

ДИФРАКЦИЯ И РАССЕЯНИЕ ИОНИЗИРУЮЩИХ ИЗЛУЧЕНИЙ

УДК 548.73

ТОНКАЯ СТРУКТУРА ДИФРАКЦИОННЫХ ГЛИТЧЕЙ В МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛИНЗАХ

© 2022 г. Н. Б. Климова^{1,*}, А. А. Баранников¹, М. Н. Сороковиков¹, Д. А. Зверев¹, В. А. Юнкин²,
П. А. Просеков³, А. Ю. Серегин⁴, А. Е. Благоев⁴, А. А. Снигирев¹

¹ Балтийский федеральный университет им. И. Канта, Калининград, Россия

² Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия

³ Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН, Москва, Россия

⁴ Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, Москва, Россия

*E-mail: klimovanb@gmail.com

Поступила в редакцию 31.05.2022 г.

После доработки 28.06.2022 г.

Принята к публикации 30.06.2022 г.

Представлены результаты исследования монокристаллических планарных составных преломляющих линз в условиях возникновения дифракционных потерь (глитчей), когда часть упавшего на оптический элемент излучения дифрагирует от некоторого семейства атомных плоскостей. Проведен эксперимент по детальному исследованию влияния глитчей на формируемое линзами фокусное пятно с использованием синхротронного излучения. Анализ полученных данных показал, что дифракционные потери возникают в различных участках параболического профиля линзы при различающихся на несколько электронвольт энергиях излучения за счет эффекта рефракции. В результате форма сфокусированного пучка меняется при изменении энергии вблизи энергии глитча.

DOI: 10.31857/S0023476122060121

ВВЕДЕНИЕ

Синхротронные источники (СИ) четвертого поколения позволят получать высокоэнергетический пучок рентгеновского излучения с высокой степенью когерентности с предельно малым эмиттансом и высокой яркостью. Однако для реализации всех возможностей подобных пучков и для полного раскрытия их потенциала необходимо также развивать соответствующую элементную базу рентгеновской оптики. К настоящему времени одними из наиболее перспективных элементов, зарекомендовавших себя на СИ третьего поколения, являются рентгеновские составные преломляющие рентгеновские линзы (СПЛ) [1–4]. В то же время для изменившихся параметров источников СИ следующего поколения материальная основа СПЛ должна подвергнуться пересмотру. В первую очередь, в связи с возрастающей радиационной нагрузкой материалы для СПЛ должны обладать высокой термостабильностью, чтобы предотвратить деградацию преломляющей поверхности [5]. Кроме этого, более высокая степень когерентности излучения делает его крайне чувствительным к любым неоднородностям внутренней структуры материалов, из которых изготовлены СПЛ, таким как зернистость и поликристалличность. Всем перечисленным выше

требованиям к материалу СПЛ в лучшей степени соответствуют монокристаллы, например, кремния или алмаза. Подобные материалы отличаются повышенной чистотой и невероятной воспроизводимостью параметров. Достигается это за счет того, что идеальные кристаллы таких материалов, как кремний, используемый в микроэлектронике, выращивают практически без дефектов. Соответственно, при падении рентгеновского излучения на монокристалл не возникает диффузного рассеяния на неидеальностях структуры, характерного для аморфных или поликристаллических материалов. Данное свойство монокристаллической рентгеновской оптики используется при создании поглотителей пучка в приложениях, чувствительных к качеству излучения. Также кремниевые пластины используются в качестве подложки и метода доставки образцов белковых кристаллов в экспериментах, очень чувствительных к паразитному рассеянию — кремний позволяет получить значительно более “чистую” дифракционную картину от исследуемого образца, чем при использовании подложек из аморфных материалов, таких как нитрид кремния [6].

К сожалению, у рентгеновской оптики, изготовленной из монокристаллов, есть один важный

