

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ НАУЧНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ "ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ СВЕРХТВЕРДЫХ
И НОВЫХ УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ"
НАЦИОНАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО ЦЕНТРА
«КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»

На правах
рукописи

ДИГУРОВ РОМАН ВАЛЕРЬЕВИЧ

ДИФРАКЦИОННЫЕ И УПРУГИЕ СВОЙСТВА ТОНКИХ ИЗОГНУТЫХ
АЛМАЗНЫХ ПЛАСТИН

1.3.8 – «Физика конденсированного состояния»

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:
к.т.н. Терентьев Сергей Александрович

Москва - 2024

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ	13
1.1 Методы исследования деформированного монокристалла алмаза	13
1.1.1 Дифракционный метод Лауэ.....	13
1.1.2 Рентгеновская топография	16
1.1.3 Дифрактометрия высокого разрешения.....	19
1.1.4 Конфокальная спектроскопия комбинационного рассеяния.....	22
1.2 Области применения изогнутых кристаллов в рентгеновской оптике.....	26
1.2.1 Фокусирующие кристалл - монохроматоры	27
1.2.2 Кристалл-спектрометры, работающие в сверхъярких пучках современных источников излучения	33
1.2.3 Рентгеновские зеркала.....	37
1.3 Выводы по главе 1.....	41
ГЛАВА 2. УПРУГИЕ СВОЙСТВА АЛМАЗНЫХ ПЛАСТИН ТРЕУГОЛЬНОЙ ФОРМЫ.....	42
2.1 Применение основных уравнений чистого изгиба к монокристаллам алмаза треугольной формы.....	42
2.2 Эксперимент по статическому нагружению тонких монокристаллических алмазных пластин.....	45
2.3 Расчет полей упругих напряжений, основанный на решении осесимметричных задач контактного взаимодействия	50
2.4 Результаты расчета величин допустимых деформаций в алмазах с большой кривизной изгиба.....	56
2.5 Выводы по главе 2.....	64
ГЛАВА 3. СТРУКТУРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ТОНКИХ ИЗОГНУТЫХ АЛМАЗНЫХ ПЛАСТИН	66

3.1 Применение локального метода Лауэ для исследования дифракционных и энергодисперсионных свойств изогнутых алмазных пластин	66
3.2 Расчет тензора деформаций по данным дифракционного метода Лауэ с учетом анизотропии свойств.....	75
3.3 Исследование одноосного напряжения алмаза методом комбинационного рассеяния света на основе данных высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии	81
3.4 Выводы по главе 3.....	88
 ГЛАВА 4. ФОКУСИРУЮЩИЕ СВОЙСТВА ИЗОГНУТЫХ АЛМАЗОВ	90
4.1 Количественный расчет параметров сфокусированного рентгеновского пучка с помощью Лауэ кристалл-монокроматора с учетом профиля деформации	90
4.2 Двумерная фокусировка с помощью двойного Лауэ монокроматора.....	100
4.2 Выводы по главе 4.....	103
 ВЫВОДЫ	104
 СПИСОК ЦИТИРУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ	105

ВВЕДЕНИЕ

В синхротронном излучении наблюдается тенденция к повышению яркости. Это приводит к очень высокой плотности мощности (порядка сотен ватт на квадратный миллиметр) на рентгеновских оптических элементах. Этими элементами обычно являются окна, поляризаторы, фильтры и монохроматоры. Традиционно используемым материалом для создания элементов рентгеновской оптики в настоящее время является кремний, который может быть выращен до очень высокого кристаллического совершенства и рабочего размера, а также достаточно легко обработан до требуемого качества поверхности. Однако в действительности монокристаллический алмаз — более подходящий кандидат. Алмаз обладает уникальным сочетанием выдающихся термических и механических свойств: высокой механической и радиационной стойкостью, высокой теплопроводностью [1] и низким тепловым расширением [2, 3]. Использование алмаза для оптических элементов ускорительных источников рентгеновского излучения был предложен в 1990-х годах [4–7]. Монокристаллический алмаз используется в двухкристальных монохроматорах с высокой тепловой нагрузкой [8], алмазных фазовых пластинах с пропусканием по Брэггу [9, 10], брэгговских высоко-отражающих зеркалах [11], монохроматорах для XFEL, работающих в режиме самоотбора [12], монохроматорах сверхвысокого разрешения для неупругого рассеяния рентгеновских лучей [13] и монохроматорах с мультиплексированием пучка для XFEL [14]. Недавно были продемонстрированы планарные параболические рентгеновские линзы из монокристалла алмаза [15], отличающиеся большим разрешением и сохраняющие когерентность.

Двойной монохроматор из алмаза при 100 К может обеспечить высокую передачу интенсивности (>50%) в пределах всей последовательности импульсов. Напротив, используемые в настоящее время охлаждаемые двойные монохроматоры из кремния в режиме жесткого рентгеновского излучения в EuXFEL снижают интенсивность примерно в 2 раза после 150 импульсов [16].

Уменьшение интенсивности является результатом накопления тепла в первом кристалле, что приводит к изменению структуры решетки и, как следствие, к изменению дифракционного профиля в виде уширения кривой качания.

Обзор литературы показывает, что дифракционные и упругие свойства тонких изогнутых алмазных пластин изучены недостаточно. Также существует необходимость в совершенствовании инструментов для анализа и диагностики кристаллической оптики.

Цель работы заключалась в получении новых знаний о дифракционных и упругих свойствах тонких изогнутых алмазных пластин для анализа и настройки кристаллической оптики.

Основными задачами данной работы являются:

1. Изучение упругих свойств тонких алмазных пластин треугольной формы.
2. Определение величин критических напряжений в тонких треугольных алмазных пластинах.
3. Решение осесимметричных задач контактного взаимодействия для оценки распределения упругих напряжений.
4. Изучение дифракционных свойств изогнутого алмаза локальным дифракционным методом Лауэ.
5. Расчет параметров рентгеновских пучков, сфокусированных с помощью алмазных Лауэ – монохроматоров, толщина которых сравнима с глубиной экстинкции.
6. Исследование изогнутых алмазных пластин методами дифрактометрии высокого разрешения (ДВР) и комбинационного рассеяния света (КРС).
7. Адаптация модели фокусировки рентгеновского пучка алмазным Лауэ монохроматором для случая изогнутой кристаллической оптики.

Актуальность проблемы

Современные источники синхротронного излучения (СИ) генерируют рентгеновские импульсы фемтосекундной длительности и высокой энергии. Например, XFEL (ЛСЭ) может выдавать до 2700 импульсов в течение 600 мкс, что называется ‘pulsetrain’, с частотой повторения 10 Гц. Такая структура импульса обеспечивает высокие потоки фотонов с частотой повторения $\sim 10^6$ Гц. Однако значительная пиковая мощность преобразуется в чрезвычайно высокую тепловую нагрузку на оптические компоненты, которую невозможно смягчить в течение периода последовательности импульсов, и, следовательно, их производительность снижается. Алмазная рентгеновская оптика является лучшей альтернативой кремниевой для работы в таких экстремальных условиях. Алмаз имеет меньшее поглощение рентгеновских лучей, меньший коэффициент теплового расширения и более высокую теплопроводность по сравнению с кремнием, высокую отражательную способность и узкие кривые качания.

При сравнении работоспособности изогнутых спектрометров из алмаза и кремния, используемых для не инвазивной диагностики рентгеновского излучения лазеров на свободных электронах, алмаз показал значительное экспериментальное преимущество над кремнием [17]. Так, алмазный спектрометр, использующий отражение $C^*(220)$, с толщиной кристалла 40 мкм может достичь энергетического разрешения $\Delta E = 0.025$ эВ ($\Delta E/E = 3 \times 10^{-6}$), что примерно в шесть раз лучше разрешения кремниевого спектрометра $Si^*(220)$.

Для исследования нанообъектов в настоящее время требуется получение большой плотности потока фотонов на образцах с размерами $1 \div 10$ мкм в диапазоне длин волн $(0.1 \div 2)$ Å с разрешением $\Delta\lambda/\lambda = 10^{-4} \div 10^{-6}$, а также возможность быстрой настройки на любую длину волны в этом диапазоне. Например, для проведения экспериментов при высоких давлениях, создаваемых в алмазных наковальнях, требуется пучок диаметром 25 мкм с энергией фотонов 30 кэВ, где большая энергия нужна для того, чтобы уменьшить поглощение в алмазе падающего на образец рентгеновского пучка. Для снижения интенсивности фона от прокладок в алмазной наковальне фокальное пятно не

должно иметь длинных хвостов, но должно обладать высокой позиционной стабильностью. Достижение таких параметров требует создания фокусирующего устройства с острым фокусом, способного работать в условиях сверхъярких пучков.

С появлением источников синхротронного излучения (СИ) нового поколения открылись возможности для проведения уникальных экспериментов, в частности, по определению слабых полей деформаций, создаваемых отдельными дислокациями, и визуализации биологических объектов, требующих использования узких (< 1 мкм) полихроматических и монохроматических рентгеновских пучков с сохранением когерентности и фазы падающего на образец пучка.

Экспериментальные данные и теоретические расчеты по исследованию дифракционных и упругих свойств тонких изогнутых алмазных пластин послужат основой для создания многофункциональных рентгенооптических модулей, способных удовлетворять современным научным потребностям, а также помогут оптимизировать параметры используемых в настоящее время алмазных рентгенооптических элементов. Мотивацией для данной работы послужило отсутствие детальной информации об этих свойствах, применительно к дифракционной рентгеновской оптике.

Методы исследования

Для исследования дифракционных свойств алмазных монокристаллических пластин с чистым изгибом было предложено применить комплексный подход. Использовались современные, не разрушающие образцы методы, такие, как локальный дифракционный метод Лауэ, дифрактометрия высокого разрешения, рентгеновская топография по Лангу, спектроскопия комбинационного рассеяния света.

В экспериментах по определению величин допустимых деформаций в тонких рентгенооптических элементах из монокристалла алмаза применялся нанотвердомер, в котором реализован метод квазистатического индентирования.

Наличие емкостного датчика перемещения обеспечивает высокую точность взаимного позиционирования индентора и объекта исследований.

Моделирование распространения полей упругих напряжений в упругодеформированных пластинах алмаза проводилось методом конечных элементов в программном пакете Ansys. Моделирование сфокусированного рентгеновского пятна монохроматором Лауэ из монокристалла алмаза проводилось методом фазовой трассировки лучей в программе SHADOW [18–20].

Научная новизна

Создание рентгенооптических элементов на базе упругодеформированного монокристалла алмаза стало возможным только с разработкой метода полировки алмазных пластин с толщинами менее 50 мкм и линейными размерами более 5 мм. Такой метод был разработан на базе ФГБНУ ТИСНУМ. Это позволило создать линейку рентгенооптических элементов, в том числе первый в мире спектрограф с использованием изогнутого монокристалла алмаза, который в сравнении с кремнием показал лучшее энергетическое разрешение. Главным вопросом при создании такого рентгенооптического элемента был вопрос о предельном радиусе изгиба алмазной пластины, обеспечивающем надежную и долгосрочную работу устройства.

- Впервые проведено экспериментальное определение полей упругих напряжений в изогнутой алмазной пластине.
- Использование локального метода Лауэ для исследования дифракционных свойств алмаза. Установлена связь теории упругости анизотропного кристалла (алмаза) с теорией дифракции рентгеновских лучей в первом приближении.
- Впервые уточнен коэффициент пропорциональности для случая одноосного растяжения алмаза в формуле для расчета напряжений методом комбинационного рассеяния света (КРС) по частотному сдвигу.
- Впервые получена экспериментальная кривая в геометрии на «просвет» тонкой изогнутой алмазной пластины на дифрактометре высокого разрешения.

- По отражению характеристических линий $\text{AgK}\alpha_1$ и $\text{AgK}\alpha_2$ лабораторного источника впервые удалось *in situ* определить радиус кривизны алмазной пластины.
- Предложена модель фокусировки рентгеновского пучка в геометрии Лауэ на базе изогнутого монокристалла алмаза с толщиной, сравнимой с глубиной экстинкции.

Научная и практическая значимость

Экспериментальные данные по исследованию синтетических алмазных пластин с чистым изгибом, полученные с помощью методов рентгеновской дифрактометрии, а также теоретические расчеты послужат основой для создания многофункциональных рентгенооптических модулей, призванных заменить используемый в настоящий момент кремний. Высокая теплопроводность алмаза, которая на порядок выше, чем у кремния, будет обеспечивать высокую стабильность работы монохроматоров в условиях высоких тепловых нагрузок. В частности, результаты исследования дисперсионных свойств изогнутых алмазов с разной ориентацией поверхности и различными радиусами изгиба могут быть использованы при проектировании многоканальных рентгенодисперсионных спектрографов в геометрии на просвет, предназначенных для работы в широком диапазоне энергий ($5 \div 50$) кэВ. Возникающую при изгибе тонких пластин значительную деформацию кристаллической решетки следует учитывать при проектировании фокусирующих Лауэ - монохроматоров. Практически важным представляется достижение с помощью каскадных монохроматоров размера рентгеновского пучка $\sim (2 \times 2)$ мкм² для рентгеновской микроскопии.

Личный вклад автора диссертации

Основные результаты исследований, представленные в диссертации, получены лично автором, либо при его непосредственном участии. Автором были сформулированы цель и задачи исследований, по результатам исследований подготовлены материалы для конференций и публикаций.

Соискатель лично проводил эксперименты по статическому нагружению монокристаллов алмаза, принимал участие в экспериментах по исследованию алмазных пластин локальным дифракционным методом Лауэ и дифрактометрии высокого разрешения. Анализ результатов и теоретическое моделирование в 2,3,4 главах проводились лично автором.

Настоящая диссертационная работа является итогом исследований, проведённых в ФГБНУ ТИСНУМ в 2018–2023 годах.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Максимально допустимые упругие напряжения, возникающие при изгибе тонких треугольных алмазных пластин, для ориентации поверхности (111) составляют 2.5 ГПа, для ориентации (110) – 2.8 ГПа.
2. Установлена связь теории упругости анизотропного кристалла с теорией дифракции рентгеновских лучей для определения деформаций по дифракционной картине Лауэ.
3. Разработана методика *in situ* определения радиусов изгиба алмазных пластин с привязкой к линиям рентгеновского характеристического излучения лабораторного источника.
4. Значение коэффициента пропорциональности для случая одноосного растяжения алмаза в формуле расчета напряжений методом КРС составляет $k = -0.7$.
5. Адаптирована модель фокусировки рентгеновского пучка алмазным Лауэ монохроматором для случая изогнутой кристаллической оптики.

Достоверность полученных результатов

Достоверность теоретической части, которая присутствует во всех главах диссертационной работы, подтверждается экспериментальными результатами, полученными с помощью современных диагностических методов. Достоверность экспериментальных результатов обеспечивается их

подтверждением, полученным независимо разными методами в различных научных организациях. Эксперименты проводились с использованием современного диагностического оборудования; установки регулярно проходили процедуры калибровки и технический осмотр. Результаты исследований были опубликованы в высокорейтинговых научных изданиях и доложены на международных конференциях, где получили поддержку специалистов в исследуемой области.

