какой-либо точки, поэтому такой процесс можно описать в линейном приближении. В этом случае функция f может быть представлена несколькими первыми членами разложения f по градиентам высоты, $\nabla^n h(\vec{r},t)$. При рассмотрении эволюции поверхности, на которой происходит массоперенос между различными частями поверхности, содержащими крупномасштабный или с большим градиентом рельеф, необходимо учитывать нелинейные члены в (1) [4].

Эволюцию профилей поверхностей, содержащих разномасштабный рельеф (высоко- и средне-частотные компоненты) при магнетронном и ионно-пучковом осаждении, исследуем на примере Al/Zr зеркала с 20 бислоями для ЭУФ. Параметры исследуемого образца составляли: период Δ=10.45нм, отношение толщины слоя Zr к Δ, Γ_{Zr}=0.4 [7]. Начальная шероховатость Si подложки выбиралась гауссовой (с гауссовой автокорреляционной функцией), при этом расчет проводился для различных значений СКО шероховатости $\sigma(t=0)=\sigma_0$ и $\xi(t=0)=\xi_0$. Размер модельного зеркала составил L=10 мкм с шагом 1 нм. Шум источника задавался амплитудой флуктуаций, пространственной длиной неоднородности осаждения и временем существования неоднородности шума. Длина неоднородности шума варьировалась в пределах от 1 до 100 нм, а время существования неоднородности было взято равным одной сек.

На рис. 1 представлены усредненные по семи реализациям результаты расчетов PSD-функции для толщины многослойного зеркала H=209 нм. Расчеты эволюции профиля проводились при следующем наборе параметров (ν_2 пренебрегалось): скорости осаждения 0.5 нм/с, амплитуде шума 0.3 нм/с, σ_0=0.084 нм, ξ_0=10 нм, ν_4(Al)=125 нм^3/с, ν_4(Zr)=100 нм^3/с. Полученные из анализа роста слоев параметры шероховатости σ_H=0.4 нм и ξ_H=103.5 нм хорошо согласуются с АСМ- измеренными (в диапазоне 1 мкм) значениями $\sigma_M\approx$0.3 нм и $\xi_M\approx$100 нм [8].

Расчеты PSD-функции с ξ_0=1000 нм практически не отличаются от приведенной на рис. 1, что говорит о слабом влиянии корреляционной длины подложки на эволюцию роста, в то время как PSD зависимости для σ_0=0.3 нм заметно отличаются [3]. Однако, в связи с превалирующей ролью случайного шума в росте шероховатости толстых образцов, для малых значений $\sigma_0\approx$0.1÷0.2 нм профили границ будут зависеть от σ_0 только для первых выросших слоев. Интенсивность рассеяния подобных многослойных зеркал, наоборот, в большей степени определяется структурой верхних слоев и в меньшей – нижних. Следовательно, влиянием подложки с $\sigma_0\lesssim$0.2 нм и ξ_0, меняющимся в широком диапазоне значений, в расчетах интенсивности рассеяния можно пренебречь.

На рис. 2 представлены результаты расчета коэффициента зеркального отражения $I(\lambda)$ вышеописанного Al/Zr зеркала при падении под углом θ=5° 90% ТЕ-поляризованного излучения с λ=18÷22 нм. Для сравнения с данными строгих расчетов на том же рисунке приведены результаты расчетов $I(\lambda)$ идеального зеркала и в приближении амплитудных поправок Дебая-Валлера для некоррелированной по вертикали шероховатости границ с σ=0.45 нм. Как следует из анализа данных рис. 2, расчет на основе модели роста границ и строгой теории рассеяния с графической точностью совпадает с результатами измерений [7]. Лучший приближенный расчет несколько отличается от точных результатов по положению и ширине максимума коэффициента отражения. В результате, значения $I(\lambda)$ на правых склонах обеих кривых отличаются более, чем на 10%.

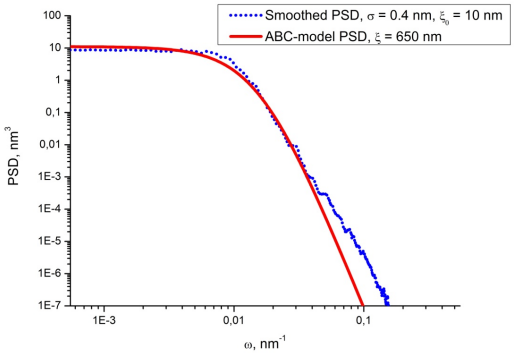


Рис. 1. PSD-функция верхней границы Al/Zr зеркала с 20 бислоями на подложке Si с σ_0=0.084 нм и ξ_0=10 нм.

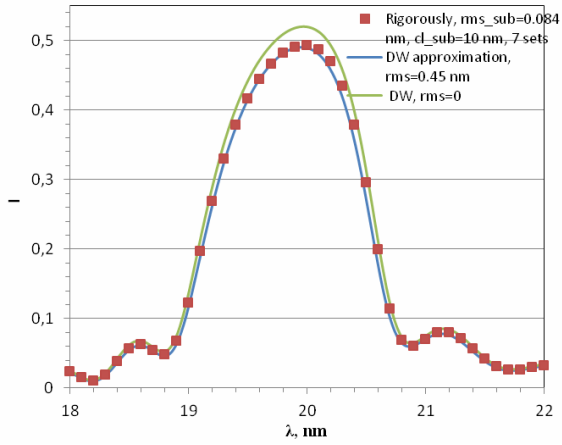


Рис. 2. Коэффициент отражения Al/Zr зеркал с идеальными границами и шероховатыми, с параметрами из рис. 1, от λ (θ=5°).

На рис. 3 показаны кривые $I(\lambda)$ для того же зеркала при угле падения $\theta=30°$ и $\lambda=17\div19$ нм. Как следует из анализа данных рис. 3, строгий расчет интенсивности рассеяния с использованием полученных из ростовой модели профилей границ также совпадает с графической точностью с результатами измерений [7]. Следоваельно, полученные моделированием профили границ многослойника близки к реальным. Существенно, что параметры роста и шума источника зеркала соответствовали тем, что использовались при моделировании Al/Zr покрытия пилообразных решеток с сильным сглаживанием и смещением крупномасштабного профиля границ [4]. Приближенная кривая на рис. 3 заметно отличается от точной не только по положению и ширине максимума, но и по его величине. Значения $I(\lambda)$ на обеих склонах двух кривых отличаются более, чем на 20%. Кроме того, в приближенной модели используются завышенные, даже для верхних границ, значения СКО шероховатости ($\sigma=0.45$ нм).

Отметим, что усреднения по семи статистическим реализациям границ достаточно для сходимости коэффициентов отражения по методу Монте Карло из-за слабой вертикальной корреляции интерфейсов. Для учета сложной структуры шероховатой поверхности и достижения сходимости результатов в программе PCGrate-SX™ v.6.6 [9], разработанной на основе МИМ, использовалось число точек дискретизации N=1000 на границу. Погрешность, оцененная из энергетического баланса, не превышает 10^{-4}. Время счета одной точки на рабочей станции с двумя процессорами Quad Core Intel® Xeon® 2.66 GHz, частотой шины 1333 MHz и 16 GB RAM составляет ~1.5 часов с учетом 8× распараллеливания.

На рис. 4 представлены расчеты дифференциальной интенсивности диффузного рассеяния $\partial I/\partial\theta_s$ моделируемого Al/Zr зеркала в зависимости от скользящего угла рассеяния волны θ_s для $\lambda = 20$ нм. Вблизи зеркального пика уровень интенсивности рассеянного света составляет всего $\sim10^{-4}$, а форма кривой близка к гауссовой. Для повышенной точности расчетов использовалось N=1200 на границу. Погрешность, оцененная из энергетического баланса, составила величину $\sim10^{-5}$.

Показано, что комбинированный подход, состоящий в моделировании роста профилей границ многослойного зеркала и их использовании при расчете интенсивности рассеяния, дает точные значения параметров шероховатости и коэффициентов отражения в ЭУФ. Мы использовали обобщенную континуальную модель роста тонких пленок в сочетании со строгим МИМ, однако другие, схожие по точности и универсальности методы, могут применяться в предложенном подходе.

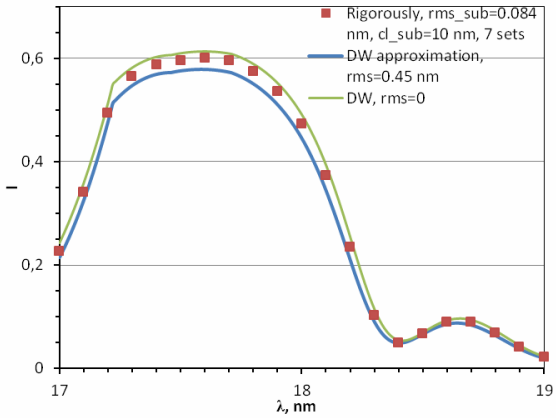


Рис. 3. Коэффициент отражения Al/Zr зеркал с идеальными границами и шероховатыми, с параметрами из рис. 1, от λ ($\theta=30°$).

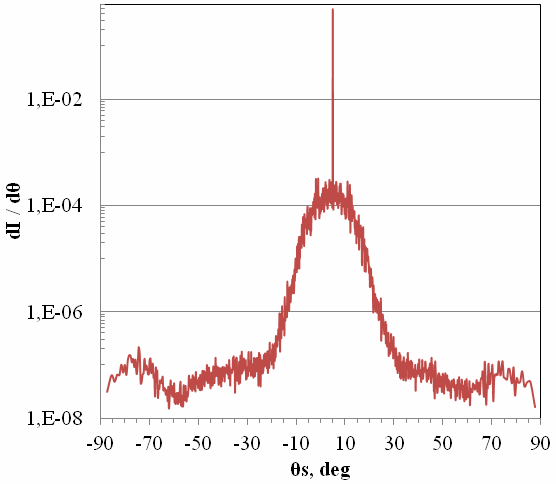


Рис. 4. Интенсивность диффузного рассеяния Al/Zr зеркала с параметрами шероховатости границ из рис. 1, от θ_s ($\theta=5°$, $\lambda=20$ нм).

Авторы благодарны В.В. Ящуку, Д.Л. Воронову и Ю.В. Трушину за предоставленную информацию.

[1] Pietsch U., Holy V., Baumbach T., *High-Resolution X-Ray Scattering: From Thin Films to Lateral Nanostructures* (Springer-Verlag, Heidelberg, 2004).
[2] Peverini L., Ziegler E., Bigault T., Kozhevnikov I., Physical Review B, **76**, 045411 (2007).
[3] Горай Л.И., Лубов М.Н., Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед., **№ 5**, 39 (2014).
[4] Goray L., Lubov M., J. Appl.Cryst., **46**, 926 (2013).
[5] Goray L.I., Schmidt G., **Ch. 12**, in *Gratings: Theory and Numerical Applications*, E. Popov, ed. (Institute Fresnel, AMU, 2014).
[6] Goray L.I., J. Appl. Phys., **108**, 033516 (2010).
[7] Voronov D.L., Anderson E.H., Cambie R., *et el.*, Opt. Exp., **19**, 6320 (2011).
[8] Voronov D.L., Gawlitza P., Cambie R., *et el.*, Proc. SPIE, **8139**, 81390B (2011).
[9] http://www.pcgrate.com (2014).

Технологически простой наноисточник рентгеновского излучения на основе преломляющих цилиндрических линз

Ильяшенко М.В.
Институт прикладной физики НАН Украины, г. Сумы, Украина
e-mail: bifurkatorm@mail.ru

Задача получения рентгеновского пучка с нанометровым диапазоном разрешениия лежит в мэйнстриме современной науки. В то же время на этом пути встаёт много технических трудностей.

В самом деле, необходимо обеспечить как высокую интенсивность, так и «качество» пучка, а выполнить одновременно оба эти условия весьма затруднительно.

Сегодня существует несколько типов интенсивных источников рентгеновского излучения (ЛСЭ[1], плазменный фокус, плазма лазерного излучения[2], импульсные рентгеновские трубки и др.), из которых с помощью коллиматоров можно «вырезать» микропучёк. Но необходимой монохроматизации и фокусирования излучения при этом происходить не будет. Введение же в схему монохроматоров, конечно, повысит качество пучка, но значительно ослабит его интенсивность.

Проблема же для «жёсткого» рентгена и гамма-излучения носит фундаментальный характер, т.к. с ростом энергии фотонов эффективность как фокусирования, так и монохроматизации стремительно падает.

Это связано с тем, что:

$$n = 1 - \delta + i\beta = 1 - \frac{N_a r_e \lambda^2}{2\pi}\left(f_1 + if_2\right) \quad (1)$$

где N_a - плотность атомов, r_e- классический радиус электрона и λ - длина волны. Зависимость декремента преломления δ и показателя поглощения β от атомного номера содержится в атомном факторе рассеяния (f_1+if_2), который является комплексной величиной.

Т. е. показатель преломления уменьшается пропорционально квадрату энергии фотонов.

В связи с вышеперечисленным, для создания наноисточников рентгеновского излучения необходимо изготовление специализированных рентгенооптических систем, которые будут формировать и «облагораживать» рентгеновские микро- и нанопучки.