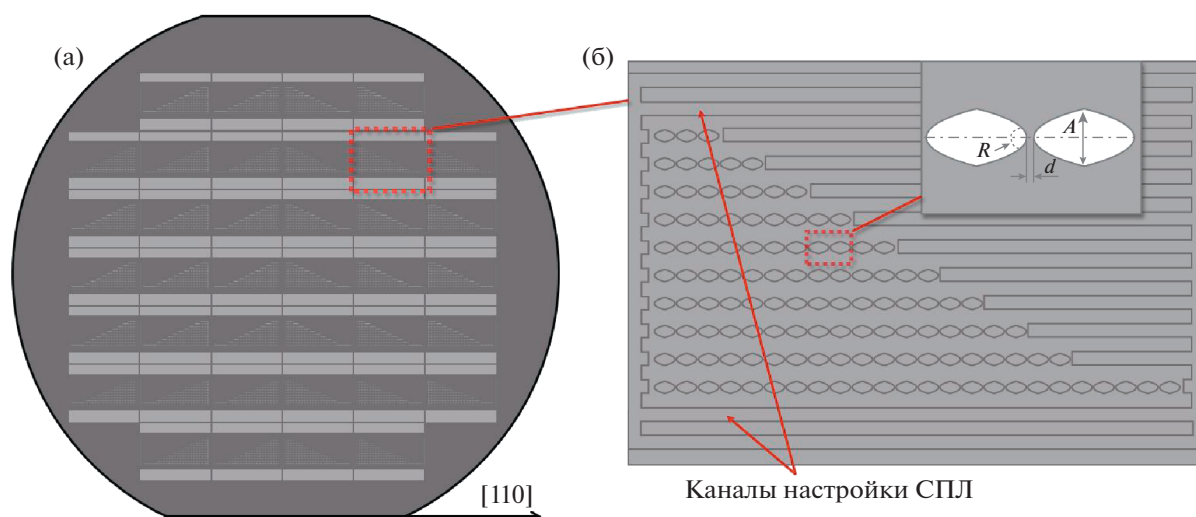


Рис. 1. Схематичное изображение: а – пластины кремния [100] *n*-типа с чипами – ЭПО; б – структура одиночного чипа – ЭПО с наборами планарных параболических СПЛ (на вставке схематично показаны две параболические преломляющие линзы, где *R* – радиус кривизны в апексе параболы, *d* – расстояние между линзами, *A* – физическая апертура линз) и каналами настройки.

недостаток: нежелательная дифракция. При определенном соотношении длины волны рентгеновского излучения, параметра ячейки и ориентации кристаллической решетки возникает дифракция падающих на кристалл лучей. В результате часть излучения дифрагирует в направлениях, отличных от первичного направления распространения пучка, что приводит к падению интенсивности прошедшего излучения. Подобный эффект называют “эффектом дифракционных потерь” или “эффектом рентгеновских глитчей” [7, 8]. В [9, 10] было показано, что дифракционные потери (глитчи) интенсивности, возникающие при прохождении рентгеновского излучения через монокристаллическую оптику, можно в некоторых случаях достаточно точно предсказать. Применяя описанный в [8, 9] подход и разработанные программы [10], можно определить местоположение глитчей на энергетической шкале для любой ориентации кристаллической решетки относительно падающего рентгеновского пучка. Такая информация позволяет успешно проводить экспериментальные исследования, сдвигая глитчи по энергии при помощи угловой отстройки кристалла [11]. Кроме этого, местоположение глитчей на энергетической шкале предоставляет возможность определения точной ориентации кристалла относительно падающего пучка, а также параметра ячейки его кристаллической решетки [11, 12].

В данной работе представлены результаты исследования эффекта дифракционных потерь, возникающих в планарных СПЛ [13, 14] в геометрии прохождения, на примере линз, изготовленных из монокристаллического кремния. Рассмотрено

влияние глитчей на формируемое СПЛ фокальное пятно, поскольку дифракционные потери в результате рефракции на разных участках топологии параболического профиля единичной линзы будут возникать при различных значениях энергии излучения. Таким образом, рефракция на топологии линзы приводит к некоторому изменению профиля фокусного пятна.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Описание элементов преломляющей оптики (ЭПО). Для фокусировки рентгеновского излучения использовали ЭПО – микроструктуры, прецизионно изготовленные с применением технологий микроэлектроники [15] в пластине монокристаллического кремния [100] *n*-типа. Они представляют собой планарные наборы СПЛ, размещенные в плоскости кремниевой пластины параллельно их оптическим осям (рис. 1а, 1б). Кремниевая пластина (рис. 1а) имеет основной базовый срез, совпадающий с кристаллографическим направлением [110]. Высокая точность совпадения ориентации основного базового среза с кристаллографическим направлением [110] очень важна при изготовлении ЭПО, поскольку оптические оси всех СПЛ и стороны каналов для их настройки (рис. 1б) должны быть параллельны линии базового среза пластины. Это достигается за счет применения специальной процедуры ориентации пластины на столике электронного литографа [16].