Апробация работы

Результаты диссертационной работы докладывались на:

- II Международная конференция молодых ученых, работающих в области углеродных материалов, Москва, Троицк, 29 – 31 мая 2019 года
- The European XFEL Users' Meeting 2020, Germany, Hamburg, 22869 Schenefeld, 29 – 31 January 2020
- 14-я Международная конференция «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология» CFPMST 2022, Москва, Троицк, 7 – 9 июня 2022 года
- 65-я Всероссийская научная конференция МФТИ в честь 115-летия Л.Д. Ландау, 2023, Москва, Троицк, 6 апреля 2023 года

Публикации

Основные результаты исследований, представленных в диссертационной работе, опубликованы в следующих работах:

1. Digurov, R.V., Blank, V.D., Denisov, V.N. et al. Determination of the Strain Tensor and the Elastic Stress Fields in a Diamond Plate with a High Bending Curvature Using Local Laue Diffraction Data // J. Exp. Theor. Phys. 2023. 137, 763–771.

2. Sergey Polyakov, Roman Digurov, Stepan Martyushov, Sergey Terentiev, and Vladimir Blank. X-ray micro-beam characterization of elastically bent thin

diamond plate for X-ray optics applications // Journal of the Optical Society of America B, 2023, 40(7), 1844–1850.

3. Дигуров Р.В., Терентьев С.А. Исследование упруго - деформированного состояния тонких алмазных пластин // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2022, 88(7), 73–78.

4. Мартюшов С.Ю., Бланк В.Д., Денисов В.Н., Дигуров Р.В., Поляков С.Н. Исследование дифракционных и энергодисперсионных свойств тонких упруго изогнутых алмазных пластин методом Лауэ // Известия высших учебных заведений. Химия и химическая технология. 2023, 66(10), 32–37.

Структура и объём работы

Диссертационная работа состоит из введения, 4-х глав, заключения и списка литературы. Объем работы составляет 116 страниц, включающих в себя 47 рисунков, 8 таблиц. Список цитируемой литературы содержит 137 наименований.

Глава 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1.1 Методы исследования деформированного монокристалла алмаза

1.1.1 Дифракционный метод Лауэ

Метод дифракционной съемки монокристаллов с использованием пучка рентгеновского излучения с «белым» спектром, известный как метод Лауэ, долго находился на «задворках» рентгеноструктурного анализа. В последнее время метод стал возрождаться благодаря появлению доступных источников синхротронного излучения. Достоинством метода Лауэ является возможность получения полной картины дифракции без необходимости выполнения операции сканирования образца. Картина дифракции от неподвижного монокристалла в методе Лауэ формируется при облучении его рентгеновским пучком с непрерывным спектром (см. рис. 1). Благодаря такой специфике метода Лауэ, его можно отнести к категории самых быстрых методов сбора дифракционных данных.

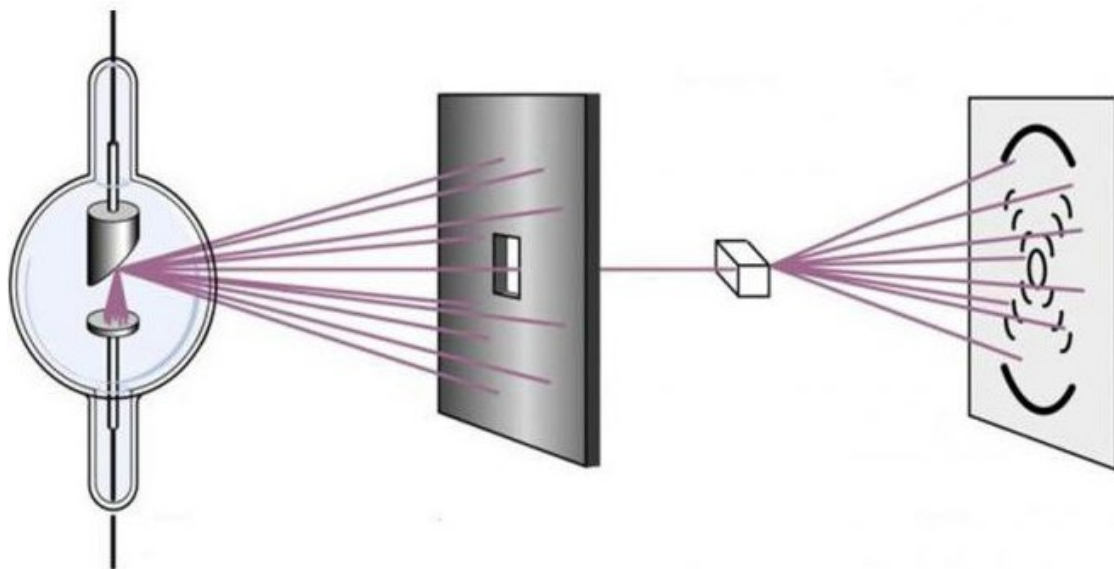


Рисунок 1. Схема метода Лауэ

Если бы на кристалл падал монохроматический луч, то вторичные лучи при неподвижном кристалле возникли в очень малом числе, так как очень

маловероятно, что больше десятка узлов попало на поверхность сферы отражения в обратной решетке (см. рис. 2). Если же на кристалл падает спектр, содержащий длины волн от λ_1 до λ_2 , то это значит, что имеется непрерывный ряд сфер с радиусами от $1/\lambda_1$ до $1/\lambda_2$. Поэтому все узлы, попадающие в пространство между этими двумя граничными сферами, создают интерференционные лучи. Каждому из узлов обратной решетки, попадающему в пространство между двумя граничными сферами, соответствует своя длина волны, для которой выполняется условие $2d\sin\theta = n\lambda$ [21].

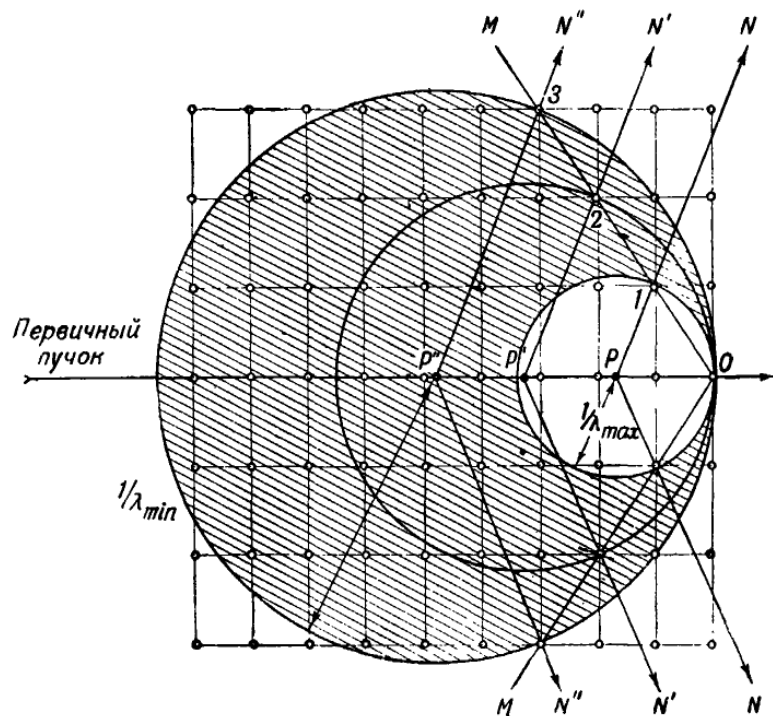


Рисунок 2. Схема метода Лауэ в пространстве обратной решетки. Узлы 1,2,3 лежащие на одной узловой прямой, проходящие через начальный узел О, дают отражения в одном направлении (отраженные лучи PN, P'N', P''N'')

Существует микродифракционный метод Лауэ, который подходит для визуализации деформации и определения ориентаций в различных материалах. Этот метод совместим с механическими испытаниями в режиме *in situ* и может быть сопоставлен с другими методами для выявления деталей упругой и пластической деформации [22–35].

В работе [36] с помощью метод Лауэ проводились измерения полного тензора деформации и распределения ориентации решетки в субмикрометровом масштабе в сильно напряженных «микростах» Ge. Численный подход к получению полного тензора деформации только из измерения девиаторной части также продемонстрирован и используется для более быстрого картирования. Измерения проводились на серии микроустройств при одноосном или двухосном напряжении, и было обнаружено превосходное согласие с численным моделированием. Это показывает большой потенциал микродифракции Лауэ для исследования сильно нагруженных кристаллов. Картины дифракции Лауэ были собраны на датчике MarCCD 2048 × 2048 пикселей с эффективным размером пикселя 80 мкм, расположенном на 70 мм над образцом. Далее использовался так называемый метод «радужного фильтра» для измерения энергии брэгговских отражений и, следовательно, параметров решетки [37].

Из измерения картины Лауэ определялись относительные параметры кристаллической решетки b/a и c/a , а также углы кристалла α, β, γ . Кроме того, обратное расстояние между плоскостями (hkl) в произвольном триклинном кристалле можно вычислить по метрическому тензору и записать как:

$$\frac{1}{d_{hkl}} = \frac{1}{a^2} f_{hkl} \left(\frac{b}{a}, \frac{c}{a}, \alpha, \beta, \gamma \right), \quad (1)$$

Таким образом, параметр решетки a может быть получен непосредственно из измерения b/a , c/a , и d_{hkl} с использованием:

$$a = d_{hkl} [f_{hkl}(\frac{b}{a}, \frac{c}{a}, \alpha, \beta, \gamma)]^{1/2}, \quad (2)$$

Тогда диагональные компоненты полного тензора деформации просто задаются заменой a на b или c соответственно:

$$\varepsilon_{aa} = \frac{a - a_0}{a_0} \quad (3)$$

Недиагональные компоненты тензора полной деформации такие же, как и у тензора девиаторной деформации.

В работе [35] определялся полный тензор деформаций в монокристалле с трехосным напряжением с использованием дифракции рентгеновских лучей. Это было достигнуто с помощью перестраиваемого источника рентгеновского излучения. В данной статье сообщается о новой экспериментальной методике однократного определения тензора полной деформации с использованием полихроматического синхротронного излучения в диапазоне энергий от 5 до 23 кэВ. Рентгеновские дифрактограммы Лауэ были получены из медной микроизгибаемой балки вдоль центральной оси (центроид поперечного сечения). Используя двумерный энергодисперсионный рентгеновский детектор (pnCCD), положение и энергия собранных пятен Лауэ были измерены для нескольких точек на образце, что позволило измерить изменения в локальной микроструктуре. При этом рассчитывались как девиаторная, так и гидростатическая составляющие тензоров упругих деформаций и напряжений.

Таким образом, большинство исследований показывает, что метод Лауэ эффективен в работах по определению деформаций кристаллической решетки и расчету полей упругих напряжений, однако чаще всего с использованием сторонних методов исследования или дополнительного дорогостоящего оборудования.

1.2.2 Рентгеновская топография

Изображения отдельных дислокаций впервые наблюдались Лангом [38] путем использования его метода секционной топографии. Основной целью всех топографических методов является получение картины распределения дефектов в кристалле. Рентгеновская топография основана на дифракционном контрасте в изображении различных областей кристалла, но в пределах одного дифракционного пятна. Формирование контраста обусловлено различиями интенсивностей или направлений лучей от разных точек кристалла в соответствии с ориентацией кристаллической решетки либо совершенством кристалла в этих точках. Изменение хода лучей вызывает эффект, с помощью

которого можно оценить размеры и дезориентацию элементов субструктуры (фрагментов, блоков) в кристаллах. Выявление дефектов дислокаций, сегрегаций примесей, упаковки и напряжений проводится на основании различий в интенсивностях пучков. От других рентгеновских методов исследования топографию отличают разрешающая способность, высокая чувствительность и возможность исследования объёмного расположения дефектов в относительно крупных и почти совершенных кристаллах.

С помощью метода топографии Ланга в секционном режиме можно получать изображение сечения кристалла и исследовать трехмерное распределение дефектов. Пучок от пятна острофокусного или микрофокусного источника перед монокристаллическим образцом становится лентообразным пучком, имеющим ширину примерно 10 мкм. Это формирует падающий пучок, ширина которого мала по сравнению с шириной основания веера Бормана, который образован крайними из дифрагированных и прошедших пучков с поверхностью кристалла. Ширина падающего пучка должна быть значительно меньше, чем $t \sin 2\theta_B$ (t — толщина образца, θ_B — угол Брэгга). Настройка образца продолжается до тех пор, пока не образуется сильный дифракционный пучок для характеристической $K\alpha_1$ -линии и выбранных дифракционных плоскостей. После этого фотопластинку помещают позади образца. Проблемы раздвоения изображений не возникает, так как вследствие высокой коллимации одновременная дифракция $K\alpha_1$ - и $K\alpha_2$ -линий невозможна. Если дифрагированный пучок пропускать через щель, то прямо прошедший пучок не может попасть на фотопластинку. Секционная топография может давать изображение только узкой полосы в кристалле. Но изобретенный Лангом гониометр, где кристалл и пленка совершают одновременное возвратно-поступательное перемещение, позволяет получать изображение всего кристалла, сохраняя высокое пространственное разрешение.

На основе маятниковых осцилляций интенсивности рентгеновского излучения на кристаллах разработаны методы, позволяющие оценивать

локальные деформации кристаллической решетки, связанные с ее дефектами [39, 40].

В работе [41] описан принципиально другой тип интерференционных полос в брэгговской геометрии, связанных с изгибом кристаллической решетки и получивших название деформационные интерференционные полосы. Это явление было исследовано экспериментально на кристаллах с аморфной окисной пленкой, при этом методами геометрической рентгеновской оптики был описан механизм образования деформационных полос.

В работе [42] методами секционной топографии и численного моделирования в геометрии Брэгга исследованы особенности образования интерференционных деформационных полос на секционных топограммах однородно изогнутых кристаллов кремния. Исследована роль межветвевое рассеяния в образовании деформационных полос (изгибных контуров) в изогнутой решетке. Установлено, что волновое поле, формируемое в геометрии Бормана–Лемана, обладает очень высокой чувствительностью к локальным деформациям, связанным с дефектами кристаллической решетки. Показана возможность использования “изгибных интерференционных контуров” для измерений очень слабых деформаций поверхности, обусловленных квазиточечными дефектами. Установлено, что различия в интенсивности полос для положительного и отрицательного знака градиента изгиба связаны с различием в фокусировке нормальных и аномальных волн.

На рисунке 3 показаны волновые поля в идеальном кристалле и в кристалле с изгибом $R = -54$ м и $R = +54$ м соответственно. Обычные интерференционные полосы в брэгговской геометрии быстро затухают. С уменьшением радиуса изгиба кристалла “полосы” сдвигаются в сторону меньших расстояний от брэгговского максимума. Увеличение радиуса изгиба, наоборот, приводит к смещению интерференционных полос в сторону от брэгговского максимума. При этом уменьшается их яркость, и полосы постепенно сливаются с фоном (при радиусах изгиба более 600 м).