Внимательное рассмотрение особенностей различных рентгенооптических систем [3] показывает, что для работы с фотонами высоких энергий наиболее перспективно использовать преломляющую рентгеновскую оптику.

Несмотря на ограничения по рабочим углам (это ограничение, впрочем, в той или иной степени свойственно всем устройствам рентгеновской оптики-следует из (1)) и высокую стоимость, преломляющие рентгенооптические элементы находят всё более широкое применение [4].

Поэтому очень важным является отработка приёмов и технологий изготовления преломляющих линз для диапазона высоэнергетического рентгеновского и гамма излучения. Отдельным, и не менее важным, требованием является миниатюризации данных элементов, а также разработка технологий точной установки и юстирования рентгенооптической системы из них. Необходимо добиться долговечности и стабильной работы системы формирования нанопучка в условиях повышенных рабочих температур и интенсивных радиационных полей И,, наконец, важным является вопрос цены.

В качестве демонстрации простых, но работающих решений, можно сослаться на воздушно-пузырьковую технологию, развиваемую в БГУ [5]. Или, например, на [6].

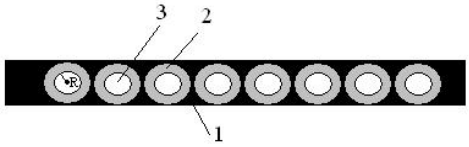
Мы пошли другим путём. Пользуясь тем, что волокна имеют круглое сечение, можно сформировать (см. рис.) цилиндрическую линзу.

Обратим внимание на ряд благоприятных обстоятельств, делающих сборку цилиндрических линз перспективной для использования в качестве рентгенооптической системы наноисточника рентгеновского излучения.

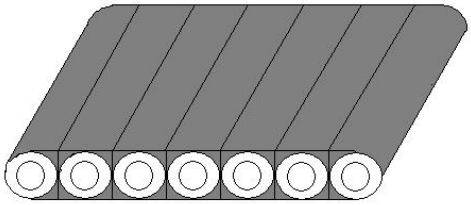
Малый радиус кривизны приводит к пропорциональному уменьшению фокусного расстояния, что позволяет ограничиться разумным количеством волокон N. В то же время поглощение пропорционально пути, пройденному излучением в материале, поэтому оно уменьшается пропорционально уменьшению R. И, наконец, с ростом энергии излучения уменьшается показатель поглощения β.

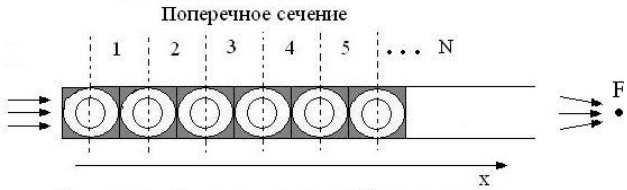
Из-за больших размеров цилиндрических линз сборка в «крест» не предъявляет повышенных требований к точности, что особенно важно для нано масштабов (следует учитывать, что изображённая на рис. линза является верхним слоем, расположенным на гладкой и массивной подложке!).

Схема цилиндрической рентгеновской линзы



1 - эпоксидка(или полимерный клей)
2 - стеклянное тонкостенное волокно малого диаметра
3 - воздушный промежуток





Капилляры образуют систему из N вогнутых линз в направлении x.

Для фильтрации рентгеновского излучения оптимальным вариантом было бы использование сборки «система цилиндрических линз+диафрагма». Но это не всегда возможно, к тому же ввиду крайне высоких требований точности для нанопучка, юстировка представляет собой весьма нетривиальную задачу.

Однако, даже без наличия диафрагмы рентгенооптическая система значительно подавляет шум «сама по себе». В основном это происходит из-за неоптимальности фокусировки для неосновных частот, но также значительную роль играет большая поглощающая способность системы линз в области «мягкого» рентгена.

Основными преимуществами рентгенооптических систем цилиндрических линз на основе волокон являются:

1. Возможность получения волокон (а следовательно и преломляющих профилей) круглой, параболической и эллиптической форм при размерах волокон в десятки-сотни мкм.
2. Возможность создания пустотелых и многослойных волокон (к сожалению тоже для толщин D≥ 10 мкм).
3. Технологическая простота и малая стоимость как отдельных волокон, так и их сборок. Работоспособность технологии в области малых размеров.
4. Возможность формирования волокон из крайне широкого диапазона материалов (бериллия, углерода, полимеров, металлов и т.д.). Это важно как при подборе оптимальных материалов для линз, так и для эксплуатации при повышенных температурах (и при воздействии других неблагоприятных факторов).
5. Возможность проектирования и формирования рентгенооптической системы под заданную задачу или установку.

Конечно, у данного подхода есть существенные недостатки. Но для широкого круга задач он будет, без сомнения, полезным.

[1] Рагозин Е.Н., Собельман И.И. Продвижение лазера на свободных электронах в рентгеновскую область спектра // УФН.-2004.-Т.174, №2.-С. 207-208.

[2] С.А. Пикуз (мл.), А.Я. Фаенов, И.Ю. Скобелев, В.Е. Фортов Создание экзотических состояний вещества с помощью рентгеновского излучения, генерированного при фокусировке петаваттного лазерного импульса на твёрдотельные мишени//УФН.- 2014.- Т.184, №7.- С. 759-765.

[3] В. Е. Сторижко , М.В. Ильяшенко, В.Б. Молодкин, А.Ю. Гаевский, В.Л. Денисенко, О.И. Денисенко, С.А. Вершинский. Способы фокусировки рентгеновского излучения // Успехи физики металлов, 2010, т. 11, № 1, с.1-17.

[4] Аристов В.В., Шабельников Л.Г. Современные достижения рентгеновской оптики преломления // УФН.-2008.-Т.178, №1.-С. 61-83.

[5] Рентгеновские параметры микрокапиллярной линзы. Ю.И. Дудчик, Н.Н. Кольчевский, Ф.Ф. Комаров, Белоруский государственный университет, Минск. ПЖТФ, 1998, том 24, №24.

[6] А.Г. Турьянский, И.В. Пиршин Метод получения сверхтонких рентгеновских пучков. Приборы и техника эксперимента, 2000, №5, с.90-96.

Тонкопленочные защитные покрытия рентгенооптических бериллиевых элементов для источников рентгеновского излучения

О.В. Юркевич[1], К.Ю. Максимова[1], А.Ю. Гойхман[1], И.И. Снигирева[1,2], А.А. Снигирев[1,2]
[1]*Балтийский федеральный университет им. И.Канта, Калининград, Россия*
[2]*European Synchrotron Radiation Facility (ESRF), Grenoble, France*
e-mail: oyurkevich@innopark.kantiana.ru

Рентгеновская оптика на основе бериллия – рентгеновские окна, преломляющие линзы и фильтры - широко используются в источниках синхротронного излучения (СИ), лазерах на свободных электронах, лабораторных и технологических исследовательских центрах. Однако, новые источники СИ требуют существенно улучшенных свойств бериллиевой оптики, включая как качество поверхности и объема, так и высокую радиационную и химическую стойкость под воздействием мощного рентгеновского излучения. В настоящее время для предотвращения разрушающих окислительных процессов на ускорительных комплексах обязателен обдув бериллиевых изделий (БИ) инертными газами или помещение оптических элементов в вакуум.

В данной работе был исследован способ предотвращения разрушения БИ путем нанесения на них пассивационных наноразмерных покрытий, которые не вносят искажения в проходящее рентгеновское излучение, термически стабильны и не допускают попадание несвязанных бериллиевых частиц на поверхность БИ. В качестве пассивационной тонкой пленки был выбран Al_2O_3 – превосходный диффузионный барьер для атмосферного кислорода с одной стороны [1], а для бериллия с другой.

Некоторые БИ обладают сложной формой, например, рефракционные бериллиевые линзы параболической формы [2] с радиусом кривизны до 50 мкм и толщиной перешейка до ~ 10 мкм, что накладывает ограничения на методы роста сверхтонких защитных пленок. Наиболее подходящий метод для создания тонких конформных покрытий на таких объектах – метод атомного послойного осаждения (АПО) [3-6]. АПО – химический метод нанесения тонких пленок, основанный на последовательном использовании самоограниченных газофазных реакций, что позволяет достигать прецизионного контроля толщины, отсутствия точечных дефектов в пленках и покрывать поверхности любого размера и конфигурации.

Процесс нанесения пленки толщиной порядка 0,1 нм состоит из нескольких шагов – газовых реакций, протекающих импульсно за короткий промежуток времени. Рост пленки Al_2O_3 производился в установке термического АПО фирмы SVT Associates с использованием прекурсоров H_2O и $Al(CH_3)_3$ [триметилалюминий (TMA)] и осуществлялся последовательным применением следующих двух поверхностных реакций: [7]

(A) $Al\text{-}OH^* + Al(CH_3)_3 \rightarrow Al\text{-}O\text{-}Al(CH_3)_2^* + CH_4$

(B) $Al\text{-}CH_3^* + H_2O \rightarrow Al\text{-}OH^* + CH_4$,

* -твердые поверхности.

Были проведены исследования стойкости защитных покрытий БИ в синхротронном излучении на ондуляторной станции ID06 в европейском центре синхротронного излучения (ESRF), Гренобль, Франция. Образцы с нанесенной пленкой Al_2O_3 подвергались воздействию белого пучка СИ мощностью ~ 1 КВт в условиях атмосферного давления и обдува азотом. Аналогичные исследования проводились при большем времени экспонирования в монохроматическом пучке СИ с изменением энергии с течением времени от 7 до 12 кэВ, без обдува азотом(табл.1).

Образец Al_2O_3//Be, №	**Время экспонирования рентгеновским пучком, мин**	**Толщина покрытия, нм**
2096	110, 240	20
2113	15, 45, 120, 420	75
2132	15, 45, 120, 420	95
2113	1440 (24 часа) монохроматический пучок	75

Табл. 1. Список образцов, экспонированных в белом пучке СИ ESRF, с указанием толщин и времени экспонирования.

Использование метода время-пролетной вторичной ионной масс-спектрометрии (ВИМС) в едином вакуумном комплексе с камерой роста АПО (*in-situ)* позволило проверить конформность и термическую стабильность покрытия сразу после процесса осаждения. После 20 циклов роста, на поверхности бериллия образуется сплошная пленка Al_2O_3, покрывающая все шероховатости подложки. Аналогичным способом покрытие тестировалось на термическую стойкость. После атмосферного отжига Al_2O_3//Be при 250℃ - 400℃ от 10 мин до

1 часа, процессы взаимной диффузии не наблюдаются (спектры не приведены).

С помощью рентгеновской рефлектометрии была определена плотность пленок, выращенных при тех же условиях на кремниевых подложках (КЭС (100), с естественным окислом), она составила 3,3 г/см^3 , что соответствует значениям аморфного Al_2O_3 по данным [8]. Рост Al_2O_3 на Si и на Be происходит по одинаковому принципу – прекурсор ТМА взаимодействует с гидроксильными группами на поверхности, т.к. и Si и Be имеют естественный оксид на поверхности. Измерения не могли проводиться непосредственно на образцах, выращенных на Be, в связи с высокой шероховатостью подложки Определение толщины пленки на Si методом рентгеновской рефлектометрии позволило определить скорость роста пленки за цикл – 1,7Å/цикл и оценить толщину покрытий, осажденных на Be.

Испытания устойчивости образцов с защитными покрытиями различной толщины на синхротроне подтвердили стойкость покрытия под воздействием мощного (~ 1 КВт) белого излучения. Следует отметить высокую степень адгезии пленки Al_2O_3 к бериллиевой подложке после 7 часов облучения (см. таблицу 1). Экспонирование образца в течении 24 часов в монохроматическом излучении не привело к изменениям в химическом составе.

Дальнейшие исследования были направлены на изучение химического состава облученного образца. На профиле распределения интенсивности оже-электронов бериллия, углерода, кислорода и алюминия по глубине образца от пленки к подложке до облучения видно, что из примесей в образце присутствует только С, причем основное его содержание находится на поверхности Be подложки и поверхности пленки, что свидетельствует о высокой чистоте выращенного покрытия. После экспонирования образца в белом пучке в течении 7 часов, измерения были повторены и подтвердили отсутствие бериллия на поверхности (Рис. 1). Однако характер изменения интенсивности пиков различается, что говорит о проникновении элементов Al и O в подложку и формировании промежуточного слоя между пленкой Al_2O_3 и Be.

Исследование молекулярного состава, проведенное методом комбинационного рассеяния света (КРС), показало наличие общего пика бериллия 456.9 см$^{-1}$ во всех областях анализа [9]. Анализ экспонированных под немонохроматическим СИ областей образца выявил образование дополнительного пика 1051 см$^{-1}$ (Рис.2), что говорит о формировании новой фазы с КРС-активной модой. Этот пик принадлежит молекулярным соединениям NO_3 [10]. Частицы N попали в пленку Al_2O_3 в результате обдува бериллиевых элементов азотом под действием СИ. Интенсивность пика 1051 см$^{-1}$ увеличивается в зависимости от продолжительности времени, проведенном образцом в белом пучке. Измерения в необлученных областях и области, экспонированной в течении 24 часов под монохроматическим излучением, не приводит к образовании пика 1051 см$^{-1}$. Структурные исследования методом рентгеновской дифрактометрии экспонированных областей не выявили образование новых пиков.