Единичным элементом каждой СПЛ является параболическая линза (двояковогнутый фокусирующий элемент, представляющий собой две

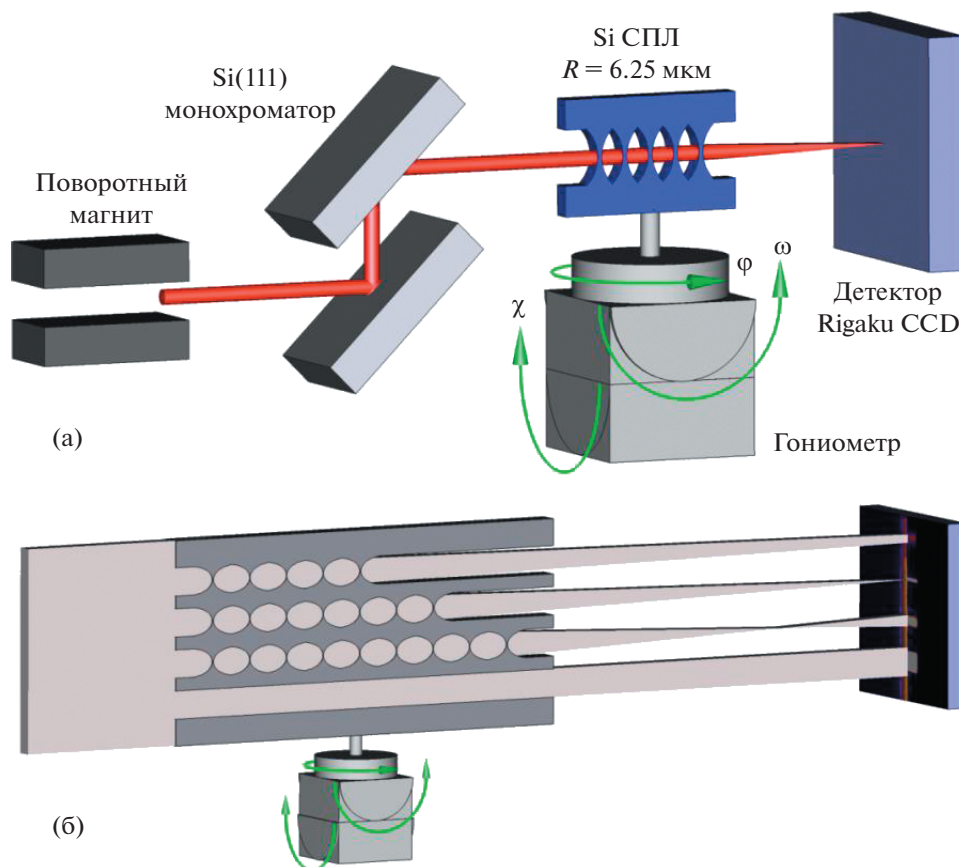


Рис. 2. Оптическая схема экспериментальных исследований изготовленных ЭПО на синхротронной станции “РКФМ”, “КИСИ-Курчатов”, НИЦ “Курчатовский институт” (Москва) (а); схема прохождения пучков СИ через набор из трех СПЛ и канал настройки, входящие в состав ЭПО (б).

преломляющие параболические поверхности, радиус кривизны в апексе параболы $R = 6.25$ мкм, расстояние между линзами $d = 2$ мкм) с физической апертурой $A = 50$ мкм (вставка на рис. 1б) [16]. Наборы СПЛ представляют собой интегральные линзовые системы с различным количеством единичных линз [17]. Подобные системы необходимы для применения ЭПО при различных энергиях рентгеновских лучей. При изменении энергии выбирается набор СПЛ, обеспечивающий фокусное расстояние, удобное для проведения эксперимента. Тем самым интегральные линзовые системы обеспечивают удобство при проведении экспериментов: при смене энергии достаточно поменять одну СПЛ на другую путем параллельного перемещения предварительно настроенной кремниевой пластинки (чипа – ЭПО).

Схема эксперимента. Станция “Рентгеновская кристаллография и физическое материаловедение” (РКФМ) использует в качестве источника излучения поворотный магнит большого накопительного кольца источника СИ “КИСИ-Курчатов” (канал 4.6) в НИЦ “Курчатовский институт” [18, 19]. РКФМ является многоцелевой экспери-

ментальной установкой, предназначенной для проведения исследований структуры материалов различными методами: дифрактометрии, рефлектометрии, рентгенофлуоресцентного анализа, стоячих рентгеновских волн, спектроскопии поглощения и др.