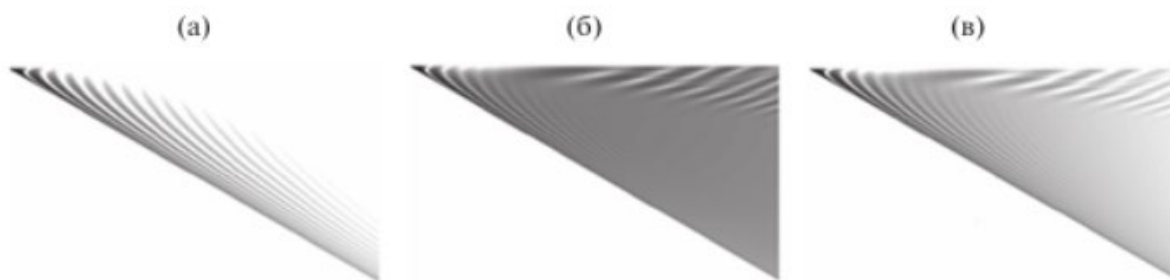


Рисунок 3. Распределение интенсивности волнового поля в треугольнике рассеяния для отражения Si(004): излучение MoK α 1, угол Брэгга 15.141°. Высота каждого изображения составляет 900 мкм, ширина – 3326 мкм: а – идеальный кристалл; б – кристалл изогнут; радиус изгиба R = –54 м; в – радиус изгиба R = +54 м

Таким образом, благодаря рентгеновской топографии можно зафиксировать деформационные контуры, которые очень чувствительны к локальным деформациям кристаллической решетки. На основе смещения контуров можно измерять величины локальных деформаций $\Delta d/d$ порядка 10^{-12} .

1.2.3 Дифрактометрия высокого разрешения

Под термином дифрактометрия понимается измерение кривой качания образца. Эталонем является кривая, которую можно было бы измерить при помощи идеально параллельного монохроматического падающего пучка; все теоретические расчеты базируются на этом идеализированном излучении. Наиболее продвинутым методом ДВР можно назвать трехосевой вариант, в котором кристалл-анализатор помещается перед детектором с целью ограничить приемную апертуру. Кристалл-анализатор устанавливается на оси, концентричной с образцом, и сканируется независимо. Это устраняет проблемы связанные с исследованием изогнутых и мозаичных кристаллов, а также

приводит к разделению влияний деформаций и разориентаций на результаты измерения [43].

Малое количество плоскостей дает очень широкий пик, а большое количество плоскостей – узкий пик. Дифракционное отражение для данной плоскости и длины волны имеет место не в бесконечно узкой области узлов, определяемой законом Брэгга, а захватывает малую область конечных размеров. Этой областью и называется *ширина кривой качания*, которая изменяется в широких пределах и определяет чувствительность данного метода к деформации. На рисунке 4 представлены кривые качания некоторых совершенных кристаллов.

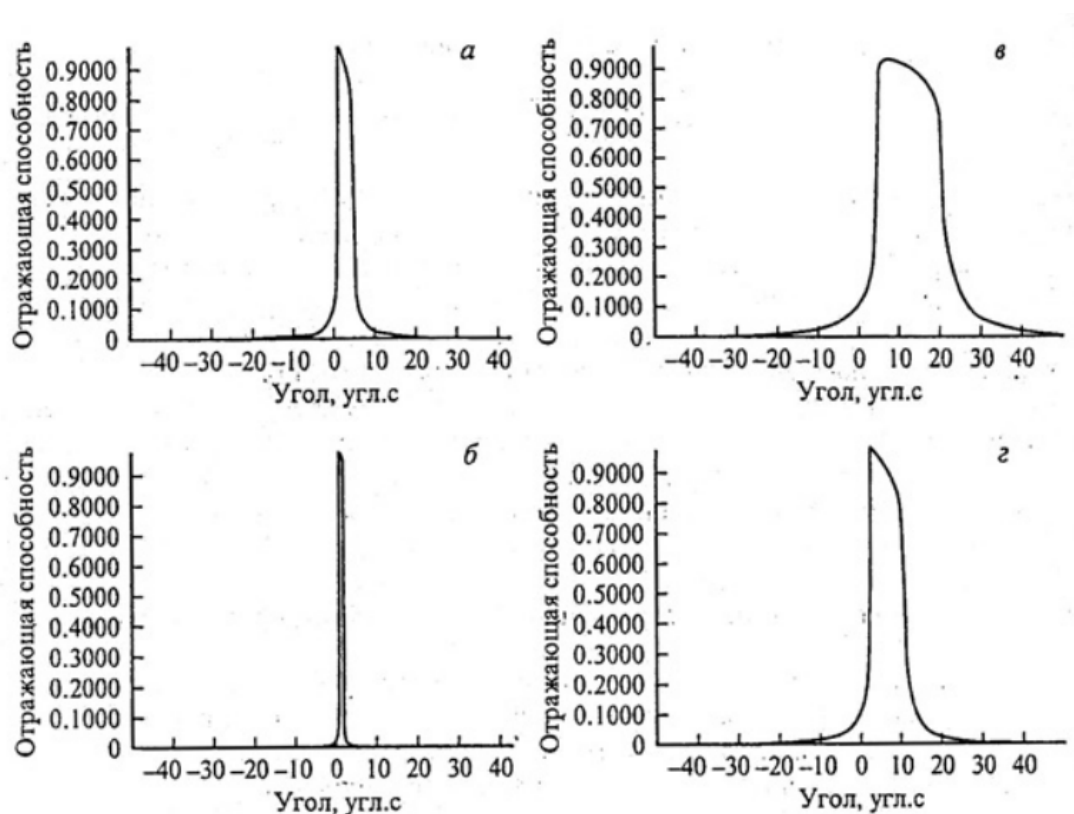


Рисунок 4. а) Si 004 ($\text{Cu K}_{\alpha 1}$ 0.154 нм), FWHM=3.83", б) Si 333 ($\text{Mo K}_{\alpha 1}$ 0.071 нм), FWHM=0.73", в) Ge 111 ($\text{Cu K}_{\alpha 1}$), FWHM=16.59", г) GaAs 004 ($\text{Cu K}_{\alpha 1}$), FWHM=8.55"

В кристалле основной единицей рассеяния является его элементарная ячейка. Рассеяние под любым углом можно оценить, перемножая следующие величины: рассеивающую способность электрона или ядра, рассеивающую

способность атома, рассеивающую способность элементарной ячейки, рассеивающую способность полного набора элементарных ячеек – с учетом направления рассеяния и относительной фазы рассеянных волн. Угловую зависимость интенсивности принято выражать через рассеивающую способность элементарной ячейки для конкретных отражений от кристаллической плоскости hkl , длины волны и, конечно, кристаллической структуры. Этот самый важный параметр называется структурным фактором F_{hkl} . Для случая, просуммированного по всей элементарной ячейки, имеем:

$$F_{hkl} = \sum_i f_i \exp[-2\pi i(hu + kv + lw)], \quad (4)$$

где, f_i – атомные факторы рассеяния для атомов сорта i .

Фазы могут заставить волны складываться как в случае, например, Si 004, или гасить друг друга, как в случае Si 002. Чем больше структурный фактор, тем шире кривая качания.

Например, в работе [44] исследовались параметры решетки трех родственных перовскиту оксидов. Эти параметры были измерены с высокой точностью порядка 10^{-5} при комнатной температуре. Такая точность была достигнута за счет применения сложной методики дифракции рентгеновских лучей с высоким разрешением, основанной на модифицированном методе Бонда. Для каждого брэгговского отражения (hkl) угловые положения образца и детектора измерялись не менее трех раз для проверки воспроизводимости и уменьшения статистической погрешности. Точные положения пиков были определены путем подбора с использованием линии Гаусса. На рисунке 5 показан пример брэгговского отражения (006) монокристалла NdGaO_3 с ориентацией (001).

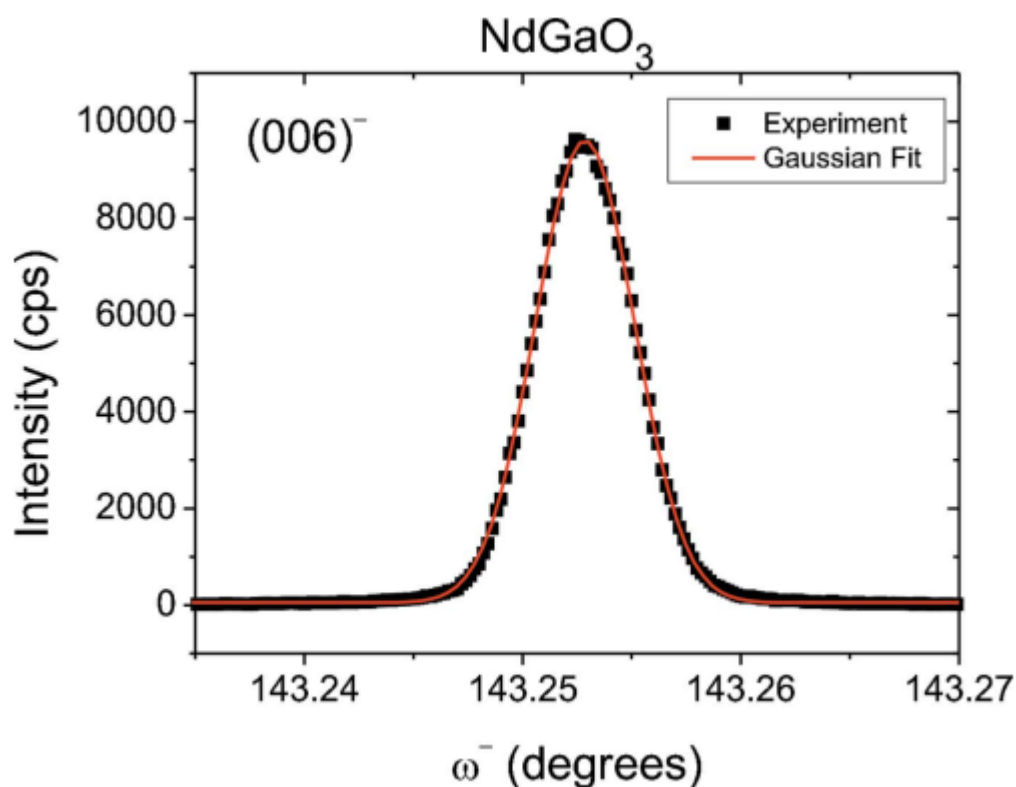


Рисунок 5. Экспериментальная кривая качания отражения (006) монокристалла NdGaO₃ с ориентацией (001). FWHM $\Delta\omega = 0.0055^\circ$

1.2.4 Конфокальная спектроскопия комбинационного рассеяния

При спектральных исследованиях рассеяния света в кварце и исландском шпате Мандельштам и Ландсберг обнаружили, что каждая спектральная линия падающего света сопровождается появлением системы линий измененной частоты, называемых сателлитами [45]. Частоты сателлитов отличаются от частоты возбуждающих их линий $\Delta\omega_{\text{комб}}^j$, где j – номер сателлита, так что различным сателлитам соответствуют различные $\Delta\omega_{\text{комб}}$. При переходе от одной спектральной линии первичного пучка к другой совокупность значений $\Delta\omega_{\text{комб}}^j$ остается одной и той же. Она характерна для рассматриваемого вещества и меняется только при переходе от одного вещества к другому. Это обстоятельство используется в спектральном анализе методом комбинационного рассеяния света. Каждому сателлиту с частотой $\omega - \Delta\omega_{\text{комб}}$, смещенной в красную сторону

спектра, соответствует сателлит с частотой $\omega + \Delta\omega_{\text{комб}}$, смещенной в фиолетовую область. Первые сателлиты называют красными или *стоксовыми*, вторые – фиолетовыми или *антистоксовыми* [46]. Обычно частоты спектральных линий и их изменений принято характеризовать числом волн, укладывающихся в 1 см. Их обозначают через ν и Δ , полагая что $\nu \sim 1/\lambda$.

Спектроскопия комбинационного рассеяния дает большую информацию о колебательных свойствах и структуре ближнего порядка углеродных материалов, являющаяся полезным источником информации об исследуемых материалах. КРС не приводит к разрушению образца, не требует его предварительной подготовки, либо она минимальна, возможен качественный и количественный анализ материала, можно измерять различные фазы материала, возможно изучение локальных участков образца минимальным размером 1 мкм.

Общий спектр комбинационного рассеяния алмаза показан на рисунке 6. Алмаз имеет относительно большое сечение комбинационного рассеяния: $r_{sp3} = 9 \times 10^{-7} \text{ см}^{-1} \text{ sr}^{-1}$. Однако оно намного меньше, чем у графита: $r_{sp2} = 5 \times 10^{-5} \text{ см}^{-1} \text{ sr}^{-1}$ [47, 48]. Существует общее правило, согласно которому рамановское рассеяние в кристалле с ковалентной связью выше, чем в кристалле с ионной связью [49, 50]. Из-за большой длины волны видимого света по сравнению с размерами зоны Бриллюэна в рамановском спектре алмаза первого порядка обычно наблюдаются только центральные фононы зоны (линия 1332 см^{-1}).

Влияние одноосных напряжений на оптические свойства твердых тел хорошо известны. Например, в спектре комбинационного рассеяния алмаза первого порядка наблюдается один пик, соответствующий трижды вырожденным оптическим фононам в отсутствие напряжений; одноосное напряжение вызывает расщепления и сдвиги, которые линейны по отношению к напряжению [51–53].