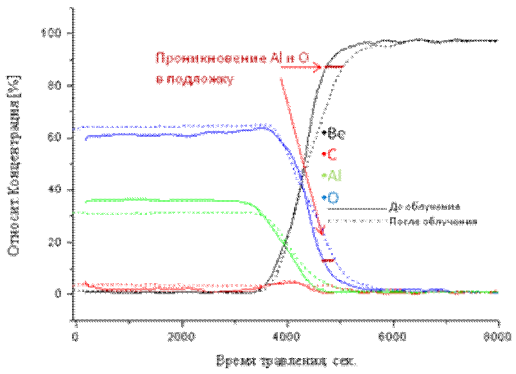


Рис. 1. Распределение химических элементов по глубине полученное методом Оже-электронной спектроскопии образца Al_2O_3//Be № 2113 А) до и после облучения в течении 7 часов в белом пучке

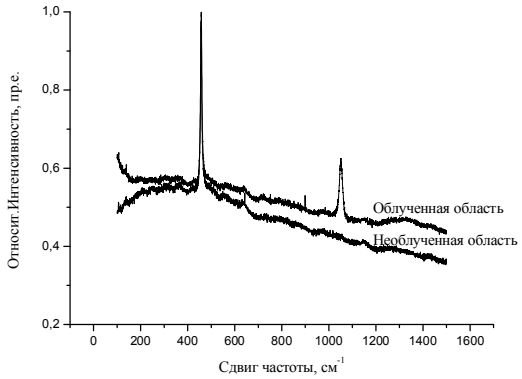


Рис.2 Рамановский спектр необлученной (нижний спектр) и облученной в течении 7 часов в белом пучке (верхний спектр) областях на образце №2113.

Толщина и стехиометрический состав пленок также определялись методом резерфордовского обратного рассеяния (РОР) ионов He^{4+} с энергией 1700 keV. Полученные спектры РОР для областей с различным временем облучения имеют ряд отличий (Рис.3). Анализ стехиометрического состава исходной пленки подтвердил соотношение элементов Al:O = 2:3. При увеличении времени облучения интенсивность пика Al падает – уменьшается его концентрация, однако увеличивается ширина пика. Также появляется содержание углерода в

пленке, который ранее присутствовал только на интерфейсе между Be подложкой и пленкой Al_2O_3 и на поверхности покрытия. Измерения РОР так же подтверждают отсутствие Be на поверхности защитного покрытия.

Под действием высокоэнергетического СИ происходят процессы разрушения химических связей, что приводит к дрейфу несвязанных атомов кислорода и алюминия в материал подложки, что объясняет различия в интенсивностях пика Al в спектрах.

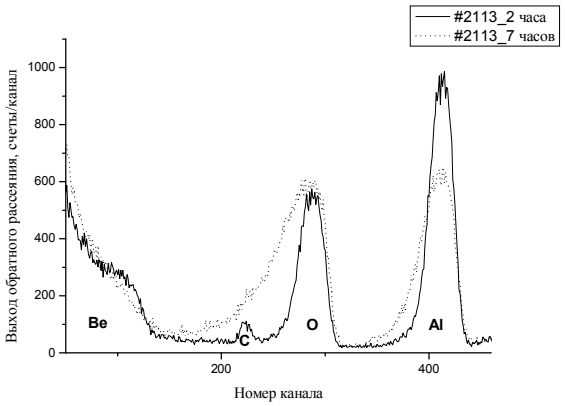


Рис.3. Спектры РОР для двух областей образца №2113, экспонированных в течении 2 и 7 часов в белом пучке СИ

В данной работе было рассмотрено нанесение пасивационных покрытий Al_2O_3 на БИ с целью защиты их от разрушения в мощном синхротронном излучении. Тонкие наноразмерные пленки Al_2O_3 были нанесены методом АПО, характеризующимся конформностью покрытиий на объектах любой сложной формы.

Были проведены исследования химического состава, структуры пленки, термической стабильности, стойкости пленки в синхротронном излучении. Таким образом, нанесенные защитные покрытия, обладая высокой степенью адгезии Al_2O_3, продемонстрировали устойчивость к воздействию немонохроматического СИ мощностью 1 КВт и предотвратили проникновение несвязанных бериллиевых частиц на поверхность. Вместе с тем обнаружено незначительное увеличение концентрации кислорода на границе раздела пленка//подложка. При экспонировании образа в монохроматическом пучке в течение 24 часов никаких изменений химических, структурных и функциональных свойств покрытий обнаружено не было.

Совокупность экспериментальных данных позволяет оценить перспективы применения защитных покрытий Al_2O_3, выращенных методом АПО, для дополнительного снижения требований безопасности и упрощения оптических экспериментальных схем. Возможность реализации фокусирующих элементов преломляющей оптики без специальных требований к эксплуатации (обдувка азотом и пр.) приведет к уменьшению физических размеров оптических элементов, что в свою очередь, позволит значительно улучшить их разрешение.

Работа выполнена при поддержке Министерства Образования и Науки Российской Федерации (грант № 14.Y26.31.0002, грант № 02.G25.31.0086)

1. Yan Zhao, Chunlan Zhou, Xiang Zhang и др.//Nanoscale Research Letters 2013, 8, 114.
2. Snigirev A., Kohn V., I. Snigireva and B. Lengeler //Nature, 1996,V. 384, pp.49-51.
3. Riika L., Puurunen//J. Appl. Phys. 2005, V.97,pp. 121301-121301-52.
4. Leskela M, Ritala M//Thin Solid Films, 2002,V 409,pp. 138–146.
5. Ritala M., Leskela M., Angew. Chem. Int. Ed.,2003, 42, pp.5538–5554.
6. Elam J.W., Groner M.D., George S.M., Rev. Sci. Instrum.,2002, 73, pp.2981–2987.
7. Ott, A. W.; Klaus, J. W.; Johnson, J. M.; George, S. M. //Thin Solid Films 1997, 292, 135.
8. Groner, M. D.; Fabreguette F. H.; Elam J. W.; George S. M.// Chem. Mater. 2003, 16, pp.639-645.
9. Olijnyk,Jephcoat //J. Phys.: Condens. Matter,2000, 12, pp.8913–8918.
10. Frost R.L., Leverett P., Williams P.A., Weier M.L., Erickson K.L..//J. of Raman Spectroscopy (2004), V. 35(11), pp. 991-996.

Топографическое изображение дефектов в кристаллах с суперпозицией пространственно протяженных и локализованных деформаций

И.А.Смирнова, Э.В.Суворов
Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия
e-mail: irina@issp.ac.ru

Дифракция рентгеновского излучения является практически единственным неразрушающим методом определения параметров реальной структуры кристаллов – пространственное расположение и размеры деформированных областей в объеме кристалла, величины деформаций и пр. Однако суперпозиция пространственно протяженных и локализованных искажений кристаллической решетки в большинстве случаев затрудняет анализ параметров таких дефектов. В литературе имеется только несколько публикаций [1-3] в которых обсуждается эта проблема. Так в работе [1] методом секционной топографии рассмотрена дифракция рентгеновского излучения в механически закрученных кристаллах с винтовыми дислокациями. Показано, что динамические интерференционные полосы становятся асимметричными по отношению к дислокационной линии винтовой дислокации. Теоретический анализ, проведенный [2] методом траекторий блоховских волн подтвердил асимметрию интерференционных полос и показал, что прямое изображение дислокации расщеплено по отношению к дислокационной линии. В работе [3] анализируется картина интерференционных полос в ограниченном и однородно изогнутом кристалле.

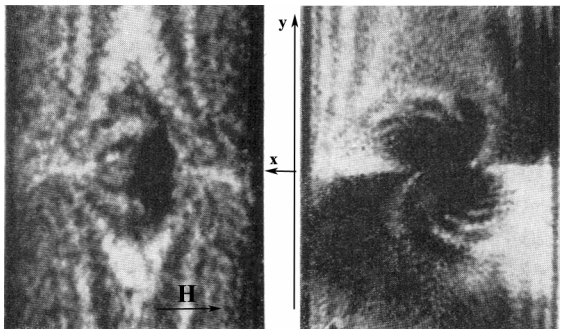
Современное материаловедение широко используют самые разнообразные микро и наноразмерные объекты разной природы, включая гетероструктуры, многослойные зеркала, а также апериодические структуры. Как известно, для гетеросистем находящихся в псевдоаморфном состоянии, несоответствие параметров подложки и пленки приводит к возникновению внутренних напряжений (напряжений несоответствия) и как следствие однородному изгибу кристалла. В другом случае в силу того, что структуры-кристаллы имеют сложную геометрию (не плоско параллельные пластины, на поверхности кристалла прорисован профиль) возникают дополнительные упругие напряжение на границе-крае кристалла. Таким образом, в таких сложных структурах имеются пространственно протяженные упругие деформации кристалла. И любой локальный дефект в такой структуре будет находится, как в поле собственных локальных искажений, так и в пространственно протяженном упругом деформационном поле кристалла.

В данной работе экспериментально и методом численного моделирования исследовано влияние изгиба кристалла на изображение винтовой дислокации на секционной топограмме. Эксперименты были выполнены на камере Ланга А-3, излучение $MoK_{\alpha 1}$, размеры фокуса рентгеновской трубки 30*30 мкм^2, формирующая щель перед кристаллом 10мкм. На рис.1 представлены экспериментальные топограммы винтовой дислокации, параллельной поверхности кристалла. Специальным образом кристалл не изгибался. Дислокация расположена почти в центре кристалла, это одна и та же дислокация, рис 1а – отражение (220), 1б - (660), где (**Hb**) – произведение вектора обратной решетки на вектор Бюргерса. Вертикальные слегка изогнутые полосы – это динамические интерференционные полосы. В центре яркое пятно - прямое изображение винтовой дислокации. На что следует обратить внимание на рис.1б. в верхней части изображения интерференционные полосы со стороны отраженного пучка имеют меньшую интенсивность (слева направо) по сравнению со стороной проходящего пучка, в нижней части изображения - наоборот. Хорошо видно, что прямое изображение почти центро-симметрично по отношению к дислокационной линии.

На рис.2а представлено моделирование по уравнениям Такаги-Топэна винтовой дислокации, расположенной на глубине кристалла $z_0 = t/2$, коэффициент поглощения $P = \mu t/\cos\theta = 0.51$. Видно, что изображение дислокации (рис. 2а) сильно отличается от экспериментальной топограммы (рис. 1б). Прямое изображение и интерференционные полосы зеркально симметричны относительно дислокационной линии. Теперь пусть дислокация находится в упругом макроскопическом деформационном поле. Дифракция рентгеновской волны зависит только от компоненты вектора смещения атомов вдоль вектора дифракции. В симметричной дифракции такой компонентой является U_x. Рассмотрим изгибную деформацию, будем считать, что Ux зависит только от z. Пусть деформация описывается, как изгиб атомных плоской по параболическому закону:

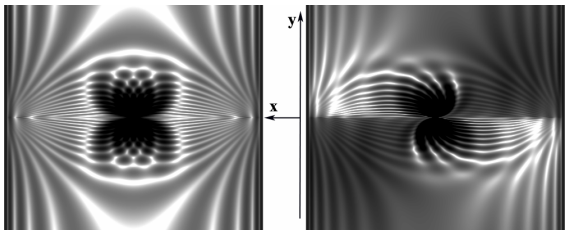
$U_x(0,0,z) = -(z-t/2)^2/2R$, где R – радиус изгиба кристалла. Формула записана таким образом, что

смещение отсчитывается от его значения на середине толщины кристалла.



а б

Рис. 1. Фрагменты секционных топограмм кристалла Si с винтовой дислокацией, толщина кристалла t = 412 мкм, а) отражение (220), (**Hb**)=-8, б) отражение (660), (**Hb**)=-24.



а б

Рис. 2. Численное моделирование секционных топограмм винтовой дислокации, t = 412 мкм, (**Hb**)=-24, отражение (660),а) без изгиба, б) кристалл изогнут R=200м.

Хорошо видно, что численное моделирование (радиус изгиба 200 м, рис.2б), теперь соответствует экспериментальной топограмме. Теперь прямое изображение винтовой дислокации центро-симметрично (за исключением полосы вдоль следа дислокационной линии). Со стороны y>0, прямое изображение смещено в сторону отраженного пучка. Теперь рассмотрим положение и интенсивность интерференционных полос, при y>0 полосы имеют меньшую интенсивность со стороны отраженного пучка и их интенсивность растет от отраженного к проходящему пучку, при y<0 наоборот. Качественный анализ изображения можно сделать из рассмотрения траекторий лучей в кристалле. Направление потока энергии совпадает с касательной к траектории. Пусть сначала кристалл находится в точном брэгговском положении, и y>0. На входной поверхности (z=0), для слабопоглащающей волны траектории сначала почти параллельны падающему пучку. Затем они изгибаются в сторону отраженного пучка на такой глубине, где выполняется условие для динамической дифракции. На выходе из кристалла они почти параллельны отраженному пучку. Для сильнопоглощающей волны все наоборот, но ее амплитуда мала. Т. е. изображение смещено в сторону отраженного пучка.