Для проведения экспериментальных исследований изготовленных ЭПО на исследовательской станции РКФМ была собрана оптическая схема (рис. 2а).

Высокоразрешающий 2D-детектор Rigaku X Sight Micron LC, оснащенный оптическим объективом с флуоресцентным экраном, обеспечивающим пространственное разрешение ~ 1.3 мкм (эффективный размер пикселя 0.55 мкм), позволил выполнить измерения распределения интенсивности сфокусированного при помощи СПЛ излучения. Время экспозиции для накопления кадра с хорошей статистикой составляло 10 с. Установив камеру на определенном расстоянии и используя конструкционные свойства чипа с ЭПО, в частности то, что разные наборы линз обладают различным фокусным расстоянием (рис. 2б), можно одновременно регистрировать поперечное распре-

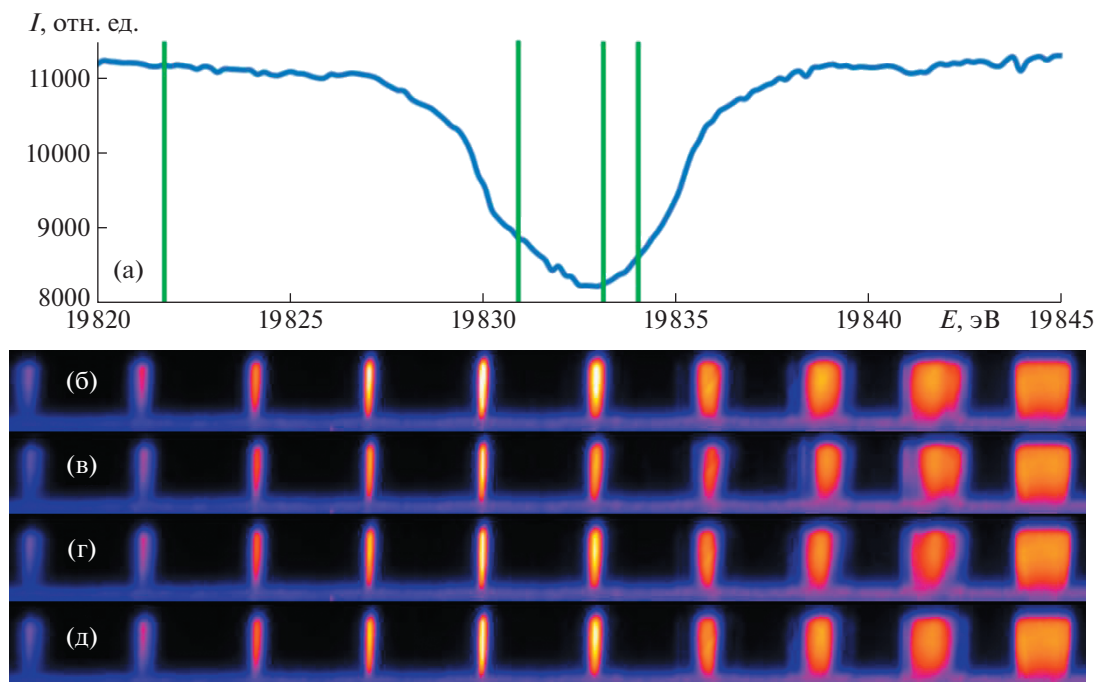


Рис. 3. Интегральная интенсивность излучения, прошедшего через систему линз вблизи энергии излучения 19 832.5 эВ (а); вертикальными линиями отмечены энергии, на которых получены изображения (б–д). Поперечное распределение интенсивности излучения, полученного различными наборами СПЛ (девять линз и канал настройки одновременно) с разным количеством единичных линз, расположенными на чипе ЭПО (б–д).

деление интенсивности излучения на нескольких расстояниях от фокуса вдоль оптической оси.

Элементы преломляющей оптики устанавливали на позицию образца; поперечные размеры падающего на СПЛ пучка составляли 100×900 мкм в вертикальном и горизонтальном направлениях соответственно. Монохроматизацию и перестройку энергии падающего на СПЛ излучения осуществляли с помощью двухкристального кремниевоего монохроматора, отражение III.