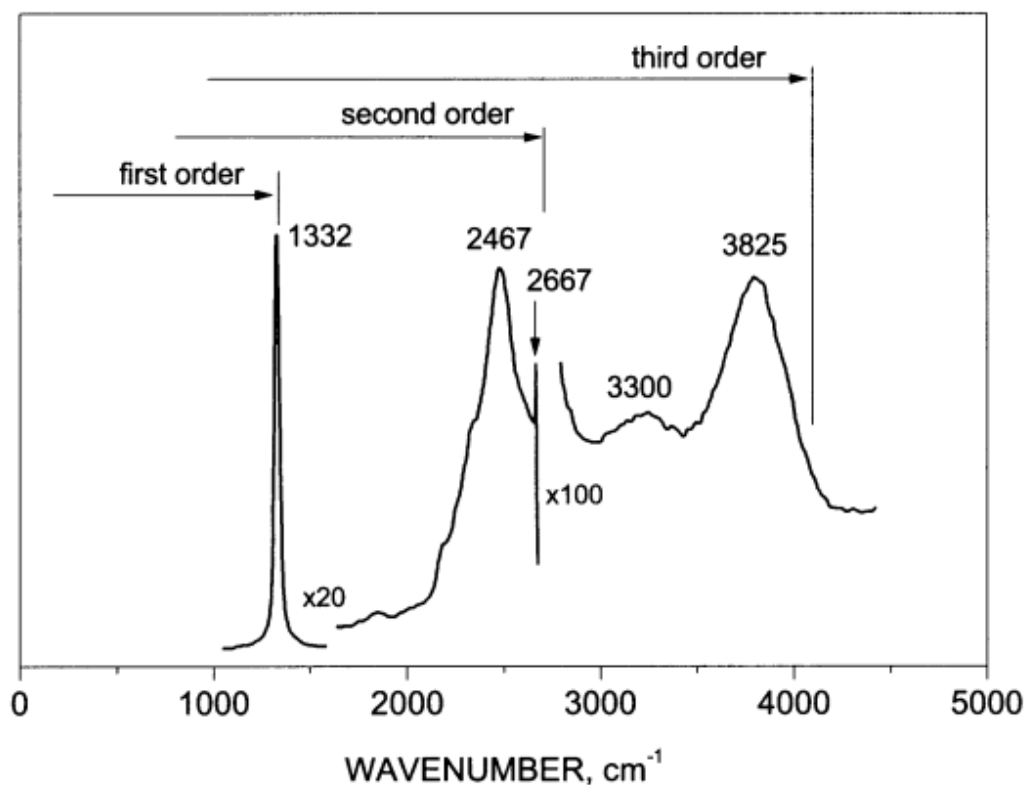


Рисунок 6. Общий рамановский спектр природного алмаза ювелирного качества, возбужденный при комнатной температуре при длине волны 228,9 нм. Показаны диапазоны первого, второго и третьего порядков комбинационного рассеяния

Одноосное напряжение 121 кбар вдоль кристаллографического направления смещает линию на $+8.9 \pm 1.0 \text{ см}^{-1}$ [54]. При одноосном напряжении гидростатическая составляющая дает вклад [55, 56]:

$$\Delta w_h = 3.2 - 3.6 \text{ см}^{-1} / \text{ГПа}$$

Синглетная составляющая смещается одноосным напряжением σ вдоль направлений $\langle 100 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ следующим образом (соответствующие сдвиги для дублета существенно не различаются):

$$\Delta v_{\text{singlet}\langle 100 \rangle} [\text{см}^{-1}] = -0.93 \times 10^{-10} \sigma [\text{дин/см}^2], \quad (5)$$

$$\Delta v_{\text{singlet}\langle 111 \rangle} [\text{см}^{-1}] = -0.38 \times 10^{-10} \sigma [\text{дин/см}^2]. \quad (6)$$

При двухосном напряжении σ в поликристаллическом алмазе, выращенном на неалмазных подложках, линия расщепляется на синглет и дублет [57,58]:

$$\Delta w_{singlet} [\text{см}^{-1}] = -0.93 \sigma [\text{ГПа}], \quad (7)$$

$$\Delta w_{doublet} [\text{см}^{-1}] = -2.60 \sigma [\text{ГПа}]. \quad (8)$$

Величина гидростатического сдвига линии КР алмаза при давлениях до 40 ГПа имеет значение в пределах $+(2.58 \text{ to } 3.6) \text{ см}^{-1}/\text{ГПа}$ [56, 59–61].

В работе [62] исследовались спектры комбинационного рассеяния света алмазных наковален, подвергающихся квазигидростатическому сжатию. Спектры дают полную информацию о нормальном напряжении образца и поэтому могут широко использоваться для измерения нормального напряжения или давления при квазигидростатическом сжатии. Синглетные и дублетные моды наблюдались в спектрах КРС при напряжении до 50 ГПа. При давлении выше 50 ГПа зависимость является нелинейной (см. рис. 7). Следовательно, частоты оптических фононов и отношения напряжение-деформация нелинейны выше 50 ГПа, и детальный анализ напряжения становится сложным - требуется нелинейная теория упругости.

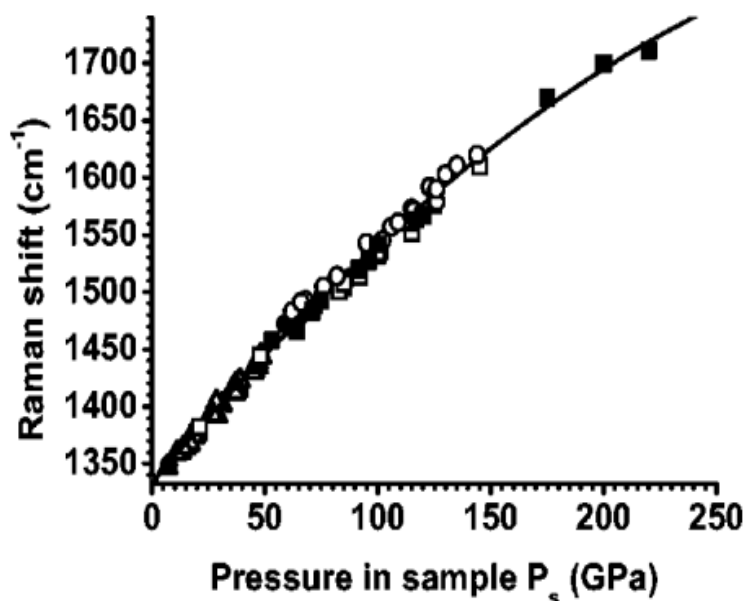


Рисунок 7. Зависимость синглетной моды от давления в центре калеты (крошечной грани в основании павильона наковальни)

1.3 Области применения изогнутых кристаллов в рентгеновской оптике

Подход к интерпретации геометрии рентгеновских дифракционных картин от монокристаллов, основанный на рассмотрении кристалла как совокупности периодически повторяющихся плоскостей, был впервые использован английскими физиками Лоуренсом и Генри Брэгг [63] и независимо российским кристаллографом Георгием Викторовичем Вульфом [64]. Дифракция рентгеновских лучей рассматривается с упрощенной позиции, как отражение монохроматической рентгеновской волны от стопки атомных плоскостей и интерференции отраженных волн, а возникновение интерференционного максимума выражается формулой Брэгга-Вульфа:

$$2d_{hkl}\sin\theta_{hkl} = n\lambda, \quad (9)$$

где λ – длина волны рентгеновских лучей, θ – угол Брэгга или угол падения лучей на данную кристаллографическую плоскость и угол отражения от нее, n – целое положительное число длин волн, укладывающиеся на разности хода лучей, отраженных двумя соседними плоскостями (порядок отражения), d_{hkl} – расстояние между кристаллографическими плоскостями, $d_{hkl} = a/(h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}$, где a – длина ребра элементарной ячейки.

Угловая расходимость рентгеновских лучей (часто называемая дарвиновской шириной) и соответствующая энергетическая ширина брэгговского отражения идеального кристалла могут быть рассчитаны с помощью динамической теории [65–68], что приводит к двум простым правилам. Во-первых, относительное энергетическое разрешение $\Delta E/E$ приблизительно постоянно для данного брэгговского отражения, независимо от энергии и угла Брэгга. Во-вторых, $\Delta E/E$ уменьшается с отражением более высокого порядка. Если продифференцировать уравнение Вульфа-Брэгга, то можно получить формулу для описания относительного спектрального разрешения кристалл-монокроматора:

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{\Delta \lambda}{\lambda} = \Delta \theta \operatorname{ctg} \theta \quad (10)$$

Это уравнение показывает, что любая угловая расхожимость вносит наименьший вклад в энергетическое разрешение $\Delta E/E$ при углах Брэгга θ , близких к 90° . Следовательно, наилучшее энергетическое разрешение идеального кристаллического монохроматора может быть получено при углах Брэгга, близких к 90° .

1.3.1 Фокусирующие кристалл - монохроматоры

Существует важное различие между отражением света от зеркала и отражением рентгеновских лучей от кристалла. Направление луча, отраженного от кристалла, определяется ориентацией брэгговских плоскостей, которые могут не совпадать с поверхностью кристалла. Кроме того, брэгговскими плоскостями отражается только узкая энергетическая полоса, и при проникновении луча в изогнутый кристалл эта полоса смещается, меняется направление отраженного луча и происходит боковое смещение отраженного луча. Для полного описания дифракции на изогнутом кристалле необходимо рассчитать траектории падающего и отраженного лучей внутри кристалла, а затем проинтегрировать их по падающему лучу и активному объему кристалла.

Первый монохроматор на основе изогнутого кристалла был изобретен французским кристаллографом Иветт Кошуа в начале 1930-х годов. Это была модифицированная геометрия плоского монохроматора Лауэ, благодаря которой атомные плоскости монокристалла фокусируются в точке с помощью упругоизогнутой монокристаллической пластинки по некоторому радиусу. Полихроматические лучи падают на кристалл с выпуклой стороны и, проходя сквозь него, лучи, удовлетворяющие брэгговскому условию, сходятся в уменьшенное пятно на фокальной окружности. При большом наклоне отражающих плоскостей к поверхности кристалла путь луча в кристалле увеличивается, и поглощение может сильно снижать интенсивность

монохроматизированных лучей. Также в 1930-х годах были разработаны геометрии фокусировки по Иоганну, которая позволяет получать сфокусированные пучки из расходящихся первичных пучков и улучшенная схема Иогансона без дефокусировки крайних лучей [69–71]. На рисунке 8 представлены четыре основных случая фокусировки с помощью изогнутых кристаллов.

Стандартные решения монохроматизации и фокусировки не работают при высоких энергиях фотонов. Зеркала были бы непозволительно длинными из-за малого критического угла, а сагиттальная фокусировка в горизонтальном направлении становится невозможной из-за малой ширины кривых качания идеального кристалла. Кроме того, энергетическое разрешение плоских кристаллических монохроматоров определяется расходимостью пучка.

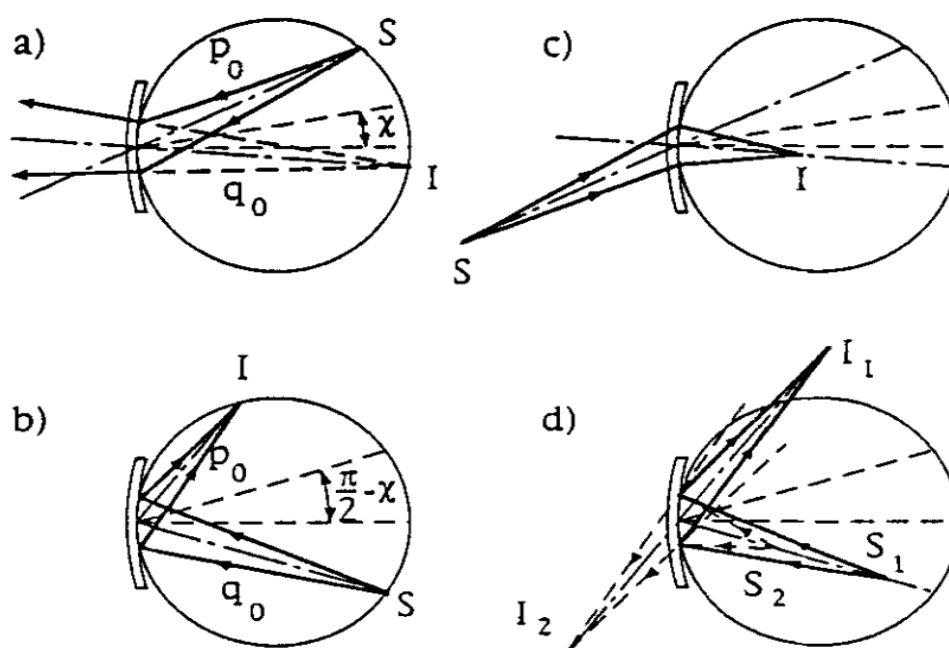


Рисунок 8. Фокусировка цилиндрически изогнутым кристаллом, а) фокусировка по Лауэ, когда реальный источник S и мнимый фокус I находятся на круге Роуланда, б) случай фокусировки на отражение по Брэггу, с) полихроматическая фокусировка кристаллом по Лауэ, d) полихроматическая фокусировка на отражение по Брэггу

Отраженный луч может быть сходящимся или расходящимся, монохроматическим или полихроматическим, в зависимости от расположения источника и изображения. Когда источник находится на фокусирующем круге, кристалл действует как монохроматор, а в остальных случаях отражается полихроматический пучок. Луч, отраженный монохроматором Брэгга, фокусируется обратно на круг Роуланда, а луч от монохроматора Лауэ расходится. Для монохроматической фокусировки расстояния p (источник-кристалл) и q (кристалл-изображение) связаны соотношением:

$$q = q_0 / (2 - \frac{p_0}{p}), \quad (11)$$

где,

$$p_0 = p\gamma_0 = p\cos(\chi \pm \theta),$$

$$q_0 = p\gamma_H = p\cos(\chi \pm \theta),$$

где γ_0 и γ_H направляющие косинусы падающего и отраженного лучей соответственно, а χ — угол между брэгговскими плоскостями и нормалью к поверхности кристалла. Знаки выбираются таким образом, чтобы p было положительным для реального источника, q имело тот же знак, что и p , когда он находился на той же стороне кристалла.

Когда рентгеновский пучок входит в кристалл, внутри кристалла образуется так называемый веер Бормана между падающим и отраженным лучами. Полихроматический фокус может быть либо реальным, либо мнимым. Как правило, он не совпадает с геометрическим, что ограничивает его достижимый размер.

Если выбирать кристаллы по величине отражательной способности, то наибольший интерес представляют кристаллы кремния Si и германия Ge. Отражающая способность единицы объема очень высока для плоскости (111) Ge и заметно меньше у плоскости кристалла Si (111). Судя по собственной ширине отражения с точки зрения спектрального разрешения для отбора

монохроматического излучения из синхротронных пучков наиболее подходят кристаллы германия и кремния. Собственная ширина отражения и спектральная разрешающая способность для некоторых рефлексов кристаллов Ge и Si представлены в таблице 1.

Таблица 1. Разрешающая способность для кристаллов для некоторых рефлексов кристаллов Ge и Si

Кристалл	HKL	w_0 (мрад)	$\Delta E/E (\times 10^4)$
Германий	111	0.036	1.41
	220	0.027	0.604
	311	0.016	0.290
Кремний	111	0.079	3.264
	220	0.060	1.446
	311	0.035	0.692

Стандартные решения монохроматизации и фокусировки не работают при высоких энергиях фотонов. Зеркала были бы непозволительно длинными из-за малого критического угла, а сагиттальная фокусировка в горизонтальном направлении становится невозможной из-за малой ширины кривых качания идеального кристалла. Кроме того, энергетическое разрешение плоских кристаллических монохроматоров определяется расходимостью пучка. Эти трудности преодолеваются при помощи горизонтально фокусирующих монохроматоров в геометрии Брэгга, показанных на рисунке 8. Источник, монохроматор и фокус находятся на окружности Роуланда, а фокусные расстояния регулируются асимметричным срезом кристалла. Сочетание фокусирующих свойств изогнутых кристаллов с их отражательной способностью открывает большие возможности при работе с высокими

энергиями рентгеновского излучения, когда поглощение мало и кристаллы почти прозрачны для излучения.

Изогнутые кристаллы в геометрии Лауэ широко используются в высокоэнергетических рентгеновских пучках, чтобы обеспечить большую полосу пропускания энергии и высокий поток фотонов. Чаще всего это горизонтально изогнутые конфигурации [72–74]. Два цилиндрически изогнутых кристалла удовлетворяют условию Роуланда, сохраняя тем самым естественную расходимость источника. Изогнутый в меридиональном направлении двойной лауэ-монокроматор обеспечивает увеличение потока излучения на порядок по сравнению с плоскими кристаллическими монокроматорами. Сочетание двух горизонтально изогнутых кристаллов Лауэ также может образовывать другие недисперсионные настройки, которые можно использовать в качестве монокроматоров с фиксированным выходом [75, 76].