Дальнейший численный анализ показал, во-первых, что при изменении знака радиуса изгиба прямое изображение винтовой дислокации также центросимметрично, но при y>0 смещено в сторону падающего пучка. Во-вторых, если изменять глубину залегания дислокации, то интерференционные полосы становятся асимметричными по отношению к дислокационной линии, при этом расщепление прямого изображения винтовой дислокации сохраняется.

Выводы: Таким образом, в работе представлены экспериментальные секционные изображения винтовых дислокаций под действием макроскопического поля и анализируется прямое изображение дефекта методом численного моделирования дифракционного эксперимента. Для того чтобы более наглядно выявить основные особенности прямого изображения дефекта рассмотрено прямое изображение винтовых дислокаций с большой величиной (**Hb**), и на отражениях высоких порядков. Экспериментально и численным моделированием дифракционного эксперимента наблюдается эффект асимметрии в картине интерференционных полос и расщепление прямого изображения по отношению к линии дислокации.

1. В.И. Кушнир, Э.В. Суворов, К.Ю. Мухин // ФТТ, т.22, в.7, 2135-2143, (1980).
2. F. N. Chukhovskii, P.V. Petrashen // Acta Cryst., A44, 8-14, (1988).
3. Tomoe Fukamachi, Masahiko Tohyama et al. // Acta Cryst. A66, 421–426, (2010).

Транспорт рентгеновского и вакуумного УФ излучения в узких воздушных зазорах при комнатных условиях

А. В. Митрофанов
Физический институт им. П.Н.Лебедева РАН, Ленинский проспект, 53 , Москва, Россия
e-mail: mitrofa@sci.lebedev.ru

При измерениях спектральных характеристик объектов в ультрамягкой рентгеновской и вакуумной ультрафиолетовой (ВУФ) области спектра иногда удается обойтись без вакуумной камеры для образцов. Исследования можно проводить на воздухе при атмосферном давлении вблизи выходного окна источника излучения, если длина затухания зондирующего пучка в поглощающей среде (воздухе) соизмерима или превышает характерный размер объекта и поперечный размер пучка или окна детектора. В экспериментальной технике спектроскопии этот прием известен давно и называется некоторыми авторами “The open air method” [1]. Мы использовали метод работы с вакуумным ультрафиолетовым и мягким рентгеновским излучением на воздухе при комнатных условиях при исследовании характеристик трековых мембран – пористых элементов рентгеновской оптики, используемых в наших работах в качестве фильтров приборов рентгеновской астрономии. Измерения с пучками излучения с сильным поглощением в среде имеют ряд особенностей и ограничений, которые анализируются в данной работе. В рентгеновской области спектра источником излучения была мишень, флюоресцирующая (в линиях K_α Mg, Al и Si) под действием первичного излучения от интенсивного препарата Fe^{55} кольцевой геометрии. На рис.1 показано пропускание воздушного зазора при комнатных условиях размером 1 мм (1) и 1 см (2) в спектральном интервале, содержащем эти линии.

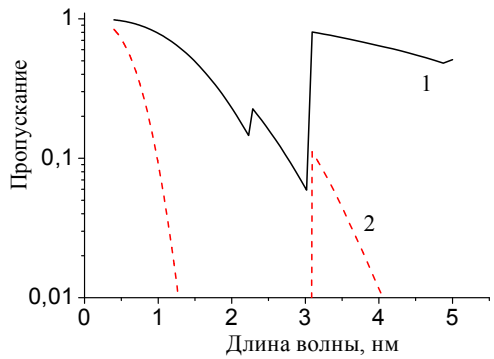


Рис.1. Пропускание воздуха при нормальных условиях в диапазоне 0.4 – 5 нм: 1 – зазор 1 мм, 2 – зазор 10 мм.

В ВУФ диапазоне в полосе 0.115 – 0.13 мкм проводились измерения на линиях спектра отпаянной водородной или дейтериевой лампы с окном из фтористого магния в полосах прозрачности кислорода и водяного пара на длинах волн 0.116, 0.185, 0.122 и 0.124 мкм. [2,3]. Измерялись пропускания полимерных трековых мембран в зависимости от геометрических параметров пор. Определялись угловые зависимости пропускания и кривые рассеяния падающего на образец слабо расходящегося монохроматического ВУФ излучения в схеме «на просвет». В окнах прозрачности атмосферы в ВУФ диапазоне измерительная база (расстояние от окна источника до детектора) достигала величин 40 – 70 мм. Обсуждается также вопрос о технологических применениях ВУФ излучения, распространяющегося с поглощением в воздушной атмосфере для задач изготовления и улучшения характеристик рентгеновских фильтров и отражающих покрытий – элементов рентгеновской оптики солнечных телескопов и радиометров.

[1] Lyman T., Phys. Rev., **20**, 149 (1935).
[2] Зайдель А.Н., Шрейдер Е.Я. Спектроскопия вакуумного ультрафиолета. М.: Наука, 1967. С. 472.
[3] Окабе Х. Фотохимия малых молекул. М.: Мир, 1981. С. 500.

Требования к позиционированию преломляющих линз в рентгеновских трансфокаторах

М.Поликарпов[1], М. Матине[2], О. Коновалов[2], М. Любомирский[2], И.Снигирева[2], А.Снигирев[2]

[1] *БФУ им. Канта, Калининград, Россия*

[2] *European Synchrotron Radiation Facility, Гренобль, Франция*

e-mail: polikarpov.maxim@mail.ru

Прошло более 15 лет с момента применения преломляющих линз для жесткого рентгеновского спектра [1]. За этот период рефракционная оптика, основанная на преломляющих линзах, не только стала стандартным элементом оборудования синхротронных станций, но и шагнула далеко вперед, значительно расширяя возможности современных методов исследования микро- и нано-объектов с использованием синхротронного излучения (нано-интерферометрия, микроскопия высокого разрешения, рентгеновская микроскопия стоячих волн и т.д.). Существенную роль в этом развитии сыграла реализация перестраиваемой оптики - рентгеновских трансфокаторов [2, 3], позволяющих непрерывно изменять фокусное расстояние путем добавления одного или нескольких обойм с линзами. Ввиду неидеального положения обойм в трансфокаторе относительно друг друга, могут возникать различного рода линейные и угловые отклонения и возникает вопрос о допустимой величине этих отклонений без заметной потери в параметрах фокусировки.

В данной работе рассматривается влияние угловых и линейных смещений в системах параболических преломляющих линз на параметры сфокусированного изображения – интенсивность, размер сфокусированного изображения и его положение на детекторе. Были рассмотрены: смещения двух одиночных линз, отстоящих друг от друга на фиксированное расстояние; смещения двух непрерывно преломляющих рентгеновских линз (системы, состоящие из набора рядом стоящих линз), отстоящих друг от друга на фиксированное расстояние; смещения отдельно взятого набора линз в непрерывно преломляющей системе.

Соответствующий эксперимент был проведен на стенде микро-оптики (Micro Optics Test Bench - MOTB) станции ID06 Европейского Центра Синхротронного Излучения. На данной станции рентгеновское излучение генерируется с помощью ондулятора и попадает в оптическую кабину, где двухкристальный Si-111 монохроматор с криогенным охлаждением производит отбор энергий в диапазоне 6-60 кэВ. Далее, излучение проходит в экспериментальную кабину, где на гранитном оптическом столе используются два гониометра и держатель рентгеновской CCD-камеры (размер пикселя - 0,645 мкм) и PIN-диода.

В первой части эксперимента монохроматор был настроен на отбор излучения с энергией 10 кэВ. Две одиночные бериллиевые преломляющие параболические линзы [4] с радиусом R = 50 мкм были установлены раздельно на гониометры оптического стола (**рис.1**), а ширина коллимирующих щелей S5 непосредственно перед первой линзой была задана равной 350 мкм в вертикальном и горизонтальном направлениях, что меньше, чем физическая апертура линзы D = 450 мкм. Эффективная апертура линз в данном случае, оказалась больше, чем физическая. Сфокусированное линзами изображение регистрировалось с помощью CCD-камеры и PIN-диода. Размер изображения в вертикальном направлении составил 3,3мкм (ПШПВ).

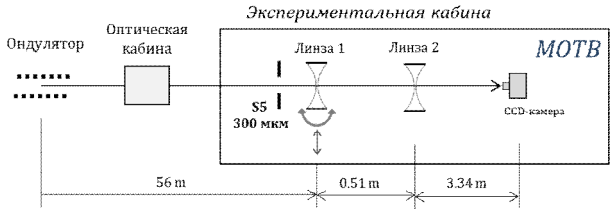


Рисунок 1. Схема эксперимента с одиночными бериллиевыми линзами.

В первую очередь было проделано угловое смещение первой линзы из положения равновесия, в котором оптическая ось линзы строго параллельна пучку. Вторая линза при этом оставалась неподвижна. Затем, был проделан сдвиг первой линзы из положения равновесия. В обоих случаях измерялись зависимости интенсивности, вертикального размера сфокусированного изображения (ПШПВ) и его пространственного положения на детекторе от величин смещений из положения равновесия.

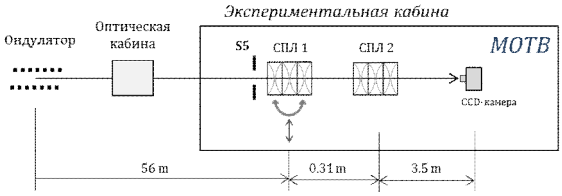


Рисунок 2. Схема эксперимента с двумя СПЛ (по 25 одиночных линз, радиусом R=200 мкм в каждой СПЛ).

Во второй части эксперимента были использованы две составные преломляющие линзы (СПЛ). В каждой СПЛ находилось по 25 одиночных линз, радиусом R = 200 мкм (эффективная апертура одной СПЛ, D_{eff} = 900 мкм, равна физической апертуре). СПЛ были установлены в боксы и помещены на гониометры оптического стола (**рис. 2**). Идейно и технически вторая часть эксперимента полностью повторяла первую, однако энергия падающего излучения была задана равной 24 кэВ. Были проведены угловые и линейные смещения первой СПЛ из положения равновесия в то время, как вторая СПЛ оставалась неподвижной. Измерялись зависимости интенсивности, вертикального размера сфокусированного изображения (ПШПВ) и его пространственного положения на детекторе от величин смещений из положения равновесия. Ширина коллимирующей щели S5 составила 700 мкм для случая сдвига и 200 мкм для случая качания.

В завершающей, третьей, части эксперимента (**рис. 3**) была использована лишь одна СПЛ, с 50-ю одиночными линзами, радиусом R=200 мкм, внутри (D_{eff} равна 1000 мкм и 800 мкм для СПЛ из первых 20-ти и СПЛ из последних 30-ти линз в общей СПЛ из 50-ти линз, соответственно). СПЛ была установлена в держатель на первый гониометр оптического стола на расстоянии 56 метров от ондулятора. Расстояние от линзы до сфокусированного изображения равнялось 3,6 м. Эксперимент проводился при энергии излучения 24 кэВ, а ширина щели S5 была задана равной 500 мкм в обоих направлениях. В ходе эксперимента, под набор первых 20-ти линз СПЛ подкладывались фольги, толщиной 13 мкм каждая. Измерялись зависимости интенсивности, вертикального размера сфокусированного изображения (ПШПВ) и его пространственного положения на детекторе от числа подложенных фольг.

Результаты всех частей эксперимента приведены в таблице 1.

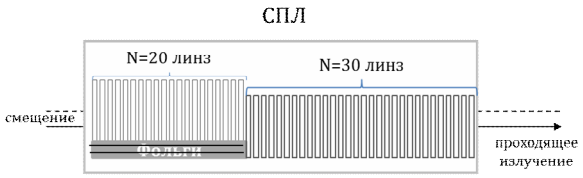


Рисунок 3. Схема эксперимента со сдвигом первых 20-ти линз СПЛ.

		ИНТЕРВАЛ СТАБИЛЬНОСТИ	
		Линейное смещение (мкм)	Угловое смещение (Градусы)
Одиночные Be линзы	Размеры фокуса стабильны	± 150	± 1.5
	Падение интен-ти<10%	± 50	± 1,2
Две СПЛ, N=25 одиночных линз	Размеры фокуса стабильны	± 110	± 0.8
	Падение интен-ти<10%	± 60	± 0.5
Одна СПЛ с фольгами, N=50 одиночных линз	Размеры фокуса стабильны	>130	
	Падение интен-ти<10%	± 80	

Таблица 1. Результаты эксперимента с качанием и линейным сдвигом одиночных линз и СПЛ, а также эксперимента с фольгами.