Поиск энергий, на которых наблюдалось характерное падение интенсивности (глитчи), проводили при помощи сканирования энергии падающего излучения в диапазоне от 17 до 20 кэВ с малым шагом. Таким образом, найдены два “сильных” глитча на энергиях 19.835 и 20.000 кэВ, для которых проведена серия измерений. Для того чтобы зафиксировать все возникающие эффекты, измерены двумерные карты распределения интенсивностей при различных настройках 2D-детектора (например, при размере пикселя 0.55 и 2.2 мкм). Также измерено распределение интенсивности от источника в отсутствие линз — данное измерение необходимо для компенсации неоднородностей излучения, генерируемого источником СИ. Результаты анализа полученных распределений интенсивностей представлены ниже.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В результате проведенных экспериментов определены энергии глитчей, при которых наблюдалось уменьшение интенсивности прошедшего через СПЛ излучения. Наиболее ярко выраженные глитчи зафиксированы вблизи значений энергий 19832.5 и 19998.0 эВ. Кроме того, вблизи указанных энергий на двумерных картах распределения интенсивности наблюдались изменения формы сфокусированного пятна.

На рис. 3а показано характерное падение интенсивности (~30%) вблизи энергии 19832.5 эВ. Ширина указанного провала на графике зависит от таких параметров, как угловая расходимость, спектральная ширина падающего пучка СИ и полуширина кривой дифракционного отражения соответствующего рефлекса. В результате эксперимента обнаружено, что ширина данного провала также зависит от топологии линзы.

Аналогичное показанному на рис. 3а характерное падение интенсивности наблюдалось ранее и было детально проанализировано: представлен теоретический расчет, проведено сравнение теоретических и экспериментальных данных, разработаны и имплементированы алгоритмы для учета влияния рентгеновских глитчей в случае плоскопараллельного кристалла [8–12]. Однако в [8–12] не учтены тонкие эффекты, возникающие в результате рефракции и многократной дифрак-

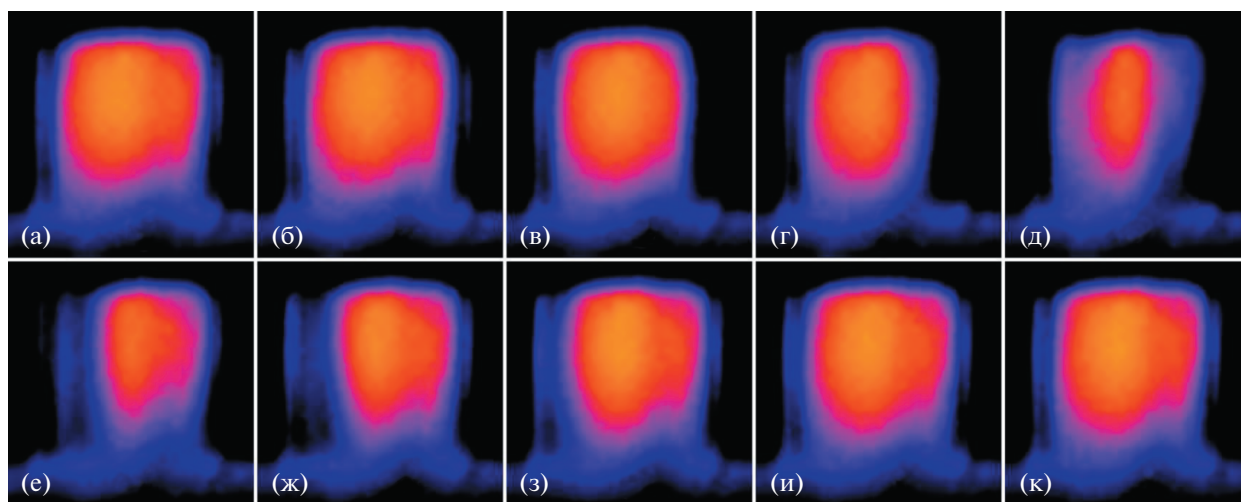


Рис. 4. Детальное изображение, формируемое линзой вдали от фокуса, измеренное с шагом в 1.1 эВ, начиная с 19827 эВ (а) и заканчивая 19837 эВ (к).

ции внутри кристалла [20, 21]. Учет данных эффектов для повышения точности анализа спектров глитчей входит в дальнейшие планы авторов настоящей работы, соответствующая теория с экспериментальным подтверждением будет представлена в последующих публикациях.