Сагиттально изогнутые кристаллы Лауэ (рис. 9) полезны для фокусировки более крупных горизонтальных лучей, обеспечиваемых поворотными магнитами или источниками Виглера [77–79]. Условие фокусировки определяется соотношением:

$$1/F_1 + 1/F_2 = 4\sin\theta_m\sin\chi/R_s, \quad (12)$$

где F_1 и F_2 — расстояния источник-ДЛМ и ДЛМ-образец (при условии, что расстояние между двумя кристаллами мало), соответственно θ_m — угол Брэгга монокроматора, χ — асимметричный угол, R_s — сагиттальный радиус изгиба обоих кристаллов Лауэ. Тогда антикластический (меридиональный) радиус изгиба R_m определяется как $R_m = R_s/C\nu$, где ν — коэффициент Пуассона кристалла для данной ориентации, а C — поправочный член уравнения, учитывающий форму кристалла и механизм изгиба.

Антикластический изгиб в меридиональной плоскости согласуется с расходимостью источника. Характеристики монокроматоров с сагиттально изогнутыми кристаллами Лауэ зависят от однородности кривизны изгиба, которые изучались ранее с соответствующими дифракционными профилями

(кривыми качания) [80–84]. Существуют монохроматоры, которые сочетают в себе различную геометрию кристалла и/или различную геометрию изгиба. Комбинация горизонтально изогнутого кристалла Лауэ и горизонтально изогнутого брэгговского кристалла [85] фокусирует луч в одном направлении и уменьшает уширение разрешения за счет компенсации дисперсии. Также сообщалось о горизонтально-сагиттальном монохроматоре Брэгга [86], в котором первый кристалл изгибается горизонтально, чтобы скорректировать влияние тепловой нагрузки и компенсировать антикластическое искажение из-за сагиттально изогнутого второго кристалла.

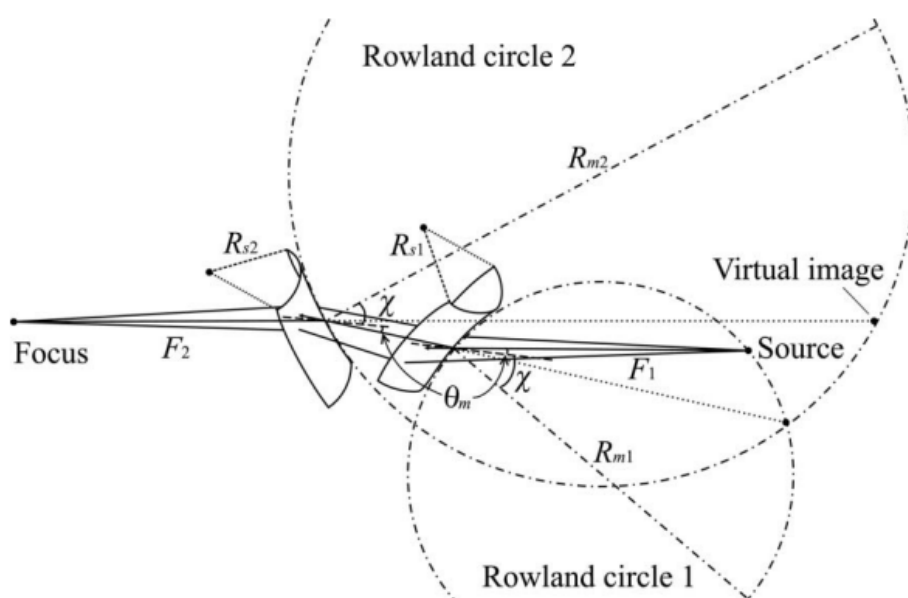


Рисунок 9. Схема двойного Лауэ кристалл монохроматора с сагиттальным изгибом

Таким образом, в энергетическом разрешении монохроматоров на плоском кристалле преобладает угловая расходимость при высоких энергиях, а малая дарвиновская ширина делает монохроматоры неэффективными; горизонтальная фокусировка сагиттально изогнутыми кристаллами затруднена или невозможна. Наоборот, горизонтально фокусирующие брэгговские или лауэ-брэгговские конфигурации становятся более эффективными с увеличением

энергии, а их полоса пропускания может быть адаптирована к потребностям эксперимента. При брэгговском отражении рентгеновский луч проходит только расстояние, равное длине экстинкции в плоском кристалле, в то время, как вся толщина изогнутого кристалла может быть эффективной. Это приводит к впечатляющему увеличению отражающей способности. В настоящее время наилучшие результаты могут быть достигнуты только опытными пользователями, но ожидается, что эта ситуация изменится в ближайшем будущем, когда инструменты будут использоваться более регулярно. Во многих приложениях требуется непрерывная перестройка монохроматоров, что потребует разработки сложных систем кодирования и обратной связи.

1.3.2 Кристалл-спектрометры, работающие в сверхъярких пучках современных источников излучения

Дифракция на изогнутом кристалле преобразует энергетический спектр импульса в угловой спектр дифрагированных волн. Изогнутые кристаллы используются для увеличения эффективности спектрометра при сборе фотонов. Этот подход был реализован в спектроскопии дисперсионного поглощения синхротронного излучения [87]. Каждая длина волны в исходном полихроматическом высококоллимированном рентгеновском импульсе, падающем на изогнутый кристалл, находит положение на кристалле, где закон Брэгга выполняется для данной длины волны и дифрагирует для соответствующего угла Брэгга. Исследуемый образец помещается в фокус установки, и проходящие спектры проецируются на рентгеновскую пленку. Этот метод позволяет получать ближнекраевые и EXAFS-спектры поглощения значительно быстрее, чем поточечное сканирование энергии монохроматора. Типичная схема кристалл-спектрометра в геометрии на отражение представлена на рисунке 10.

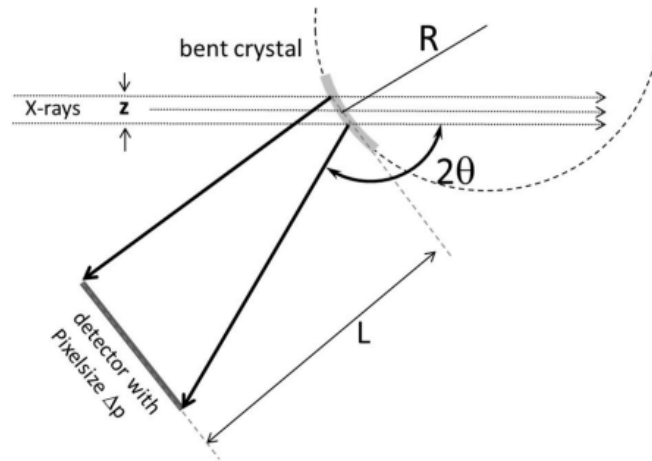


Рисунок 10. Эскиз геометрии рассеивания изогнутым кристаллом с указанием размера рентгеновского пучка z , радиуса изгиба R , расстояния до детектора L и угла рассеяния 2θ .

Энергия каждого дифрагированного луча в основном определяется углом дифракции 2θ . Спектральная ширина падающего на изогнутый кристалл рентгеновского пучка будет зависеть от угла Брэгга, диаметра рентгеновского пучка и радиуса кривизны, и может быть рассчитана по формуле [88]:

$$\frac{\Delta E_g}{E} = \frac{z \cos \theta}{R \sin^2 \theta}, \quad (13)$$

где z – диаметр рентгеновского пучка, R – радиус кривизны пластины, E – энергия излучения, ΔE_g – спектральная ширина в абсолютных единицах, θ – угол Брэгга.

Несколько спектрометров на изогнутых кристаллах были построены и испытаны на источниках XFEL [88–90], в то время как Makita et. al. [91] и Kujala et al. [92] использовали лучи, отклоняемые линейными решетками, для дальнейшей дифракции на изогнутых кристаллах.

Чтобы разрешить весь спектр импульса, радиус изгиба необходимо выбрать таким, чтобы каждая длина волны в спектре нашла положение на искривленном кристалле, где выполняется условие Брэгга. Условия Брэгга,

соответствующие ширине спектра до 100 эВ, должны выполняться в пределах пространственной ширины рентгеновского импульса, которая у источников РЛСЭ меньше 1 мм. Для этого требуются радиусы изгиба порядка 10 см. В цитированных работах использовались радиусы изгиба от 5 до 30 см. Практический предел толщины изгибаемого кристалла исходит из необходимости достижения таких малых радиусов изгиба. В упомянутых выше работах использовались кремниевые пластины толщиной 10 мм или алмазные пластины толщиной 20 мм в ориентациях 110 и 111. Важной величиной, описывающей характеристики спектрометра, является спектральное окно визуализации. В результате отпечаток брэгговско-отраженного рентгеновского излучения меняет свою локализацию на пиксельном детекторе. В работе [93] интенсивность отражения уменьшается, когда энергия фотона выходит за пределы окна формирования изображения. На рисунке 11 представлено положения спектральных линий на пиксельном детекторе в зависимости от номинальной энергии фотона монохроматора (смещение $(x - x_0)$ пиковой отражательной способности как функции энергии фотона) для спектрометров с радиусами 0,15 м и 0,3 м. Зависимости для обоих спектрометров могут быть хорошо аппроксимированы линейной функцией. Тангенс угла наклона прямой линии представляет собой линейную скорость дисперсии, зависящую от радиуса кривизны.

В работе [94] сообщается о прямом сравнении алмазного спектрометра с его кремниевым аналогом в экспериментах, проведенных на источнике когерентного света (Linac Coherent Light Source). На рисунке 12 сравниваются интегральные спектры одиночного импульса, измеренные по разным отражениям: $C^*(220)$, $Si(220)$ и $Si(440)$. Отчетливо видна меньшая разрешающая способность спектрометра $Si(220)$ по сравнению с $C^*(220)$, как показано на рис. 12 (а). С другой стороны, разрешения сравнимы для случая $C^*(220)$ и $Si(440)$, что видно на рисунке 12 (б).

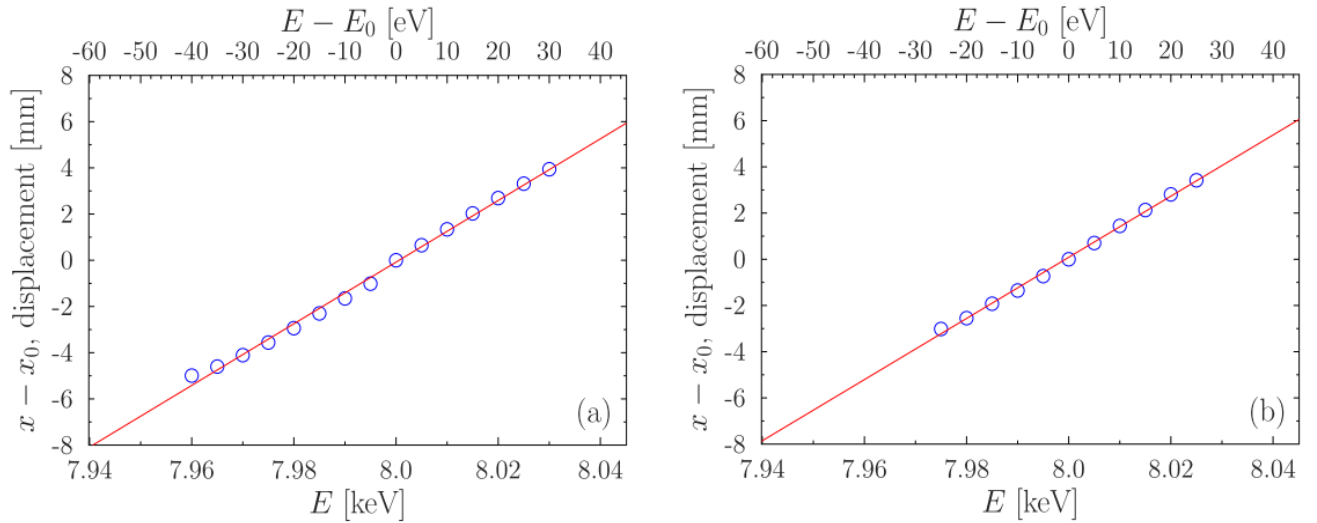


Рисунок 11. Смещение ($x - x_0$) пиковой отражательной способности как функции энергии фотона. Спектрометры с радиусами (слева) $R_1 = 0,15$ м, (справа) $R_2 = 0,3$ м.

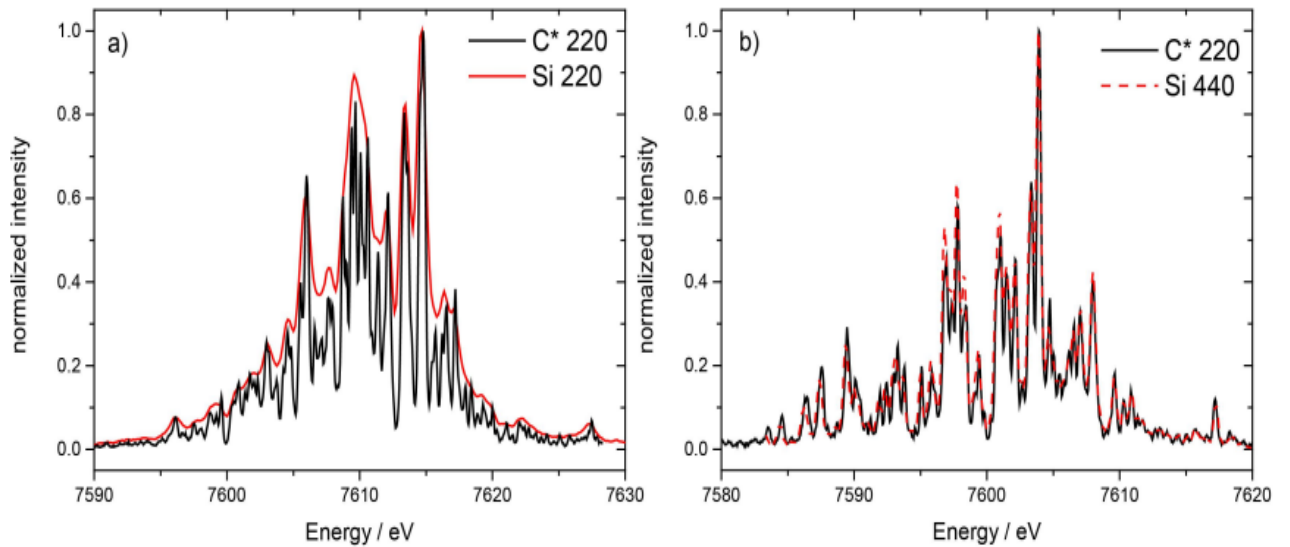


Рисунок 12. (а) Спектры одиночных импульсов для $C^*(220)$ и $Si(220)$ и (б) для спектрометров $C^*(220)$ и $Si(440)$.

Для отражения $C^*(220)$ было зафиксировано энергетическое разрешение несколько лучше, чем для $Si(440)$. Оба спектрометра полностью покрывают и разрешают спектральную тонкую структуру (пики) всего спектра SASE. Однако спектрометр $C^*(220)$ достиг этих результатов при установке в вакууме, что

является дополнительным преимуществом. $C^*(440)$ был протестирован при более высокой энергии фотонов, обеспечивающей возможность сверхвысокого разрешения (~ 100 мэВ или меньше).