Как одиночные, так и составные линзы показали высокую стабильность при угловых смещениях из положения равновесия. Так, в первой части эксперимента вертикальный размер сфокусированного изображения (ПШПВ) находился пределах погрешности CCD-детектора, равной 0,35 мкм вплоть до наклона первой линзы на угол 1.5˚, а падение интенсивности не превышало 10% вплоть до наклона на угол 1,2˚. Во второй части эксперимента вертикальный размер изображения в фокусе (ПШПВ) не менялся вплоть до наклона на угол 0.8˚, а падение интенсивности не превышало 10%, вплоть до наклона на угол 0,3˚. В обеих частях эксперимента, при угловом смещении положения изображения на детекторе не менялись.

В случае линейного сдвига двух одиночных линз из положения равновесия, размер изображения в фокусе (ПШПВ) не менялся вплоть до сдвига на 150 мкм, в то время, как в случае двух СПЛ, он был постоянен, вплоть до сдвига на 110 мкм. Падение интенсивности не превысило 10 % при смещениях на 50 мкм и 60 мкм для случая одиночной линзы и СПЛ, соответственно.

В третьей части эксперимента размер изображения в фокусе (ПШПВ) был постоянен вплоть до сдвига на 130 мкм, а падение интенсивности составляло не более 10 %, вплоть до сдвига на 80 мкм первых 20 линз СПЛ.

Положение изображения на детекторе изменялось линейно во всех частях эксперимента с линейным сдвигом линз.

Изменение интенсивности и размеров изображения может быть объяснено следующим. Длина пути рентгеновского луча в материале при прохождении через бериллиевую линзу возрастает при выводе линзы из положения равновесия, вызывая увеличение поглощения, что ведет к падению интенсивности. Более того, эффективная апертура и фокусирующие свойства системы линз изменяются при таких отклонениях из положения равновесия, что и влияет на размер сфокусированного изображения.

Полученные нами результаты позволяют судить о высокой стабильности как одиночных, так и составных преломляющих линз при их различного рода отклонениях из положения равновесия. Принимая во внимание факт высокой точности современных устройств, таких, как пневматические приводы в трансфокаторе, обеспечивающие прецизионную установку обоймы и на оптическую ось, и по отношению к другим обоймам; или высокое качество самих обойм, обеспечивающее практически идеальную установку линз внутри, мы с уверенностью может говорить, что эта точность намного выше, чем значения отклонений линз из положения равновесия, требуемые для ухудшения фокусировки оптической системы. Результаты данной работы были учтены инженерно-конструкторским подразделением ESRF при проектировании компактного трансфокатора нового типа (**рис. 4**).

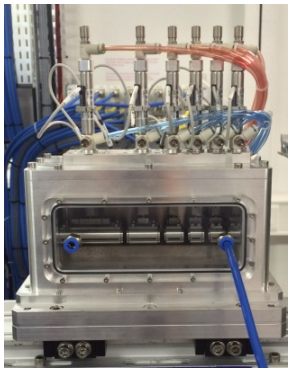


Рисунок 4. Компактный трансфокатор.

1. Snigirev, A., et al., *A compound refractive lens for focusing high-energy X-rays.* Nature, 1996. **384**(6604): p. 49-51.

2. Snigirev, A., et al., *High energy X-ray transfocator based on Al parabolic refractive lenses for focusing and collimation.* Journal of Physics: Conference Series, 2009. **186**(1): p. 012073.

3. Vaughan, G.B., et al., *X-ray transfocators: focusing devices based on compound refractive lenses.* J Synchrotron Radiat, 2011. **18**(Pt 2): p. 125-33.

4. Lengeler, B., et al., *Parabolic refractive X-ray lenses.* journal of Synchrotron Radiation, 2002. **9**(Pt 3): p. 119-24.

Фокусировка жесткого рентгеновского излучения от монокристалла кварца при внешнем температурном градиенте

В.Р. Кочарян[1,2], А.Г. Мкртчян[1], С.Г. Хлопузян[1], А.С. Гоголев[2], П.А. Григорян[1]

[1]*Институт прикладных проблем физики НАН РА, Ереван, Армения*
[2]*Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия*
e-mail: Vahan2@yandex.ru

В работах [1, 2] было впервые обнаружено явление полной переброски рентгеновских лучей от направления прохождения к направлению отражения в монокристаллах кварца в геометрии Лауэ под влиянием температурного градиента или ультразвуковых колебаний. В работе [3] экспериментально и теоретически показано, что с помощью акустического поля и температурного градиента можно контролировать местоположение фокуса отраженного излучения в пространстве и времени, а также преобразовывать сферическую волну в плоскую волну. В этих работах экспериментально не рассмотрен вопрос переброски и управления фокусом отраженного жесткого рентгеновского излучения (выше 30кэВ). Хотя именно в этом диапазоне получение интенсивных монохроматоров и линзы с контролируемыми параметрами перспективно для медицинских (в фазовом контрасте рентгенография) [4] и астрономических целей [5].

С целью получения монохроматора и линзы с контролируемыми параметрами в диапазоне жесткого рентгеновского излучения (выше 30кэВ) рассмотрена дифракция рентгеновского излучения в геометрии Лауэ под влиянием температурного градиента. В качестве исследуемого образца была использована прямоугольная пластинка (30х30мм^2) монокристалла кварца с толщиной 6мм. Нагревающаяся грань пластины была параллельна отражающим атомным плоскостям $(10\bar{1}1)$, т.е. температурный градиент был приложен перпендикулярно отражающим атомным плоскостям. Температурный градиент в образце создавался с помощью нихромовой спирали (см. рис. 1), с сопротивлением 0.3 Ом. Спираль поставлена так, чтобы температурный градиент был направлен перпендикулярно отражающим атомным плоскостям $(10\bar{1}1)$, причем вектор температурного градиента и вектор дифракции были антипараллельны. Экспериментально рассмотрена зависимость интенсивности отраженного рентгеновского излучения 30кэВ 40кэВ и 50кэВ из отражающих атомных плоскостей $(10\bar{1}1)$ от величины температурного градиента. Параллельно с этим при трех разных расстояниях (4см, 35см и 110см) сделаны поперечные фотоснимки отраженного пучка при энергии 30кэВ. Схема эксперимента приведена на рисунке 1.

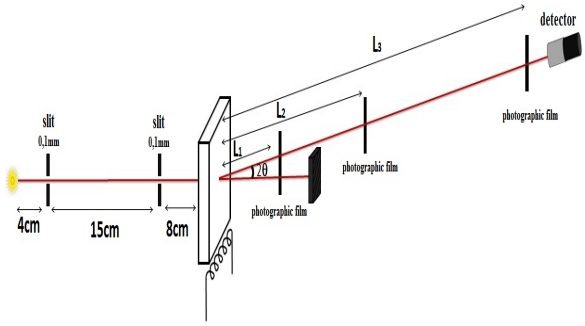


Рис.1 Схема эксперимента.

На рисунке 2 приведены зависимости интенсивностей отраженных рентгеновских пучков от величины приложенного на спираль тока при энергиях 30кэВ, 40кэВ. В эксперименте использован белый спектр рентгеновского излучения, который генерировался от рентгеновской трубки Мо БСВ-29 под напряжением 35 кВ и анодном токе 10 мА при энергии отражения 30кэВ и под напряжением 45 кВ и анодном токе 10 мА при энергии отражения 40кэВ. Как видно из рисунка 2 наблюдается увеличение интенсивностей отраженных пучков более 60 раз при энергии 30кэВ и более 45 раз при энергии 40кэВ. Многократное увеличение интенсивности обусловлено явлением полной переброски рентгеновского излучения от направления прохождения в направлении отражения с большей угловой шириной, которая намного больше, чем угловая ширина столика Дарвина и зависит от толщины исследуемого монокристалла. Насыщение и резкое уменьшение интенсивности параллельно с увеличением приложенного тока на спираль обусловлено тем, что при больших деформациях длина экстинкции становится намного больше, чем эффективная область (толщина) дифракции каждого монохро-матического излучения

участвующей дифракции. Так как для энергии 40 кэВ длина экстинкции больше, чем 30 кэВ то насыщение получается при меньшем значении на спираль, приложенного тока.

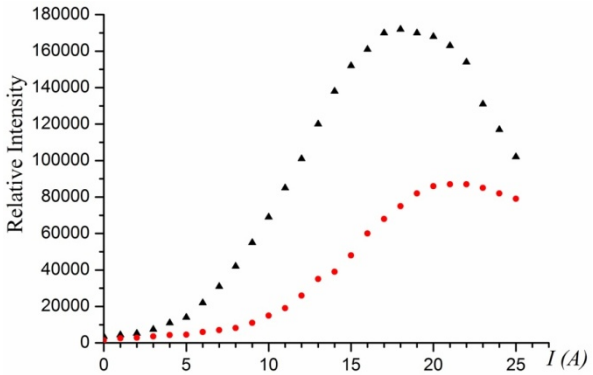


Рис.2 Зависимость интенсивности отраженного рентгеновского излучения от величины приложенного на спираль тока. На рисунке круглыми точками приведен зависимость для энергии 30кэВ, а треугольниками для энергии 40кэВ.

Для энергии 40кэВ исследовано явление фокусировки отраженного пучка под воздействием температурного градиента. С этой целю на расстоянии L_1, L_2 и L_3 от исследуемого образца снимались фронтальные сечения отраженного пучка без и под воздействия температурного градиента. Из фотоснимков было видно, что без воздействием температурного градиента фронтальные сечения отраженного пучка с увеличением расстоянии от исследуемого образца постепенно уменьшаются, т.е. фокусное расстояние находится дальше от L_3. В присутствии температурного градиента интегральная интенсивность отраженного пучка увеличивается, а фронтальные сечения отраженного пучка на этих расстояниях изменяются по-разному. С увеличением значения температурного градиента на расстояние L_1 фронтальное сечение пучка почти не меняется, но на расстояниях L_2 и L_3 сперва сужается до какого то значению температурного градиента, а потом расширяется, причем на расстояние L_3 своего минимального значения достигает при более меньшем значении температурного градиента.

В ходе эксперимента на расстояниях L_1 и L_3 от рассеивающего монокристалла измерены фронтальные сечения отраженного пучка ΔL_1 и ΔL_3 для разных величин температурного градиента. Из полученных экспериментальных результатов можно рассчитать местоположение фокуса L_f отраженного пучка следующим образом

$$L_f = \frac{L_3 \Delta L_1 + L_1 \Delta L_3}{\Delta L_3 + L_1}$$

Зависимость фокусного расстояния отраженного пучка для семейства отражающих атомных плоскостей $(10\bar{1}1)$ монокристалла кварца от величины приложенного на спираль тока приведена на рис 4.

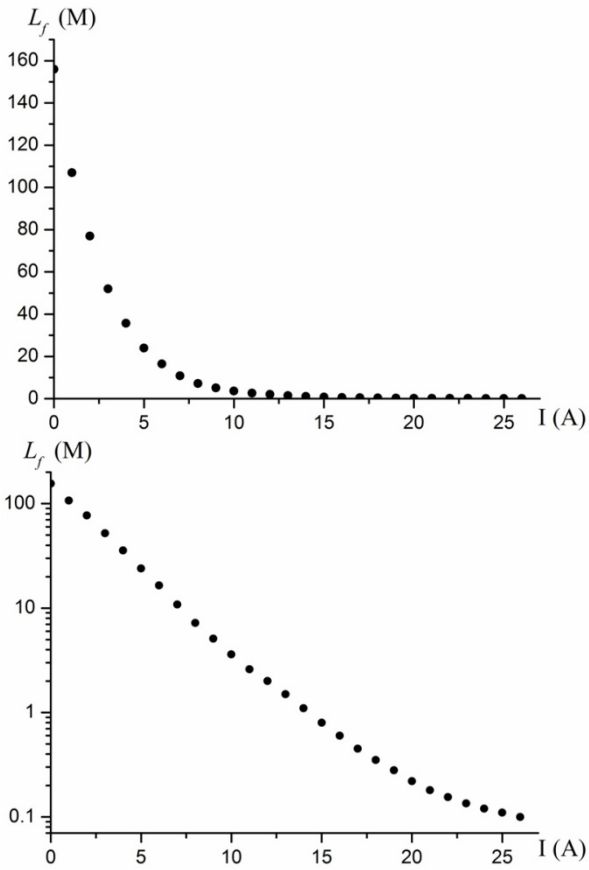


Рис.3 Зависимость фокусного расстояния отраженного пучка для семейства отражающих атомных плоскостей $(10\bar{1}1)$ монокристалла кварца от величины приложенного на спираль тока. а) Нормальным масштабом, б) логарифмическим масштабом.

Из рисунка 3 видно, что с увеличением величины приложенного на спираль тока фокус приближается к кристаллу, а из снимков фронтальной сечения отраженного пучка видно, что фокусное пятно сужается в дифракционной плоскости.

Таким образом, экспериментально показано, что при энергиях рентгеновского излучения 30 кэВ и 40 кэВ для отражающих атомных плоскостей $(10\bar{1}1)$ монокристалла кварца с Х-срезом в зависимости от величины температурного градиента можно интенсивность отраженного пучка увеличивать больше 35 раз. Показано, что с увеличением величины

температурного градиента фокус приближается к кристаллу, а фокусное пятно сужается в дифракционной плоскости.