В описываемом эксперименте исследовали дополнительные эффекты, возникающие в ЭПО на основе монокристалла кремния в условиях дифракционных потерь. Для этого несколько наборов СПЛ (рис. 16) устанавливали в рентгеновском пучке, далее проводили сканирование по энергии СИ при одновременной регистрации карты двумерного распределения интенсивности сфокусированного излучения с использованием 2D-детектора (рис. 26).

На рис. 3б–3д представлены изображения, формируемые разным количеством единичных СПЛ, входящих в состав ЭПО, при различных энергиях СИ 2D-детектора, установленного на фиксированном расстоянии. Лучшее проявление эффектов от глитчей проявляется для наборов СПЛ, фокусное расстояние которых не соответствует положению высокоразрешающей 2D CCD-камеры, т.е. при дефокусировке. Сравнивая полученные изображения для различных энергий (рис. 3б–3д), можно заметить изменение в распределении интенсивности излучения после линз. Данное изменение интенсивности проявляется как затенение различных участков изображения при различных энергиях. Детальное изображение, формируемое одной СПЛ (вдали от фокуса), представлено на рис. 4. Именно наблюдаемое затенение (или изменение формы пятна) и является проявлением глитча. Подобное поведение глитча легко объяснимо, если учесть эффект рефракции рентгеновских лучей. Рентгеновское излучение падает на

разные участки топологического профиля параболической линзы (рис. 1) под различными углами к поверхности. Поэтому в силу эффекта рефракции лучи, проходящие через линзу в разных частях поперечного сечения пучка, будут распространяться внутри линзы под различными углами. Соответственно, закон Брэгга не может быть выполнен для всех лучей, проходящих сквозь линзу одновременно. А значит, дифракционные потери для лучей, падающих на разные участки линзы, будут наблюдаться при различных энергиях. Именно это наблюдается на изображении, полученном высокоразрешающей CCD-камерой (рис. 4а–4к).

Подобное влияние глитча на распределение интенсивности сфокусированного излучения в планарных монокристаллических СПЛ получено впервые – ранее в [7, 8] было зафиксировано лишь уменьшение интенсивности излучения. Более детальное наблюдение образования глитча оказалось возможным благодаря малому шагу сканирования по энергии (около 0.1 эВ), а также высокому разрешению (1.3 мкм) используемой камеры.

В эксперименте исследовали планарные СПЛ, соответственно, фокусировку выполняли только по одной оси, в данном случае по оси X (рис. 3б–3д). По оси Y фокусировку не проводили, так что в силу цилиндрического профиля каждой линзы распределение интенсивности по оси Y должно быть однородным. Соответственно, интенсивность по данной оси можно усреднить и в результате получится линейный профиль фокусировки. На рис. 5а представлены линейные профили фокусировки пяти линз (по оси X) для различных энергий (по оси Y). На рис. 5б–5в показано подобное распределение для одной из СПЛ для двух