Оценка разрешающей способности и сравнение спектрометров на основе сильно изогнутых монокристаллов кремния и алмаза (радиус изгиба 10 см и менее) были проведены в работе [17]. Показано, что угловое распределение интенсивности, дифрагированной на изогнутом кристалле и проинтегрированной по длительности импульса, определяется сверткой спектра падающего рентгеновского импульса с функцией разрешения спектрометра на изогнутом кристалле. Этот результат не зависит от степени временной когерентности. Разрешающая способность спектрометра с изогнутым кристаллом управляется двумя параметрами. Одним из параметров является отношение d/D шага решетки выбранного отражения к толщине изогнутого кристалла. Это соотношение является наилучшим достижимым разрешением, $\frac{\Delta E}{E} = \frac{d}{D}$. Например, для отражения $C^*(220)$ толщины кристалла 40 мкм может быть достигнуто разрешение $\frac{\Delta E}{E} = 3 \times 10^{-6}$. Эти результаты позволяют оптимизировать параметры спектрометров на изогнутых кристаллах для импульсов излучения РЛСЭ.

Таким образом, современные источники синхротронного излучения нуждаются в кристалл-спектрометрах на основе монокристалла алмаза, который почти по всем своим характеристикам превосходит кремний.

1.3.3 Рентгеновские зеркала

Рентгеновские зеркала практически не используются в лабораторных условиях, так как они эффективно работают только с параллельными пучками. Действие рентгеновских зеркал основано на эффекте полного внешнего отражения рентгеновских лучей от поверхности. Это явление обусловлено тем, что, как правило, диэлектрическая проницаемость большинства материалов

меньше единицы, и вакуум является оптически более плотной средой. Показатель преломления n описывается комплексной функцией от амплитуд рассеяния [95]:

$$n = 1 - \delta - i\beta, \quad (14)$$

Где δ для веществ, состоящих из разных атомов, определяется:

$$\delta = \frac{\lambda^2 r_e}{2\pi} \sum_{atoms} (Z_k + f'_k) N_k, \quad (15)$$

где, Z_k – номер в периодической таблице элементов для атома сорта k , r_e – классический радиус электрона, N_k – число атомов типа k в единице объема, λ – длина волны.

Критический угол полного внешнего отражения рентгеновских лучей θ_c определяется как:

$$\cos\theta_c = 1 - \delta \quad (16)$$

Коэффициент отражения для мягкого рентгеновского излучения близок к единице, если угол скольжения θ не превышает критического угла $\theta_c = \sqrt{\delta}$ [96].

Коэффициент отражения электромагнитной волны от поверхности описывается формулами Френеля. Согласно условию $\theta_c = \sqrt{\delta}$, зеркало, установленное под таким углом к падающему лучу, будет отсекают длины волн, для которых критический угол меньше или полностью отражает длинноволновую часть спектра. Так как максимальная апертура зеркала не может превышать θ_c , есть стимул делать зеркала с тяжелыми элементами, чтобы максимизировать критический угол. К сожалению, большинство материалов, которые можно обработать до необходимой формы, состоят из легких элементов или имеют низкую плотность (например, медь, кремний, карбид кремния, кремнезем и различные стекла). Так как работоспособность зеркал определяется поверхностным слоем толщиной порядка 100 ангстрем, то можно покрыть зеркало тяжелым элементом, например, платиной.

В таблице 2 представлены критические углы для рентгеновских лучей с энергией 10 кэВ при 50% отражении для некоторых материалов.

Таблица 2.

Материал	Кремний	SiO ₂	Медь	Золото	Платина
θ_c (°)	0.1817	0.1812	0.3149	0.4407	0.4623

Для сферических и цилиндрических зеркал разрешение D в основном определяется значениями аберраций D_{ab} [97]:

$$D = (D_{diff}^2 + D_{ab}^2)^{1/2} \quad (17)$$

$$D_{ab} = \frac{(3M+7)L^2}{(2M+2)R} + SL/R\sin\theta \quad (18)$$

$$\frac{1}{p} + \frac{1}{q} = \frac{2}{R\sin\theta} = \frac{1}{f}, \quad (19)$$

где L — площадь зеркала вдоль оптической оси, освещаемой рентгеновскими лучами, S — поле зрения, p — расстояние от объекта до центра зеркала, q — расстояние от центра зеркала до плоскости изображения, M — увеличение зеркала ($M = q/p$), R — радиус кривизны зеркал в плоскости меридиана, θ — угол скольжения, f — фокусное расстояние.

При одном отражении велико возникновение оптических аберраций, и можно получить только одномерную фокусировку. Поэтому в современных устройствах используют схему по Кирпатрику-Баезу: отражение от нескольких скрещенных цилиндрических или сферических зеркал (рис. 13) [98]. Более подробное описание рентгеновских зеркал можно найти в работах [99–101].

Идея использования алмазов в качестве рентгенооптических элементов в современных источниках рентгеновского излучения на базе ускорителей была предложена в начале 1990-х гг [6, 7].

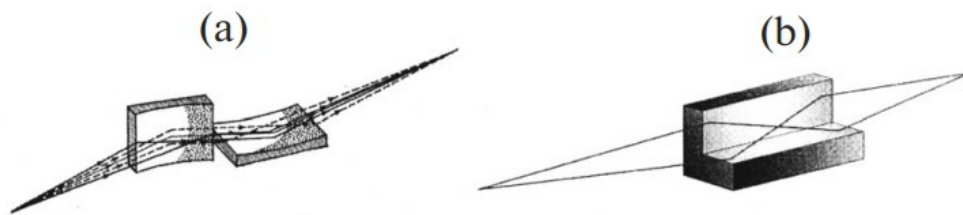


Рисунок 13. Схема классической (а) и конфокальной (б) оптики.

Системы Киркпатрика-Баеза.

В работе [11] было показано прямыми измерениями, что синтетические, почти бездефектные кристаллы алмаза отражают более 99% жесткого рентгеновского излучения (рис. 14).

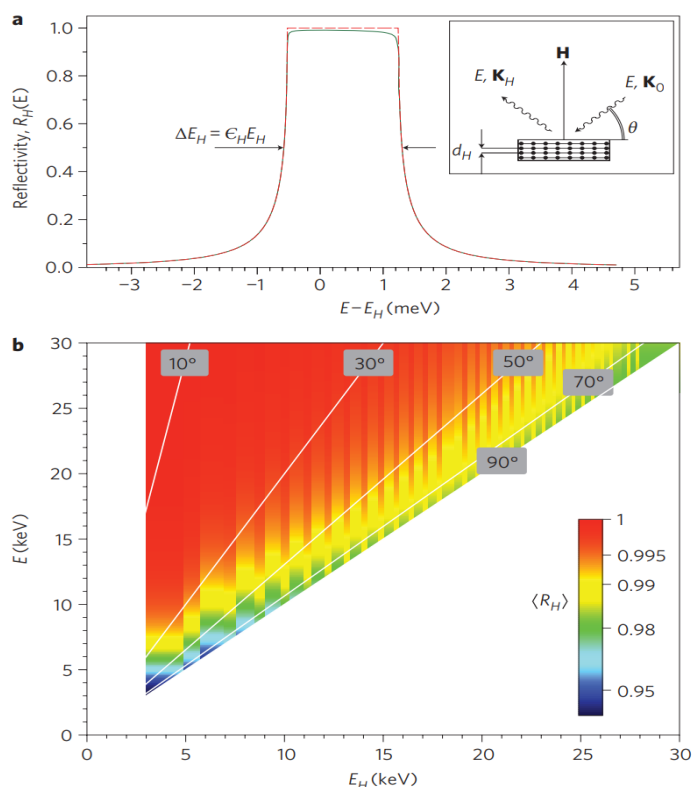


Рисунок 14. Диаграмма дифракции рентгеновских лучей по Брэггу, коэффициент отражения рентгеновских лучей по Брэггу от толстого кристалла алмаза и цветовая карта усредненных коэффициентов отражения Брэгга для всех разрешенных отражений Брэгга и энергий фотонов.

1.4 Выводы по главе 1

Алмаз показывает рекордные показатели в качестве элемента рентгеновской оптики в условиях высоких мощностей современных источников. Отработанная методика по выращиванию монокристаллов алмаза при высоком статическом давлении методом «температурного градиента» позволяет получать монокристаллы действительно высокого структурного совершенства. Алмаз уже активно применяют в качестве алмазных фазовых пластинок с пропусканием по Брэггу, брэгговских высоко-отражающих зеркала, монохроматорах для XFEL, работающих в режиме самоотбора, монохроматорах сверхвысокого разрешения для неупругого рассеяния рентгеновских лучей и монохроматорах с мультиплексированием пучка для XFEL. Также было продемонстрировано прямыми измерениями, что синтетические, почти бездефектные кристаллы алмаза отражают более 99% жесткого рентгеновского излучения. Существует множество прецизионных неразрушающих методов исследования структуры веществ, позволяющих в совокупности провести подробный анализ изогнутого монокристалла алмаза.

Мотивацией для выполнения работ описанных в следующих 3 главах послужило отсутствие детальной информации о дифракционных и упругих свойствах тонких изогнутых алмазных пластин. Особенно это касается использования их в качестве элементов фокусирующей дифракционной рентгеновской оптики, работающей в геометрии на просвет. Ранее такие работы не проводились.

Глава 2. УПРУГИЕ СВОЙСТВА АЛМАЗНЫХ ПЛАСТИН ТРЕУГОЛЬНОЙ ФОРМЫ

2.1 Применение основных уравнений чистого изгиба к монокристаллам алмаза треугольной формы

Достижение чистого изгиба, в пределах которого изгибающий момент имеет постоянное значение ($M=\text{const}$), а поперечная сила отсутствует ($Q=0$) является важным фактором при конструировании рентгенооптического элемента. В физике сплошных сред с помощью эксперимента было установлено, что если нанести на боковую поверхность бруска ортогональную сетку в виде продольных и поперечных прямых, то после деформирования на участке чистого изгиба продольные прямые принимают криволинейное очертание, а поперечные остаются прямыми. При этом сетка остается ортогональной. Отсюда делается вывод, что угловые деформации в плоскости изгиба отсутствуют, а поля упругих напряжений распределены равномерно в продольных слоях. Также из экспериментов были выявлены две гипотезы: 1) Поперечные сечения балки, плоские до деформации, остаются плоскими и ортогональными к нейтральному слою после деформации (Гипотеза Я. Бернулли), 2) Взаимное давление между продольными слоями отсутствует. Из этих гипотез следует, что при чистом изгибе в тензоре напряжений не равна нулю только одна компонента, соответствующая направлению вдоль бруска. Такого изгиба не просто добиться, необходима особая система нагрузок, приложенных к торцам. Проще реализуется поперечный изгиб вертикальным приложением силы F , при котором под действием произвольных поперечных нагрузок в сечении балки действуют не только нормальные, но и касательные напряжения, равнодействующей которых является поперечная сила. При этом нарушается гипотеза Бернулли. Но, как было показано в работе [102], форма равнобедренного треугольника оптического элемента, при приложении нагрузки в вершину, позволяет получить чистый изгиб без седлообразного прогиба. Следовательно, необходимо иметь теоретическое представление о связи уравнений чистого изгиба анизотропного

тела с упругодеформированной треугольной алмазной пластиной, деформированной точечным приложением силы.

Рассмотрим кристаллический брусок с переменным поперечным сечением, площадь которого линейно убывает при удалении от его закрепленного конца. Пластина имеет линейные размеры: длина c , ширина в месте закрепления a_0 , и толщина b . Свяжем с пластиной специальную, не кристаллофизическую, систему декартовых координат $OX_1'X_2'X_3'$, орты обозначим через \mathbf{q} , \mathbf{m} , \mathbf{n} соответственно (рис. 15). К торцу X_1' приложена вертикальная сила $\mathbf{F} = kx_3' \mathbf{q}$.

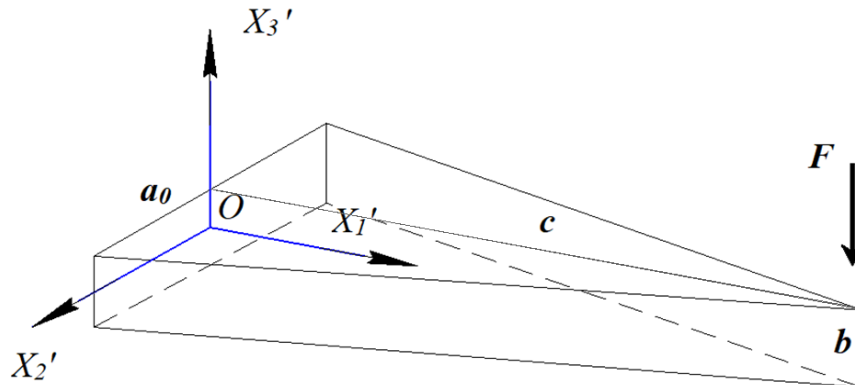


Рисунок 15. Точечное приложение силы к вершине кристалла треугольной формы.

Поперечный размер плоской треугольной пластины изменяется по линейному закону:

$$a = a_0 \left(1 - \frac{\xi}{c}\right), \quad (20)$$

где a_0 – поперечный размер закрепленного основания, c – расстояние от основания до вершины треугольника, ξ – координата сечения в направлении биссектрисы треугольника.

Один конец пластины $X_1'=0$ закреплён, а другой $X_1'=c$ свободен. Изгибающий момент M изменяется линейно вдоль направления биссектрисы, от 0 в точке приложения силы, до максимума в жестко закреплённом основании по закону:

$$M = \iint_S [\mathbf{r} \times \mathbf{F}] ds = \iint_S x_3' \mathbf{n} \times x_3' \mathbf{q} dx_2' dx_3' = \frac{1}{6} k b^2 a_0 \left(1 - \frac{\xi}{c}\right) \mathbf{m}, \quad (21)$$

где k – константа, определяющая упругие свойства материала, $\mathbf{n} \times \mathbf{q} = \mathbf{m}$.

Определим тензор напряжений, удовлетворяя уравнениям упругого равновесия с учетом граничных условий через величину изгибающего момента, используя формулу (5):

$$\sigma = \frac{6M}{b^2 a_0} \left(1 - \frac{\eta}{l}\right) x_3' \mathbf{q} \mathbf{q}, \quad (22)$$

где, η – координата слоя, относительно нейтрального, l – координата элемента балки длиной dl .

В лабораторной декартовой системе координат не равна нулю лишь одна его компонента, а именно $\sigma_{xx} \neq 0$, $\sigma_{yy} = \sigma_{zz} = \tau_{xy} = \tau_{yz} = \tau_{zx} = 0$. При малых деформациях нормальное напряжение $\sigma(l, \eta)$ в каждом слое выделенного участка пропорционально величине изменения его длины, следовательно, напряжение будет линейно меняться при удалении от некоторого нейтрального слоя.