[1] Мкртчян А.Р., Навасардян М.А., Мирзоян В.К. //Письма в ЖТФ. т 8, В 11, с. 677, 1982.
[2] Мкртчян А.Р., Навасардян М.А., Р.Г. Габрелян и т.д. //Письма в ЖТФ. т 9, В 11, с. 1181, 1983.
[3] Mkrtchyan A.R., Navasardian M.A., Gabrielyan R.G., Kocharian L.A. and Kuzmin R.N. //Solid State Communications. Vol. 59, P. 147,1986.
[4] Y Liu, J Nelson, C Holzner, J C Andrews, P Pianetta. Recent advances in synchrotron-based hard x-ray phase contrast imaging. //J. Phys. D: Appl. Phys. 46, 494001, 2013.
[5] Vincenzo Guidi, Valerio Bellucci, Riccardo Camattari, Ilaria Neri Curved crystals for high-resolution focusing of X and gamma rays through a Laue lens. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 309, 249–253, 2013.

Фокусировка рентгеновского излучения внеосевой зонной пластинкой скользящего падения на лабораторном источнике

Фахртдинов Р.Р.[1], Григорьев М.В.[1], Иржак Д.В.[1], Рощупкин Д.В.[1], Фирсов А.А.[2]
[1] *Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия*
[2] *Institut für Nanometeroptik und Technologie, Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie GmbH, Albert-Einstein-Str. 15, 12489 Berlin, Germany*

В данном докладе представлены результаты экспериментального исследования фокусировки рентгеновского излучения внеосевой зонной пластинкой скользящего падения на лабораторном источнике. Линза была изготовлена на кремниевой подложке диаметром 25,4 мм и толщиной 6,35 мм с шероховатостью поверхности ~ 0,2 нм. Методами электронно-лучевой литографии и магнетронного напыления на подложке была сформирована покрытая золотом зонная структура размерами 16 мм x 130 мкм, с размером последней зоны 50 нм. Линза рассчитана на фокусное растояние 10 см при энергии рентгеновского излучения 9,7 кэВ (AuLα, λ = 1.28 Å). Угол отражения излучения — 0,2°.

Экспериментальное исследование оптических характеристик линзы проводилось на лабораторном источнике рентгеновского излучения Rigaku Rotaflex RU-200 с вращающимся Au-анодом. Для монохроматизации излучения использовался кремниевый кристалл (111), расположенный в 25 см перед линзой. Расстояние от источника до центра подложки составило 330 см, растояние от центра подложки до точки фокусировки — 6 см, расстояние от центра первой зоны до точки фокуса — 10см. С учётом размера источника 50 мкм по горизонтали и 100 мкм по вертикали, ожидаемый размер фокусировки составляет примерно 1,5 мкм на 3 мкм.

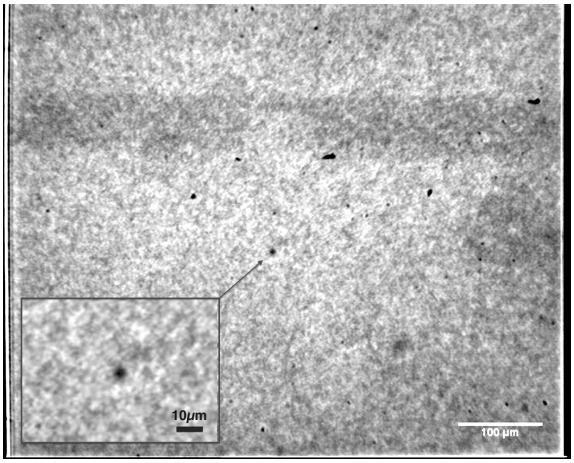


Рис. 1. Топограмма фокусировки.

Фокусировка регистрировалась на рентгеновскую плёнку с зерном размером 1 мкм. Также были проведены ножевые сканирования точки фокуса в горизонтальном и вертикальном направлении. На полученных топограммах (Рис. 1) хорошо виден отражённый пучок и расположенная в стороне от него фокусировка. Измеренный по топограмме размер фокуса составил 4 мкм в горизонтальном направлении и 5 мкм в вертикальном. Отклонение от ожидаемого размера может быть объяснено размером зерна плёнки.

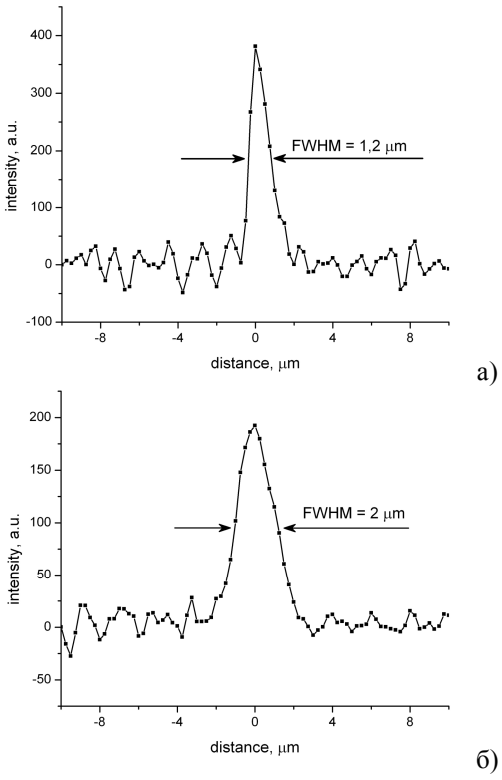


Рис. 2. Результары ножевого сканирования фокусного пятна с шагом 0.25 мкм по горизонтали (а) и по вертикали (б).

Проведённые ножевые сканирования (Рис. 2) показали, что размер фокуса по горизонтали составил 1,2 мкм, а по вертикали — 2 мкм. Полученные значения оказались лучше: чем рассчитанные при помощи коэффициента

уменьшения оптической схемы. Возможно, что для расчета размера фокуса по размеру источника надо брать расстояние не от центра первой зоны (10 см), а расстояние от центра сформированных на подложке зон (6 см).

Работа выполнена при поддержке РФФИ (№ 13-02-00265), BMBF (05K12CB4) и Marie Curie FP7-Reintegration-Grants (PCIG10-GA-2011-297905).

Широкополосные многослойные структуры для спектрогелиографов космической аппаратуры КОРТЕС

Е. А. Вишняков[1], В. Н. Полковников[2]
[1]*Физический институт им. П. Н. Лебедева РАН, Москва, Россия*
[2]*Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия*
e-mail: juk301@mail.ru

В настоящее время многослойные зеркала (МЗ) рентгеновского диапазона нашли широкое применение в лабораторных и космических исследованиях. Периодические МЗ позволяют выделять определённые спектральные линии и получать в них квазимонохроматические двумерные изображения с пространственным разрешением [1, 2]. Потребность в таких МЗ возникает, например, при создании телескопов.

С другой стороны, для спектроскопических экспериментов, проводимых в широких спектральных интервалах, необходимы МЗ с апериодическими многослойными структурами, которые позволяют достичь относительно высокого коэффициента отражения равномерно в широком диапазоне спектра. Такие структуры рассчитываются путём многопараметрической оптимизации для достижения искомого профиля спектрального коэффициента отражения [3] и продемонстрировали высокую эффективность в ряде экспериментов [4].

В этой работе речь идёт об апериодических зеркалах (АМЗ) для космической аппаратуры КОРТЕС, включающей три изображающих телескопа для экстремальной ультрафиолетовой (ЭУФ) области спектра, три спектрогелиографа, работающих в мягком рентгеновском (МР) диапазоне, и комплексный рентгеновский спектрометр SOLPEX (Рис. 1). Обсуждаемые АМЗ необходимы для создания эффективных спектрогелиографов в диапазонах длин волн 170–210, 240–280 и 280–330 Å.

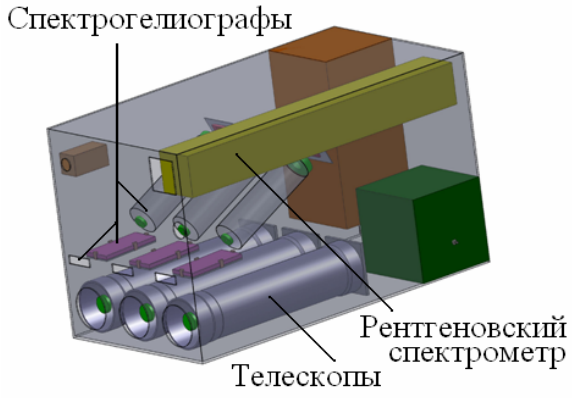


Рис. 1. Схема комплекса аппаратуры КОРТЕС.

Данные спектрогелиографы построены по бесщелевой схеме и состоят из отражательной дифракционной решётки (ДР), фокусирующего АМЗ, тонкоплёночного рентгеновского фильтра, и детектора на основе ПЗС-матрицы CCD backside-illuminated фирмы E2V (Рис. 2).

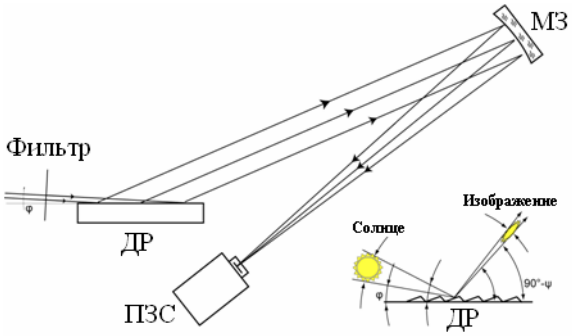


Рис. 2. Оптическая схема спектрогелиографов.

Рабочий спектральный диапазон каждого спектрогелиографа определяется многослойной структурой АМЗ, и для достижения наилучшей эффективности необходимо оптимизировать структуру МЗ на получение максимального равномерного коэффициента отражения в заданном спектральном интервале. Такая задача решается путём максимизации определённого функционала, считая свободными параметрами толщины всех слоёв многослойной структуры [3, 4].

Наиболее распространёнными и уже традиционными структурами для изготовления МЗ в диапазоне 125–350 Å являются структуры Mo/Si, позволяющие получать довольно высокие коэффициенты отражения во всём указанном диапазоне [4, 5]. Поэтому первым шагом при расчётах АМЗ были выбраны именно структуры Mo/Si, которые затем были синтезированы [6].

На Рис. 3 приведён теоретический расчёт и экспериментальные измерения, проведённые на синхротроне, для АМЗ с областью оптимизации 170–210 Å. Видно, что такое АМЗ обеспечивает равномерный коэффициент отражения ≈15.5% во всей области оптимизации. Синтезированная структура состоит из 40 слоёв (20 пар Mo и Si).

Дальнейшая исследовательская работа по поиску оптимальных пар материалов для АМЗ для диапазонов 170–210, 240–280 и 280–330 Å

состоит в теоретическом сравнении контуров отражения различных многослойных структур, а также в исследовании рассчитанных АМЗ на устойчивость формы и положения спектральной кривой отражения АМЗ к малым случайным изменениям толщин слоёв структуры.

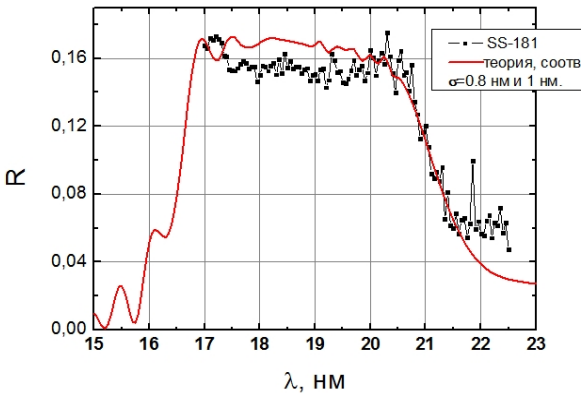


Рис. 3. Теоретический и экспериментальный контур спектральной кривой отражения АМЗ SS-181 (область оптимизации 170–210 Å).

Все расчёты, приводимые в данной работе, проведены по программе для расчёта АМЗ [3]. Здесь в сравнение приводятся АМЗ на основе следующих многослойных структур: Mo/Si, Al/Zr, Al/Sc, Al/Si, Be/Al и Be/Sc. Для простоты сравнения, все структуры рассчитывались по 100 слоёв. Переходные слои не учитывались.

На Рис. 4 приведены спектральные кривые отражения трёх структур: рассчитанного АМЗ Mo/Si с областью оптимизации 170–210 Å, и двух его реализаций со случайным разбросом толщин слоёв в пределах ±1.5 Å (выбраны АМЗ с наиболее сильно отличающимися спектрами). Видно, что рассчитанная структура обладает хорошей устойчивостью: в наихудших точках относительное отклонение от исходного спектра составляет < 30%, а в среднем – менее 20%.