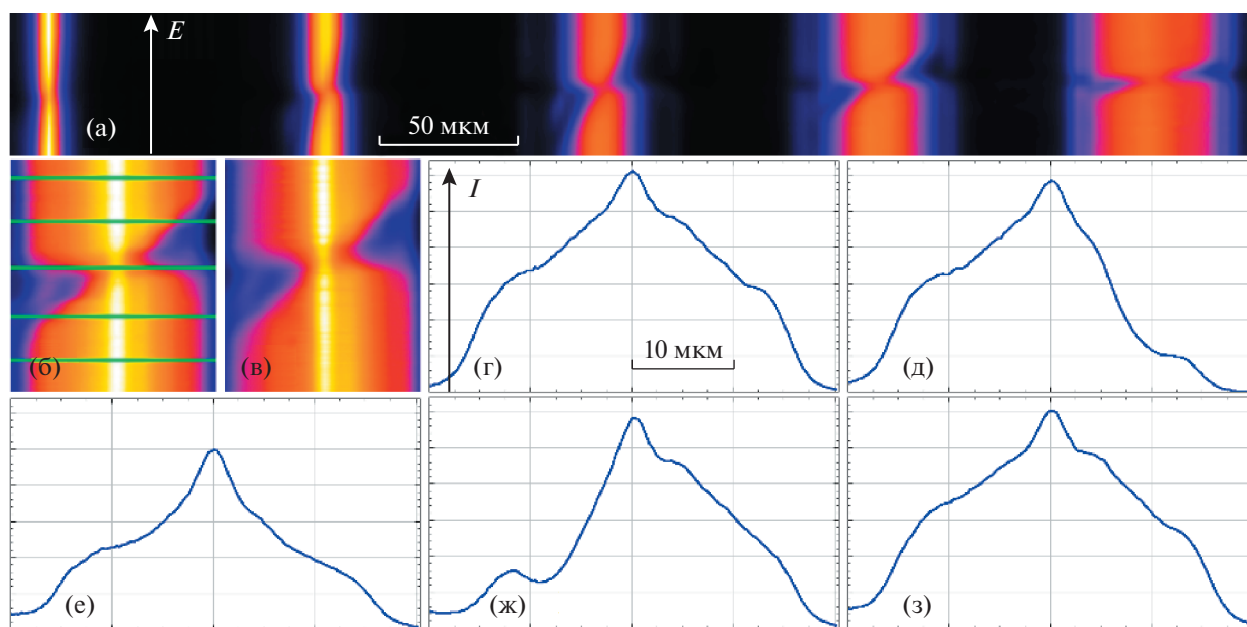


Рис. 5. Двумерное распределение профиля одномерного фокуса СПЛ (по оси X) от энергии излучения E (по оси Y): а – для пяти СПЛ в диапазоне энергий 19 820–19 846 эВ (глитч на 19.8 кэВ); б – для одной СПЛ (вторая на рис. (а)) в том же диапазоне энергий; в – для той же СПЛ, что и (б), но в диапазоне энергий 19 994–20 012 эВ (глитч на 20 кэВ). Линейные профили сфокусированного луча для различных энергий (г–з) соответствуют сечениям рисунка (б) сверху вниз, показанным горизонтальными линиями: г – 19 841, д – 19 834, е – 19 832, ж – 19 830, з – 19 824 кэВ.

различных глитчей. Как видно из рис. 5а, 5б, а также на профилях распределения интенсивности (рис. 5г, 5з) на энергиях 19824 и 19841 эВ (вдали от глитча), распределение интенсивности после линзы соответствует ожидаемому вдали от фокуса. В то же время вблизи глитча (профили на рис. 5д, 5ж) распределение интенсивности после линзы становится асимметричным за счет того, что поглощение происходит только на одной из ветвей параболического профиля линзы. При этом, когда дифракционное условие выполнено в центре параболического профиля линзы, распределение интенсивности вновь симметрично (рис. 5е), однако с меньшей интенсивностью и меньшей полушириной.

Таким образом, появление глитча приводит не только к уменьшению интенсивности прошедшего пучка, но и к изменению формы его фокуса (рис. 5).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Уточнение особенностей эффекта рентгеновских глитчей является актуальной задачей для оценки эксплуатационных параметров монокристаллических преломляющих оптических элементов, таких как рентгеновские линзы, при использовании на современных источниках СИ. С целью изучения влияния глитчей на фокусирующую способность СПЛ были выполнены измерения фокальных пятен нескольких наборов од-

номерных СПЛ в условиях появления глитчей при различных энергиях излучения, что позволило детально проанализировать возникновение глитчей и выявить их влияние на распределение сфокусированной интенсивности. Обнаружено, что глитчи не просто уменьшают интенсивность всего фокального пятна, но и проявляются на разных участках топологического профиля линзы при различных значениях энергии падающего излучения. На двумерном изображении фокального пятна появление глитча представляет собой область затемнения, которая смещается при изменении энергии. Подобное поведение связано с эффектом рефракции, возникающим на поверхности единичной линзы. В итоге форма фокуса, а также его положение и полуширина меняются в зависимости от энергии, что позволяет использовать сканирование по энергии вблизи рентгеновского глитча для прецизионного контроля фокусирующих параметров СПЛ. Проведенное тщательное измерение вблизи двух различных глитчей подтвердило воспроизводимость наблюдаемого эффекта.

Экспериментальное наблюдение данного эффекта стало возможным благодаря разработанным в ИПТМ РАН высококачественным ЭПО [15], малому шагу сканирования по энергии (около 0.1 эВ) при измерениях на синхротронном источнике “КИСИ-Курчатов”, а также использованию высокоразрешающего 2D-детектора для ре-

гистрации распределения интенсивности СИ после СПЛ.

Эффекты изменения формы фокуса одномерных линз при глитч-эффекте наблюдались впервые. Кроме того, неодновременность возникновения глитча в разных частях СПЛ является очень интересным эффектом как с фундаментальной, так и с прикладной точки зрения. В данный момент продолжаются работы по всестороннему анализу и объяснению наблюдаемых эффектов, а также планируется продолжение серии экспериментов для более полного понимания наблюдаемых эффектов.