Изгиб кристалла характеризуется постепенным изменением компоненты φ_2' – вектора малых вращений при продвижении вдоль бруска; изгиб $\psi = \frac{\partial \varphi_2'}{\partial x_1'}$. Тензорное поле должно удовлетворять определенным условиям. По определению [103]:

$$Rot \epsilon_{ij} = \delta_{ikl} \frac{\partial \epsilon_{lj}}{\partial x_k}, \quad (23)$$

тогда для рассматриваемого случая имеем:

$$\begin{aligned}
Rot\varepsilon_{21} &= \delta_{2kl} \frac{\partial \varepsilon_{l1}}{\partial x_k} = \delta_{21l} \frac{\partial \varepsilon_{l1}}{\partial x_1} + \delta_{22l} \frac{\partial \varepsilon_{l1}}{\partial x_2} + \delta_{23l} \frac{\partial \varepsilon_{l1}}{\partial x_3} \\
&= \delta_{211} \frac{\partial \varepsilon_{11}}{\partial x_1} + \delta_{221} \frac{\partial \varepsilon_{11}}{\partial x_2} + \delta_{231} \frac{\partial \varepsilon_{11}}{\partial x_3} + \delta_{212} \frac{\partial \varepsilon_{21}}{\partial x_1} + \delta_{222} \frac{\partial \varepsilon_{21}}{\partial x_2} \\
&\quad + \delta_{232} \frac{\partial \varepsilon_{21}}{\partial x_3} + \delta_{213} \frac{\partial \varepsilon_{31}}{\partial x_1} + \delta_{223} \frac{\partial \varepsilon_{31}}{\partial x_2} + \delta_{233} \frac{\partial \varepsilon_{31}}{\partial x_3}
\end{aligned}$$

т.к. $\delta_{\alpha\beta\gamma}$ – антисимметричный псевдо-тензор, то не равны нулю только $\delta_{231} \neq 0$, $\delta_{213} \neq 0$. Получаем:

$$\psi = \frac{\partial \varepsilon'_{11}}{\partial x'_3} - \frac{\partial \varepsilon'_{31}}{\partial x'_1} \quad (24)$$

Подставив в формулу (8) выражение $\varepsilon'_\lambda = \frac{6M}{b^2 a_0} S'_{\lambda 1} x'_3$, для компонент тензора деформаций имеем:

$$\psi = \frac{3S'_{11}}{a_0 b^2} M \quad (25)$$

Отношение $D=M/\psi$ называют жесткостью бруска на изгиб. Модуль Юнга $1/S'_{11}$ в направлении длины бруска определится как:

$$S'_{1111} = a_{1i} a_{1j} a_{1k} a_{1l} S_{ijkl}, \quad (26)$$

где a_{ij} – матрица поворота. Зная направления основных кристаллографических осей исследуемого кристалла, можно рассчитать модуль Юнга в произвольном направлении.

2.2 Эксперимент по статическому нагружению тонких монокристаллических алмазных пластин

Чистый изгиб тонкой алмазной пластины осуществляется с помощью специально разработанной конструкции (рис. 16 б). Для изгиба использовалась пластина треугольной формы из структурно совершенного монокристалла алмаза с ориентацией поверхности (110). Толщина пластины составляла 40 мкм,

что позволило изменять радиус кривизны в пределах от 1 м до 5 мм. Изгиб пластины в держателе производится с помощью смещения ползунка клиновидной формы, изготовленного из монокристаллического алмаза. Треугольная пластина жестко крепится к основанию, изготовленному из поликристаллического алмаза, с помощью натяжного графитового клина. Опорная основа, в которую крепится сам кристалл, изготавливалась из поликристаллического алмаза, выращенного методом химического осаждения из газовой фазы (CVD). Основание содержит треугольное окно для рентгеновских лучей, направляющего ползунка, который изгибает кристалл, позиционных штифтов для ограничения бокового положения сгибаемого кристалла. Плита и кристалл прикреплены к основанию с помощью Т-образной рамы и графитового зажимного клина. Клинья изготовлены из графита, так как он мягче алмаза и лучше подходит для затягивания сборочных компонентов. Для сопоставления величины смещения вершины треугольной пластины в вертикальном направлении, осуществляемого с помощью ползунка, с величиной нагрузки, которая приводит к такому же смещению, использовался твердомер НАНОСКАН 4D (рис. 16а) [104]. Фактически выполнялась калибровка зависимости смещений от величины приложенных нагрузок. Опорная основа с кристаллом закреплялась на предметном столике с помощью фенил салицилата (салол). После разогревания последнего до температуры 39⁰С вещество затекало под поликристаллический держатель, где оно остывало и кристаллизовалось. Далее проводилась общая калибровка. Трансляторы обычно калибруются по штангенциркулю, емкостные датчики – с помощью интерферометра и конфокальных монохроматических перьев, а нагрузка – по весам или с помощью набора гирь. Калибровка позиционирования острия наконечника проводилась по его отпечатку в мягкий пластичный материал.

Подвод индентора при нагружении выполнялся вертикальным транслятором (рис. 16 с). Точность позиционирования контролировалась благодаря шаговому двигателю с редуктором.

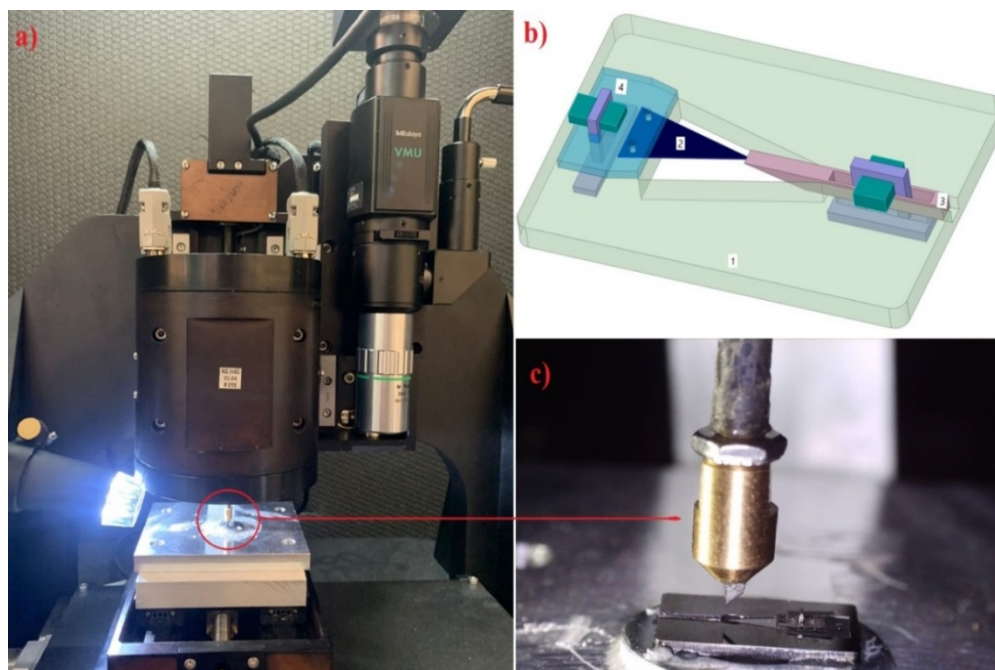


Рисунок 16. а) Устройство для определения значений нагрузки на вершину пластины в зависимости от величины смещения индентора. б) Конструкция для цилиндрического изгиба алмазной пластины. 1 – основание из поликристаллического алмаза. 2 – алмазная пластина треугольной формы. 3 – графитовый клин для изгиба пластины. 4 – детали из алмаза для крепления пластины к основанию. с) Увеличенное изображение индентора.

В процессе нагружения задавалась величина смещения, а расстояние, на которое сместился индентор (d_{indenter}), равнялось разнице смещений штока ($d_{\text{translator}}$) и вершины треугольной пластины (d_{sample}), т.е. определялась как:

$$d_{\text{indenter}} = d_{\text{translator}} - d_{\text{sample}} \quad (27)$$

Сила, прикладываемая к образцу, вычислялась по формуле:

$$F_{\text{sample}} = d_{\text{indenter}} * S_{\text{indenter}}, \quad (28)$$

где S_{indenter} – коэффициент жесткости штока.

Воздействие на вершину пластины осуществлялось с помощью специально изготовленного алмазного индентора, скошенного под углом 45

градусов и запрессованного в латунный держатель (см. рис. 17). При такой геометрии индентора нагружение постоянно осуществляется в одну точку – вершину треугольной алмазной пластины.

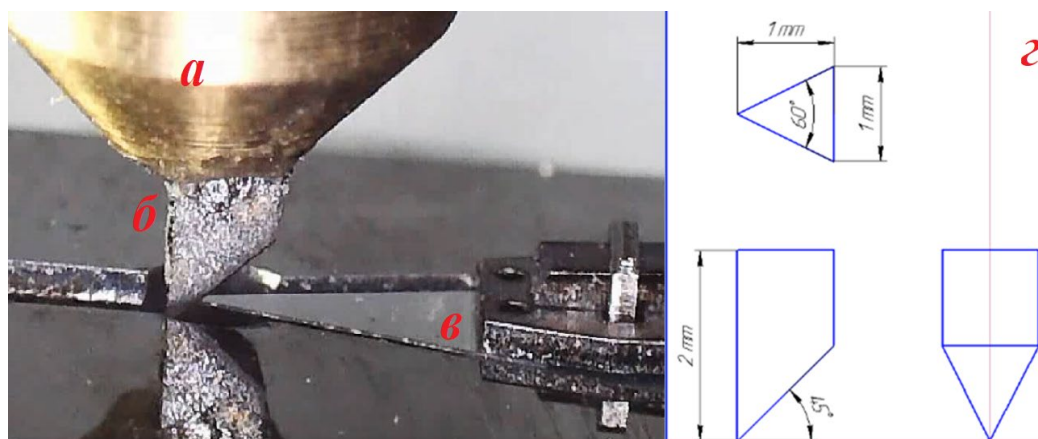


Рисунок 17. Латунный держатель (а), запрессованный скошенный алмазный индентор (б), треугольная алмазная пластина (в), чертеж геометрии индентора (г).

Результаты зависимости нагрузки от деформации представлены на рисунке 18.

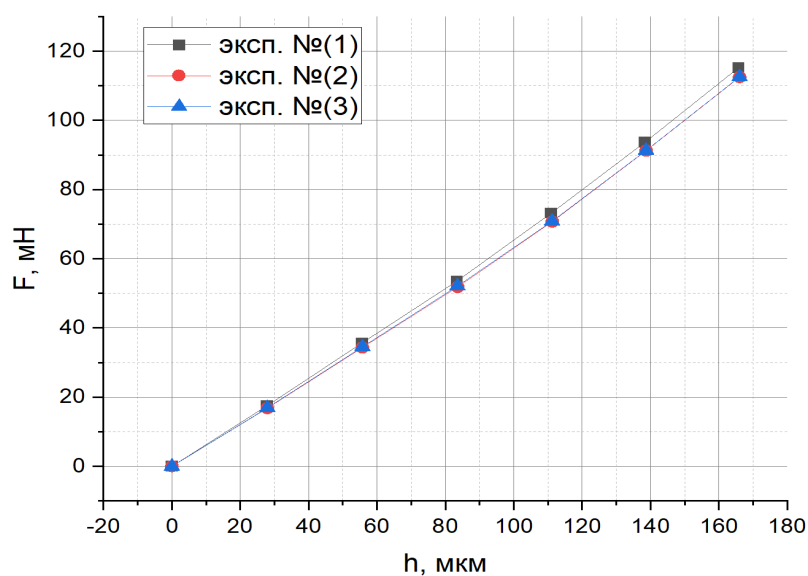


Рисунок 18. График зависимости нагрузки от деформации.

В процессе нагружения кристалла и его деформации индентор за счет скольжения смещается относительно первоначальной точки. Поэтому было рассчитано, как должен двигаться индентор по осям Z и Y , чтобы нивелировать это скольжение. Также в процессе нагружения на каждом этапе происходит разложение силы, действующей на кончик кристалла (рис. 19). Эти разложения были учтены и скорректированы в дальнейших расчетах.

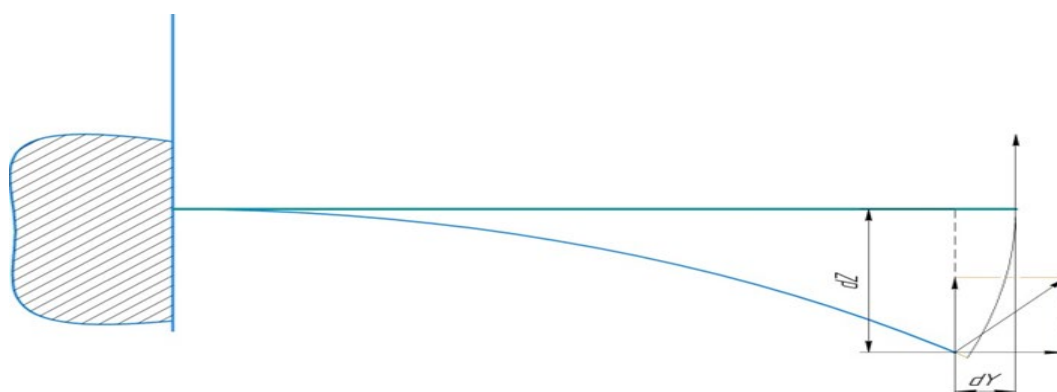


Рисунок 19. Разложение силы, действующей на острие монокристалла алмаза в процессе нагружения.

Усредненные результаты по серии экспериментов представлены в сводной таблице 3.

Таблица 3. Усредненные результаты по серии экспериментов

Среднее смещение, мкм	Средняя нагрузка, мН	Абсолютная погрешность	%
27.92	16.78	0.098	0.589
55.75	34.37	0.131	0.384
83.53	51.91	0.188	0.362
111.27	70.77	0.076	0.108
138.70	91.28	0.09	0.099
166.09	112.55	0.069	0.062

Для линии тренда зависимости усредненных результатов по серии экспериментов была выбрана линейная функция. На рисунке 20 отчетливо видно отклонение от линии тренда, которое связано с наличием сильного трения между кончиком треугольной алмазной пластины и контактной поверхностью индентора. Вследствие этого, при нагружении острие кончика пластины цеплялось в произвольные моменты времени, что вносило погрешность в значения величин сил нагружения. Полировка контактной поверхности индентора не принесла значительного улучшения.

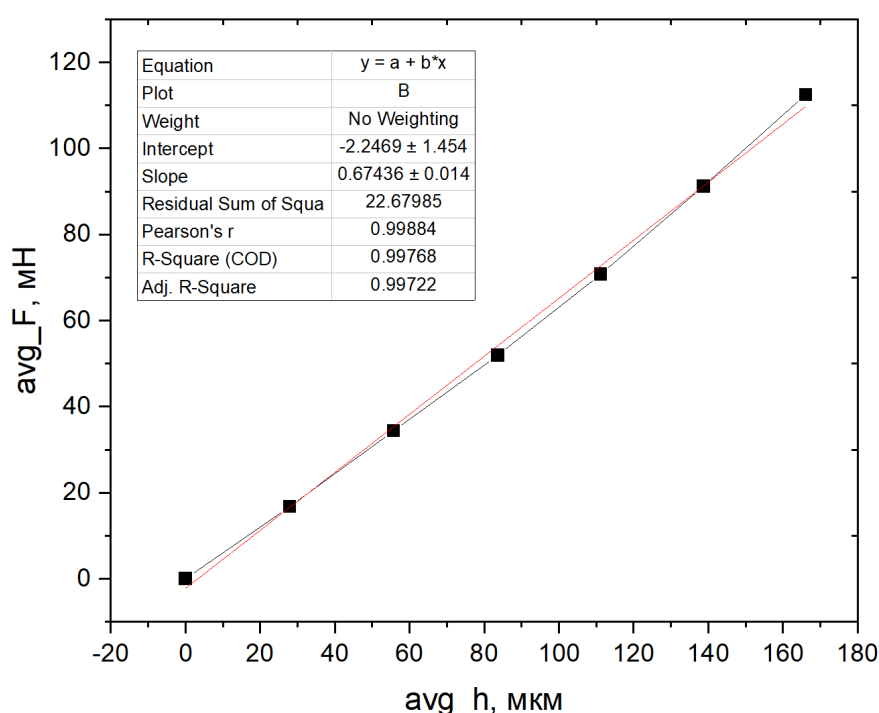


Рисунок 20. Отклонение от линейной зависимости усредненных результатов эксперимента по статическому нагружению.