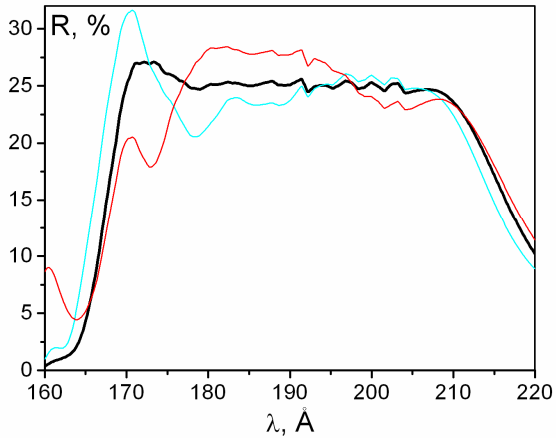


Рис. 4. Изменения спектра отражения АМЗ Mo/Si (170–210 Å) при случайных изменениях толщин слоёв структуры в пределах 1.5 Å.

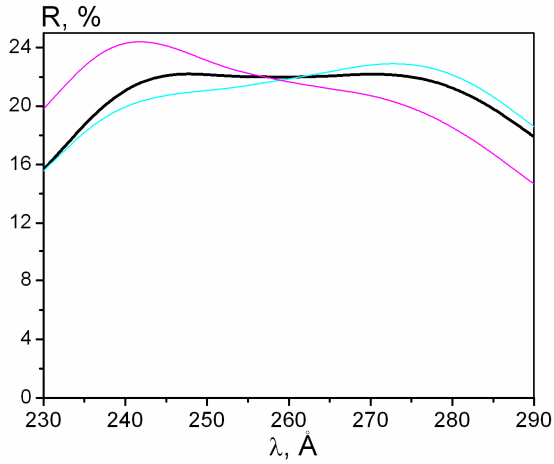


Рис. 5. Изменения спектра отражения АМЗ Mo/Si (240–280 Å) при случайных изменениях толщин слоёв структуры в пределах 1.5 Å.

На Рис. 5 представлены спектры отражения Mo/Si структуры для области 240–280 Å, и двух её крайних реализаций, полученных случайным изменением толщин слоёв в пределах ±1.5 Å. У такой структуры спектр более плавный, чем у структуры 170–210 Å, с широкими «крыльями» вне области оптимизации. Эта структура должна быть более устойчива к случайным изменениям толщин отдельных слоёв: на Рис. 5 отклонения от исходного расчётного спектра не превышают 20% в относительной величине, а среднее значение отклонения укладывается в 10%.

Как показали расчёты и анализ оптических констант материалов, при смещении в область ~300 Å у Mo растёт показатель поглощения, что приводит к широким спектральным контурам отражения даже в периодических структурах ($\Delta\lambda \sim 30$ Å) [5]. Но нами также были рассчитаны АМЗ для области 280–330 Å, демонстрирующие средний коэффициент отражения ≈23% (Рис. 6). Видно, что при случайных изменениях толщин слоёв спектр АМЗ начинает «гулять» по спектру.

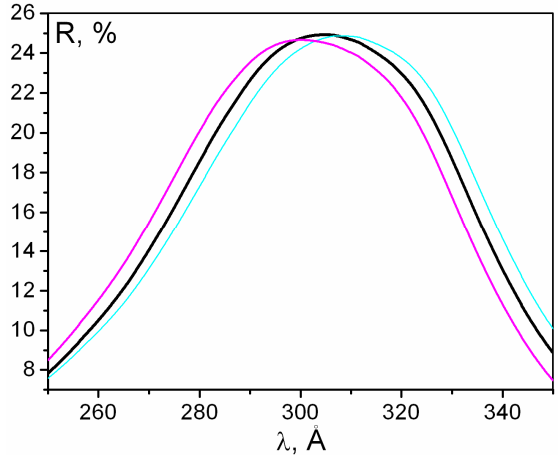


Рис. 6. Изменения спектра отражения АМЗ Mo/Si (280–330 Å) при случайных изменениях толщин слоёв структуры в пределах 1.5 Å.

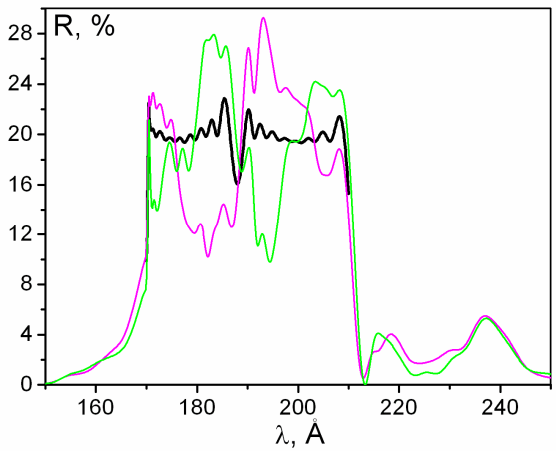


Рис. 7. Реализации структуры Al/Zr в области 170–210 Å (разброс толщин слоёв ±1.5 Å).

Следующей взятой структурой является пара Al/Zr. Расчёты показывают, что в области 170–210 Å структура неустойчива относительно случайных изменений толщин слоёв в пределах ±1.5 Å (Рис. 7). Относительные изменения в отдельных точках могут достигать 40–50%. То же самое касается и структуры Al/Sc. При этом рассчитанный средний коэффициент отражения в области 170–210 Å будет 20% для АМЗ на основе Al/Zr, и 15% для АМЗ на основе Al/Sc.

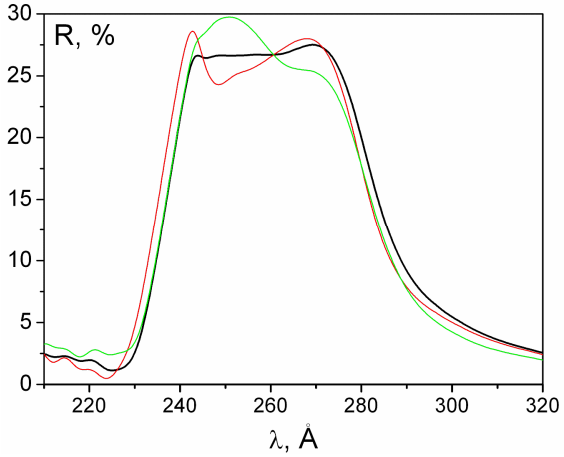


Рис. 8. Реализации АМЗ Al/Zr в области 240–280 Å (разброс толщин слоёв ±1.5 Å).

В диапазоне 240–280 Å, как и для структур Mo/Si, АМЗ на основе Al/Zr и Al/Sc оказываются более устойчивыми к случайным изменениям толщин слоёв, чем в диапазоне 170–210 Å. Три различные реализации АМЗ на основе Al/Zr приведены на Рис. 8. Видно, что относительные отклонения коэффициента отражения структуры не превышают 10%. При этом рассчитанный коэффициент отражения АМЗ составляет 27%, что на 5% выше, чем в случае структуры Mo/Si. Для структуры Al/Sc это значение несколько ниже (23%). Т. е., Al/Zr и Al/Sc перспективны для создания АМЗ в области 240–280 Å.

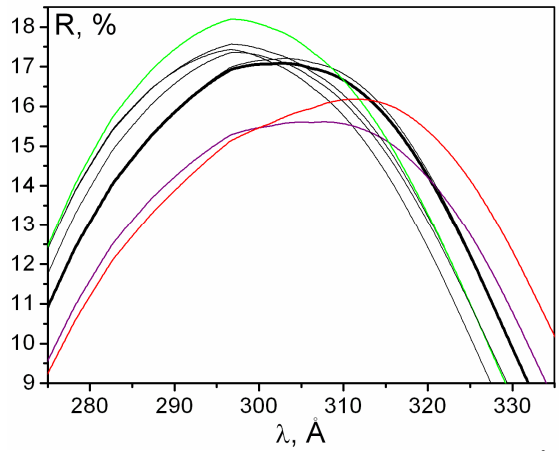


Рис. 9. Реализации Al/Zr в области 280–330 Å (разброс толщин слоёв в пределах ±1.5 Å).

Расчёты АМЗ Al/Zr в диапазоне 280–330 Å показывают, что положение и вид спектральной кривой отражения структуры оказываются очень неустойчивы к малым изменениям толщин слоёв (Рис. 9). Структуры же Al/Sc, напротив, будут достаточно устойчивыми, обеспечивая средний коэффициент отражения 22%.

Возросший в последнее время интерес к многослойным структурам на основе бериллия [7] побудил нас также проверить эффективность АМЗ на основе бериллийсодержащих структур. Расчёты показали, что структуры Be/Al, как и пара Al/Si, неэффективны во всём диапазоне 170–330 Å. Средний коэффициент отражения оптимизируемых АМЗ Be/Al не превышает 8% в областях оптимизации (для Al/Si это 4%). В то же время, АМЗ Be/Sc показывают достаточно высокий равномерный коэффициент отражения 16–17% в диапазонах 240–280 Å и 280–330 Å.

Авторы признательны А.С.Пирожкову и Е.Н.Рагозину за предоставленную программу для расчёта АМЗ.

[1] Ragozin E.N., Mednikov K.N., Pertsov A.A., *et al.*, Proc. SPIE, **7360**, 73600N (2009).
[2] Kuzin S.V., Zhitnik I.A., Shestov S.V., *et al.*, Solar System Res., **45** (2), 162 (2011).
[3] Колачевский Н.Н., Пирожков А.С., Рагозин Е.Н., Квантовая электрон., **30** (5), 428 (2000).
[4] Вишняков Е.А., Каменец Ф.Ф., Кондратенко В.В. *и др.*, Квантовая электрон., **42** (2), 143 (2012).
[5] Вишняков Е.А., Медников К.Н., Перцов А.А. *и др.*, Квантовая электрон., **39** (5), 474 (2009).
[6] Зуев С.Ю., Полковников В.Н., Салащенко Н.Н. *и др.* «Нанофизика и наноэлектроника» (Труды XVIII Междунар. симп.), Т. 1, с. 325 (2014).
[7] Зуев С.Ю., Полковников В.Н., Салащенко Н.Н. *и др.* «Нанофизика и наноэлектроника» (Труды XVIII Междунар. симп.), Т. 1, с. 318 (2014).

Эффект полной переброски от кристалла кварца с АТ-срезом

В.Р. Кочарян[1,2], Т.Р. Мурадян[1], Р.В. Амирагян[1], А.С. Гоголев[2], С.Г. Хлопузян[1]

[1]*Институт прикладных проблем физики НАН РА, Ереван, Армения*
[2]*Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия*
e-mail: tigran.muradyan.86@mail.ru

Известно, что наличие внешних воздействий (температурный градиент, акустические колебания) приводит к увеличению интенсивности отраженного рентгеновского излучения в процессе рассеяния рентгеновских лучей в монокристаллах, находящихся в условии Брэгга по геометрии Лауэ, и при определенных параметрах внешних воздействий для отражающих атомных плоскостей $(10\bar{1}1)$ кварца происходит полная переброска рентгеновского излучения из направления прохождения в направление дифракции [1]. Поскольку зависимость интенсивности отраженного рентгеновского излучения от параметров внешнего воздействия дала возможность получить управляемые рентгеновские пучки во времени и в пространстве, в дальнейшем были проведены многочисленные работы для исследования разных характеристик (угловая расходимость, пространственное распределение, энергетическая дисперсия) отраженного рентгеновского излучения [2,3,4]. В работах [5,6] экспериментально и теоретически показано, что с помощью акустического поля и температурного градиента можно контролировать местоположение фокуса отраженного излучения в пространстве и времени, а также преобразовывать сферическую волну в плоскую волну. Синусоидальная модуляция кристаллической решетки коротковолновой поверхностной акустической волной приводит к появлению на кривой качания дифракционных сателлитов, угловое положение и интенсивность которых зависят от амплитуды и длины волны ультразвуковой сверхрешетки, а также от энергии падающего рентгеновского излучения и номера рефлекса [7]. В работах [8,9] экспериментально исследована дифракция рентгеновского излучения на разных атомных плоскостях монокристалла кварца АТ-среза в геометрии Лауэ, когда в кристалле возбуждены объемные акустические волны. Показано, что объемные акустические волны приводит к пространственной модуляции дифрагированных пучков, то есть во фронтальном сечении, перпендикулярно дифракционному вектору возникают полосы интенсивности, количество которых зависит от порядка гармоники возбужденного акустического поля. Интенсивность возникающих полос зависит от амплитуды переменного напряжения, приложенного к кристаллу. Но в отмеченных работах эффект полной переброски рассмотренно толко в кристалах кварца с Х–срезом.

В настоящей работе экспериментально исследована дифракция рентгеновского излучения в монокристалле кварца АТ-среза от отражающих атомных плоскостей $(10\bar{1}1)$ в геометрии Лауэ при наличии в нем возбужденных объемных акустических волн.

Схема эксперимента приведена на рис.1.