Авторы выражают благодарность А. Ефанову (CFEL@DESY, Germany) за помощь в планировании эксперимента, обработке данных и работе над данной публикацией. Также авторы выражают благодарность И.А. Щелокову за помощь в подготовке данной работы.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках выполнения работ по гранту № 075-15-2021-1362 и при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 19-29-12043мк). Работа Н.Б. Климовой частично поддержана в рамках программы стратегического академического лидерства “Приоритет 2030” БФУ им. И. Канта. Работа В.А. Юнкина частично поддержана в рамках ГЗ № 075-00706-22-00. Работа П.А. Просекова частично поддержана в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Snigirev A., Kohn V., Snigireva I., Lengeler B.* // Nature. 1996. V. 384. № 6604. P. 49. <https://doi.org/10.1038/384049a0>
2. *Dubrovinskaia N., Dubrovinsky L., Solopova N. et al.* // Sci. Adv. 2016. V. 2. P. e1600341. <https://doi.org/10.1126/sciadv.1600341>
3. *Lengeler B., Schroer C., Benneret B. et al.* // J. Synchrotron Radiat. 2002. V. 9. P. 119. <https://doi.org/10.1107/S0909049502003436>
4. *Lengeler B., Schroer C., Kuhlmann M. et al.* // J. Phys. D: Appl. Phys. 2005. V. 38. № 10A. P. A218. <https://doi.org/10.1088/0022-3727/38/10A/042>
5. *Zhang L., Snigirev A., Snigireva I. et al.* // Proc. SPIE. 2004. V. 5539. P. 48. <https://doi.org/10.1117/12.568105>
6. *Roedig P., Ginn H., Pakendorf T. et al.* // Nat. Met. 2017. V. 14. P. 805. <https://doi.org/10.1038/nmeth.4335>
7. *Polikarpov M., Emerich H., Klimova N. et al.* // Proc. SPIE. 2017. V. 10235. P. 102350H. <https://doi.org/10.1117/12.2266832>
8. *Klimova N., Yefanov O., Snigirev A.* // AIP Conf. Proc. 2020. V. 2299. P. 060016. <https://doi.org/10.1063/5.0030507>
9. *Klimova N., Yefanov O., Snigireva I., Snigirev A.* // Crystals. 2021. V. 11 (5). P. 504. <https://doi.org/10.3390/cryst11050504>
10. <https://github.com/XrayViz/Glitches>
11. *Klimova N., Snigireva I., Snigirev A., Yefanov O.* // Crystals. 2021. V. 11 (12). P. 1561. <https://doi.org/10.3390/cryst11121561>
12. *Klimova N., Snigireva I., Snigirev A., Yefanov O.* // J. Synchrotron Radiat. 2022. V. 29. P. 369. <https://doi.org/10.1107/S1600577521013667>
13. *Schroer C.G., Lengler B., Benner B. et al.* // Proc. SPIE. 2001. V. 4145. P. 274. <https://doi.org/10.1117/12.411647>
14. *Terentyev S., Polikarpov M., Snigireva I. et al.* // J. Synchrotron Radiat. 2017. V. 24. P. 103. <https://doi.org/10.1107/S1600577516017331>
15. *Yunkin V., Grigoriev M., Kuznetsov S. et al.* // Proc. SPIE. 2004. V. 5539. <https://doi.org/10.1117/12.564872>
16. *Snigirev A., Snigireva I., Grigoriev M. et al.* // Proc. SPIE. 2007. V. 6705. P. 670506. <https://doi.org/10.1117/12.733609>
17. *Snigireva I., Snigirev A., Yunkin V. et al.* // AIP Conf. Proc. 2004. V. 705. P. 708. <https://doi.org/10.1063/1.1757894>
18. *Kohn G., Kulikov A.G., Prosekov P.A. et al.* // J. Synchrotron Radiat. 2020. V. 27. P. 378. <https://doi.org/10.1107/S1600577519017247>
19. *Кон В.Г., Просеков П.А., Серегин А.Ю. и др.* // Кристаллография. 2019. Т. 64. № 1. С. 29. <https://doi.org/10.1134/S0023476119010144>
20. *Authier A.* // Dynamical theory of x-ray diffraction. Oxford University Press, 2003. P. 661. <https://doi.org/10.1093/acprof:oso/9780198528920.001.0001>
21. <https://x-server.gmca.aps.anl.gov>