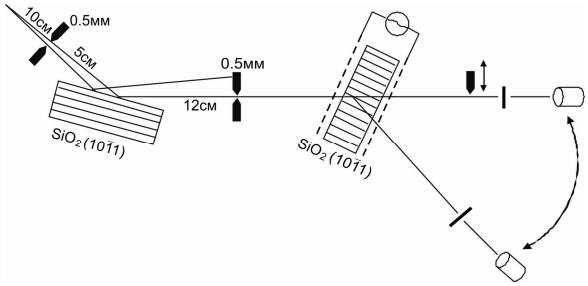


Рис. 1 Схема эксперимента

На расстоянии 10 см от источника рентгеновского излучения (размер фокуснога пятна источника 0.2x10мм^2) поставлена щель шириной 0.5мм. На растоянии 50 мм поставлен кварцевый монохроматор по Брэггу с отражающими атомными плоскостями $(10\bar{1}1)$. При такой геометрии из монохроматра отражается только монохроматизированный пучок MoKα_1. После монохроматора на расстоянии 12см размещена щель шириной 0.5мм, которая пропускает приблизительно половину ширины монохроматизированного пучка. Излучение, проходя через шель, попадает на образец, который находится на расстоянии 20см от монохроматора. Образец представляет собой монокристалл кварца АТ-среза. Рассматривается несимиричное отражение по Лауэ от отражающих атомных плоскостей $(10\bar{1}1)$ (угол ассиметрии составляет 2 градуса). Толщина монакристалла - 1.9 мм, угол Брэгга для излучения MoKα1 составляет 6˚6', а частоты возбужденных объемных акустических волн - 2.94МГц ($3 \times \lambda/2$, где- λ длина акустических волн в кварце, распространяющихся в

перпендикулярном направлении АТ-среза), 4.89МГц ($5 \times \lambda/2$) и 6.88МГц ($7 \times \lambda/2$). Интенсивность отраженного пучка составляет 12000 имп/сек, когда интенсивность проходящего пучка равна 84000 имп/сек при перпендикулярном облучении исследуемого образца. При возбуждении исследуемого образца резонансной частотой интенсивность отраженного пучка увеличивается в зависимости от величины амплитуды переменного электрического напряжения, а на фронтальном сечении появляются вертикальные полосы, которые наблюдались также в работах [8,9]. Измерены коэффициенты усиления интегральной интенсивности отраженного пучка при разных величинах амплитуды акустических колебаниях и порядках гармоник резонансной частоты (см. табл).

Порядок гармоники	I	III	V	VII	IX
Частота гармоники, МГц	1.07	2.94	4.89	6.88	8.83
Амплитуда напряжения, В	Коэффицент усиления				
10	1.20	3.15	2.91	1.05	1.03
20	1.41	3.20	3.32	1.18	1.07
30	1.60	3.28	3.36	1.39	1.14

Как видно интенсивность отраженного пучка максимально увеличивается при частоте возбуждения 4.89МГц. На рисунке 2 а, б и в приведены фронтальные сечения отражающихся и проходящих дифракционных пучков, полученных на расстоянии 5см от образца для трех значений амплитуды акустических колебаний, соответствующих 0В, 10В, 20В значениям

переменного напряжения, подаваемого на кристалл кварца при частоте возбуждения 4.89МГц. На рисунке 3 приведены интегральные интенсивности дифрагированного проходящего и дифрагированного отраженного излучений для разных значений переменного напряжения, подаваемого на кристалл кварца при частоте возбуждения 4.89МГц. Для исключения доли проходящего не дифрагированного пучка при регистрации интегральной интенсивности дифрагированного проходящего пучка использовался поглотитель. Сперва, вне условии Брэгга, поглотитель ставился перед детектором так, чтобы закрывал почти весь пучок (пропускал приблизительно 1% проходящего пучка как показанна на рис. 1).

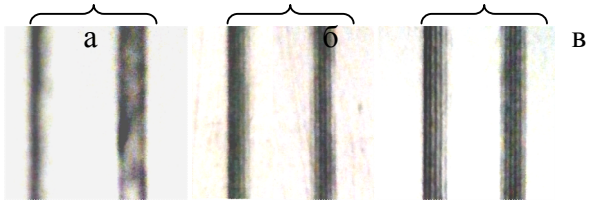


Рис.2 Фронтальные сечения отражающихся (правый) и проходящих (левый) пучков при частоте возбуждения 4.89МГц, для трех значений амплитуды акустических колебаний соответствующих значениям переменного напряжения, подаваемого на кристалл кварца а) 0В, б) 20В, в) 30В.

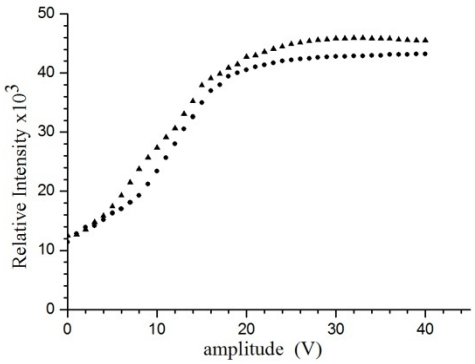


Рис.3 Зависимость интегральной интенсивности дифрагированного проходящего (круглимы точками) и дифрагированного отраженного (треугольниками) излучения от значения переменного напряжения подаваемого на кристалл кварца при частоте возбуждения 4.89МГц.

Из рис. 2а и рис.3 видно, что от проходящего рентгеновского излучения, который монохроматизирован по Брэггу и проходя через щель, участвует в процессе дифракции приблизительно на 25%. без возбуждения образца. После возбуждения образца и параллельно с увеличением ее амплитуды значения интегральных интенсивностей отраженной и проходящей дифрагированных пучков увеличиваются до 100%-ого участия процесса дифракции проходяшего недифрагиронного пучка. Далее с увеличением амплитуды возбуждения акустических колебаниях значения интегральных интенсивностей отраженных и проходящих дифрагированных пучков насыщаются. Из рис. 2в видно, что проходяший не дифрагиронный пучок отсутствует от поперечного сечения проходящего пучка, причем оба отраженный и проходяший пучки становятся идентичными.

Таким оброзом показано, что в монокристалле кварца АТ-среза при отражении от атомных плоскостей $(10\bar{1}1)$ в геометрии Лауэ

наличие объемных акустических волн приводит к однавременному увеличению интенсивностей отраженных и проходящих дифрагированных пучков до 100%-ого участии процесса дифракции проходяшего недифрагиронного пучка, причем обе отраженный и проходяший пучки становятся идентичными определенным значениям амплитуды возбуждения акустических колебаний. Акустические волны приводят к пространственной модуляции интенсивности дифрагированных пучков. У них во фронтальном сечении, возникают полосы интенсивности, в зависимости от порядка гармоники возбуждения акустического поля количество полос изменяется следующим образом: m = n +1, где n – порядок гармоники. Во всех случаях две краевые полосы получаются более узкими и менее интенсивными, чем остальные.

[1]. Мкртчян А. Р., Навасардян М. А., Мирзоян В. К., Письма в ЖТФ, 8, 677 (1982).
[2]. Мкртчян А. Р., Габриелян Р. Г., Асланян А. А. и др. Изв. АН Армянской ССР, Физика, т. 21, вып. 6, 297-305 (1986).
[3]. Навасардян М. А., Мирзоян В.К., Айрапетян К. Т. и др. Изв. АН Армянской ССР, Физика, т. 23, вып. 4, 217-221, (1988).
[4]. Мкртчян А. Р., Навасардян М. А., Мирзоян В. К., Изв. АН Армянской ССР, Физика, т. 21, вып.6, 340-344, (1986).
[5]. Мкртчян А. Р., Навасардян М. А., Габриелян Р. Г. Письма в ЖТФ, 11, 1354, (1985); Phys. Lett., A116, 444 (1986) .
[6]. Mkrtchyan A. R. et al. Solid State Com., 59, 147 (1986).
[7]. Иржак Д.В., Рощупкин Д.В., Тукулу Р., Матон О., Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. 2002. N1, с.10
[8]. В.К. Мирзоян, А.А. Егиазарян, В.Н. Агабекян, П.В. Мирзоян. Известия НАН Армении, Физика, т.43, №2, с.104-110, 2008.
[9]. В.К. Мирзоян, А.А. Егиазарян, Э.Г. Багдасарян, П.В. Мирзоян. Известия НАН Армении, Физика, т.42, №6, с.355-362, 2007.

Авторский указатель

Александров П.А. 84
Алексеев П. 76
Алиев М. 107
Амирагян Р.В. 168
Андреева М.А. 68, 109
Аникин А.С. 84
Аргунова Т.С. 125
Асадчиков В.Е. 10, 28, 76, 94, 107, 115, 128

Белова Н.Е. 84
Беседин И.С. 28
Бессас Д. 76
Большаков А.П. 128
Брылев Д.А. 84
Бугай А.Н. 82
Бузмаков А.В. 10, 28, 76, 94, 107, 115
Буташин А.В. 76
Бушуев В.А. 31, 40

Вайнер Ю.А. 80
Вилле Г.Х. 76
Вишняков Е.А. 52, 78, 165
Волков Ю.О. 15
Волошин А.Э. 28

Ганеева Г.Р. 24
Гоголев А.С. 160, 168
Гойхман А.Ю. 19, 29, 104, 132, 151
Голованов Д.Г. 143
Горай Л.И. 146
Горлевский В.В. 29
Григорьев М.В. 163
Григорян П.А. 160
Гусеев С.А. 7

Данилевский А. 76
Демин А.В. 84
Денисенко В.Л. 82
Дерябин А.Н. 76
Джафари А. 76
Дышеков А.А. 91

Егоров В.К. 137
Егоров Е.В. 137
Емелин Е.В. 63
Ершов П.А. 19, 29, 104, 119, 132

Жуковская И.А. 95

Забродин А.В. 84
Забродин И.Г. 78
Золотов Д.А. 28, 94, 107, 115
Зуев С.Ю. 80

Иванова Т.Д. 95
Ильяшенко М.В. 82, 149
Ингачева Н. 107
Иржак Д.В. 49, 63, 140, 163
Иунин Ю.Л. 28

Каверин Б.С. 7
Казаков Д.В. 21
Карпов А.В. 46
Каськов И.А. 78
Кожевников И.В. 15
Козлов В.А 55
Колецкий В.О. 29, 84
Колосов С.И. 43
Кон В.Г. 37, 122, 125
Коновалов О. 157
Королева М.С. 144
Кочарян В.Р. 160, 168
Кремлев К.В. 7
Кузнецов С.М. 13, 119, 122, 132
Кулин Г.В. 40

Лизунов А.В. 84
Ломов А.А. 112
Ломов А.Ф. 73
Лубов М.Н. 146
Лукьянченко Е.М. 137
Любомирский М. 122, 157
Лятун И.И. 19, 29, 104

Максимова К.Ю. 151
Матине М. 157
Медведева С. 104
Митрофанов А.В. 156
Мкртчян А.Г. 160
Морозов И.А. 84
Мурадян Т.Р. 168
Муслимов А. 76
Мягкова Ю.А. 95
Мяконьких А.В. 112

Небера А.А. 84
Некипелов С.В. 7, 73, 144
Николаев Д.П. 10, 107

Объедков А.М. 7
Огнев Л.И. 88, 98

Павлов В.Н. 140
Панин Г.Н. 140
Парьев Д.Е. 80
Пестов А.Е. 78
Петрова О.В. 7, 73, 144
Пийр И.В. 144
Плотицына О.А. 16, 58, 63
Подурец К.М. 84
Поликарпов М. 101, 157
Полковников В.Н. 80, 165
Прохоров И.А. 76, 128
Прун В.Е. 10, 107
Пунегов В.И. 43

Рагозин Е.Н. 52
Ральченко В.Г. 128
Репченко Ю. Л. 109
Рощин Б.С. 76, 128
Рощупкин Д.В. 16, 49, 58, 63, 140, 163

Савельев С.В. 115
Салащенко Н.Н. 34, 78, 80
Семенов А.А. 29, 84
Семенов Н.М. 7
Сенин Р.А. 115
Сергеев И. 76
Серегин А.Ю. 115
Сесилия А. 76
Сивков В.Н. 7, 73, 144
Сивков Д. В. 134
Скороходов Е.В. 34
Смирнова И.А. 28, 154
Снигирев А.А. 13, 19, 29, 71, 101, 104, 119, 122, 132, 151, 157
Снигирева И.И. 13, 19, 29, 101, 104, 119, 122, 132, 151, 157
Солдатенков Ф.Ю. 55
Станков С. 76
Сторижко В.Е. 82
Стрелов В.И. 128
Суворов Э.В. 154

Терещенко Е.Ю. 115
Ткаль В.А. 95

Фанченко С.С. 84
Фахртдинов Р.Р. 163
Фирсов А.А. 163
Франк А.И. 31, 40

Хапачев Ю.П. 91
Хартвиг Ю. 76
Херманн Р.П. 76
Хлопузян С.Г. 160, 168

Чукалина М.В. 10, 94, 107, 115
Чумаков А. 76
Чуховский Ф.Н. 28
Чхало Н.И. 34, 78, 80

Шатохин А.Н. 52
Шевердяев М.С. 29, 84
Шмытько И.М. 24
Шульпина И.Л. 55

Щербаков А.В. 34, 78

Юнкин В.А. 13, 119, 122, 132
Юркевич О.В. 151

Bukreeva I. 88, 98

Gupta A. 68

Kamali S. 68
Kang T.W. 140
Kim M.D. 140

Lagomarsino S. 98

Okada K. 68
Ortega L. 16, 58, 63

Park B.-G. 140

Sharma G. 68

Yoda Y. 68

Zizak I. 16, 58