2.3 Расчет полей упругих напряжений, основанный на решении осесимметричных задач контактного взаимодействия

Расчет полей упругих напряжений в объеме и на поверхностях пластины проводился с использованием программы конечно-элементного анализа Ansys. При расчетах учитывались физические свойства материалов, используемых в

конструкции для чистого изгиба тонкой алмазной пластины треугольной формы. Входными параметрами для моделирования служили граничные условия контакта алмазной пластины заданной толщины с крепежными элементами, значения экспериментальных смещений индентора, геометрические формы элементов конструкции и др. Шероховатость поверхности пластины не принималась в расчет ввиду малого ее значения ~ 0.5 нм [105].

В качестве упругой характеристики алмаза была выбрана ортотропная модель. Модули Юнга и коэффициенты Пуассона задавались по трем основным кристаллографическим направлениям $(110) - X_1'$, $(001) - X_2'$, $(1\bar{1}0) - X_3'$ (см. рис. 4). Модуль Юнга определялся по формуле [103]:

$$E^{-1}(\bar{q}) = S_{ijkl}q_iq_jq_kq_l, \quad (29)$$

и в нашем случае $E^{-1}_{[110]}$ и $E^{-1}_{[001]}$ составили:

$$E^{-1}_{[110]} = \frac{1}{4}(2S_{11} + 2S_{12} + S_{44}), E^{-1}_{[001]} = S_{11},$$

а $\nu_{[001][1\bar{1}0]}$ и $\nu_{[110][1\bar{1}0]}$ - коэффициенты Пуассона для анизотропных тел определялись по формуле:

$$\nu(\bar{m}, \bar{q}) = -\frac{S_{ijkl}m_im_jq_kq_l}{S_{mprs}q_nq_pq_rq_s} \quad (30)$$

В нашем случае эти коэффициенты вычисляются следующим образом:

$$\nu_{[001][1\bar{1}0]} = -\frac{S_{12}}{2S_{11} + 2S_{12} + S_{44}}, \nu_{[110][1\bar{1}0]} = -\frac{2S_{11} + S_{12} - S_{44}}{2S_{11} + 2S_{12} + S_{44}}.$$

Значения упругих податливостей S_{11} , S_{12} , S_{44} были взяты из работы, в которой исследовались распространения объемных акустических волн в монокристалле алмаза для вычисления упругих констант и других характеристик упругости [106].

После задания характеристик материалов, используемых в модели, геометрия разбивается на сетку конечных элементов mesh. В качестве метода разбиения был выбран Hex dominant (на основе элементов-гексаэдров). Данное

разбиение наиболее благоприятно для моделей, состоящих из простых геометрических тел (см. рис. 21).

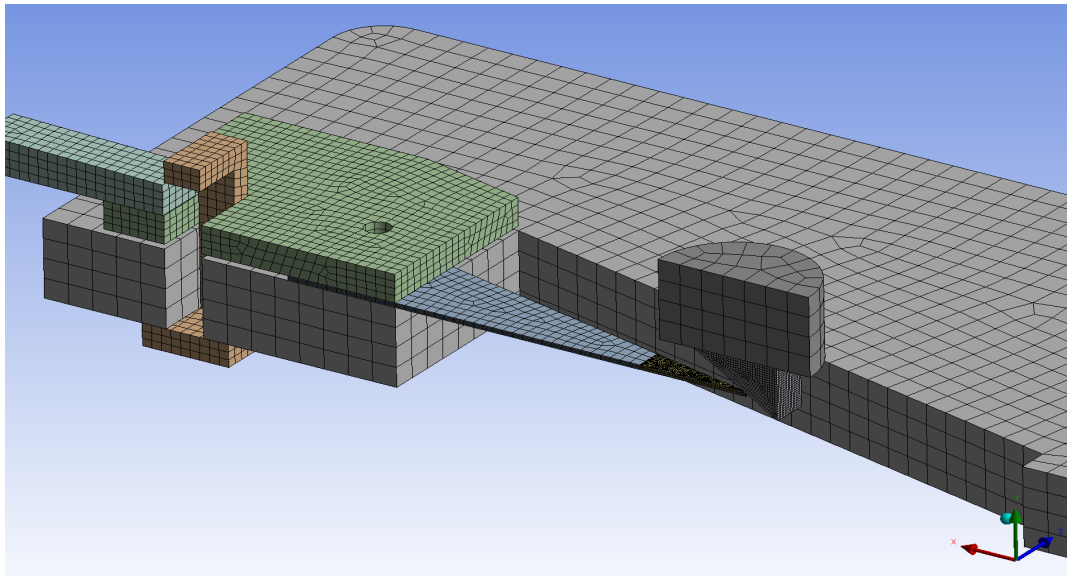


Рисунок 21. Разбиение исследуемой геометрии на конечные элементы в виде гексаэдров.

Каждый узел конечного элемента обладает координатами. При деформировании тела все его узлы, вообще говоря, смещаются относительно первоначального положения. Смещение определенного узла при деформировании изобразится вектором \mathbf{u} :

$$u_i = x'_i - x_i \quad (31)$$

Девять производных вектора смещений по координатам образуют нелинейный тензор деформации [107]:

$$e_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} + \sum_k \frac{\partial u_k}{\partial x_i} \frac{\partial u_k}{\partial x_j} \right) \quad (32)$$

Если рассмотреть конечный элемент, состоящий из 8 узлов, каждый из которых обладает тремя степенями свободы, то получается вектор-столбец смещения, состоящий из 24 компонент. Прикладывая, к примеру, растягивающую силу к

узлу конечного элемента, имеем зависимость (метод сопряженных градиентов) [108]:

$$\{F\}=[K]*\{U\}, \quad (33)$$

где, F – узловые силы и моменты, U – узловые смещения, K – матрица жесткости.

Отсюда можно найти узловые смещения, как $\{U\}=[K]^{-1}*\{F\}$. Как только вычисляются узловые смещения, программа рассчитывает деформации, а затем по закону Гука определяет упругие напряжения. Распределение полей упругих напряжений внутри конечного элемента производится путем интерполяции значений в узлах в соответствии с функцией формы. Для простоты выбирается полином:

$$v(x, y) = N_1(x, y)v_1 + N_2(x, y)v_2 + N_3(x, y)v_3 + N_4(x, y)v_4, \quad (34)$$

где $N_i(x, y)$ функция формы.

В дальнейшем для удобства применяют нормализованные координаты (r, s) [108]:

$$N_1(x, y) = \frac{1}{4}(1 - r)(1 - s)$$

$$N_2(x, y) = \frac{1}{4}(1 + r)(1 - s)$$

$$N_3(x, y) = \frac{1}{4}(1 + r)(1 + s)$$

$$N_4(x, y) = \frac{1}{4}(1 - r)(1 + s)$$

После построения сетки и указания граничных условий решались две симметричные задачи контактного взаимодействия, в одной из которых учитывался контакт алмазной пластины с основанием из поликристаллического

алмаза и графитового клина для ее фиксации, а во второй - контакт индентора твердомера с вершиной пластины (см. рис. 22)

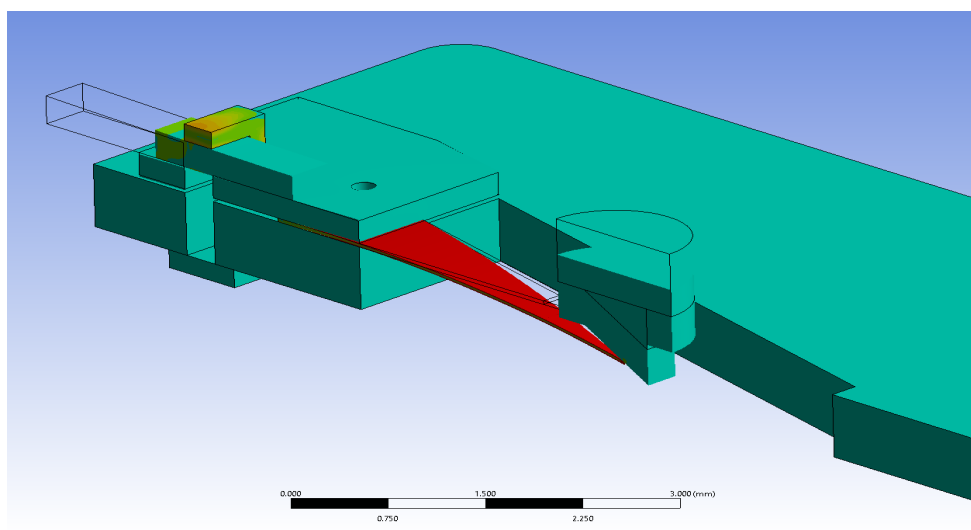


Рисунок 22. Общий вид распределения полей упругих напряжений в крепежных элементах и треугольной алмазной пластине, в разрезе вдоль биссектрисы треугольной пластины

Важно отметить, что усилие прижима пластины к основанию влияет на величины изгибающих моментов. Для решения второй задачи задавались усредненные величины экспериментальных смещений индентора по вертикали, и для каждого значения смещения рассчитывалась сила реакции. В итоге, отклонение прикладываемых нагрузок средних экспериментальных значений от модельных не превышало 3%.

После калибровки модели с экспериментом геометрия индентора заменялась ползунковым слайдером, благодаря которому можно зафиксировать деформированное состояние. Слайдеру задавалось такое значение горизонтального смещения, чтобы кончик треугольной алмазной пластины отгибался на максимальные 400 мкм по вертикальной оси, предусмотренные данной конструкцией. Как видно из рисунка 23, напряжения растяжения и сжатия достигают максимальных значений ~ 1.5 ГПа на противоположных поверхностях пластины. В радиальном направлении имеет место градиент

однородной деформации. Несмотря на большие абсолютные значения напряжений на поверхностях, они значительно ниже предела разрушения алмаза. Это позволяет избежать разрушения пластины с течением длительного времени под действием изменяющихся нагрузок. Кроме того, такая конструкция обеспечит стабильную работу в условиях воздействия значительных тепловых нагрузок. При этом радиус кривизны, измеренный с помощью оптического профилометра, составил 21 мм.

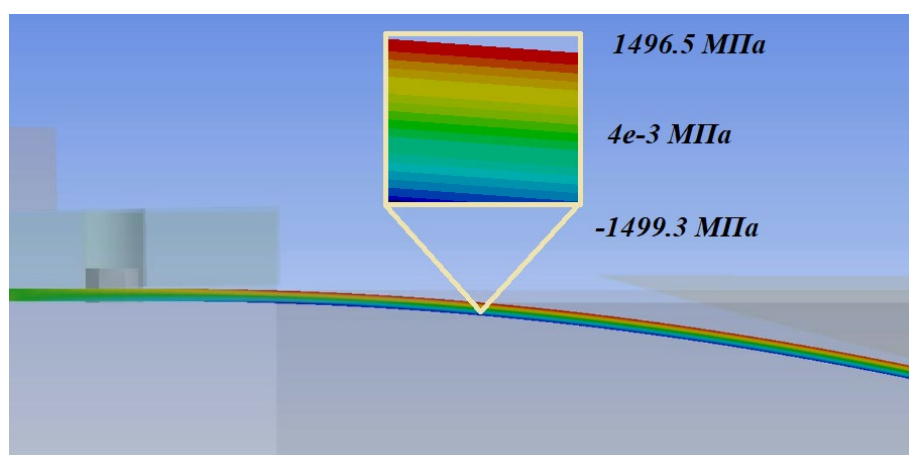


Рисунок 23. Распределение полей упругих напряжений в объеме алмазной пластины.

На рисунке 24 представлены результаты расчета максимальных значений упругих напряжений для нормальных и сдвиговых компонент тензора напряжений. Расчеты подтверждают правомерность допущения о неравенстве нулю лишь одной компоненты σ_{xx} тензора, что и должно иметь место при цилиндрическом (чистом) изгибе. Ввиду малости величин компонент тензора напряжений можно ими пренебречь $\sigma_{yy}=\sigma_{zz}=\tau_{xy}=\tau_{yz}=\tau_{zx}=0$.

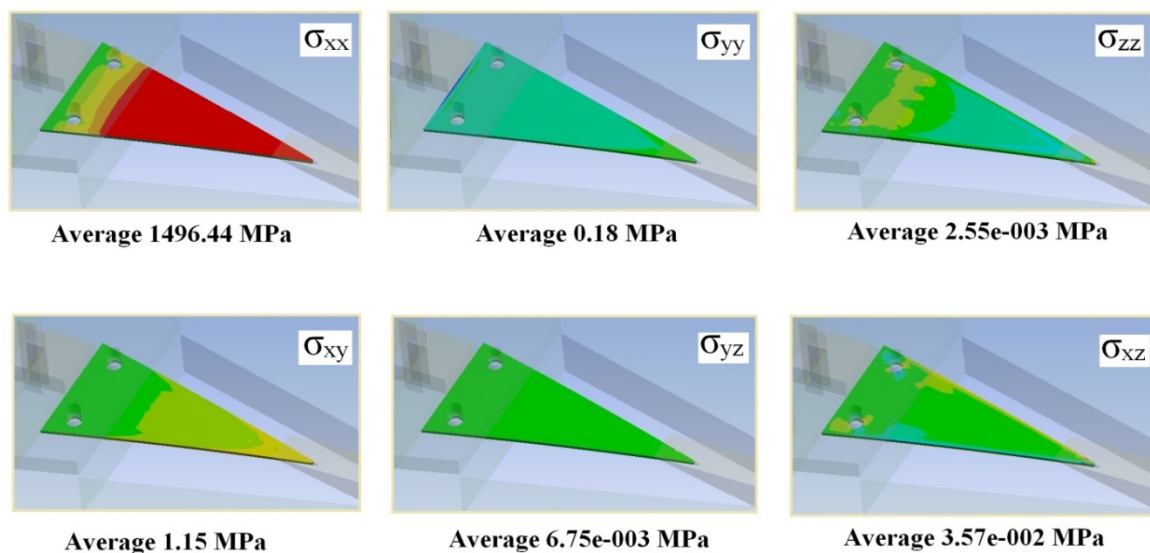


Рисунок 24. Результаты расчета максимальных значений упругих напряжений для нормальных и сдвиговых компонент тензора.

2.4 Результаты расчета величин допустимых деформаций в алмазах с большой кривизной изгиба

Простота и удобство разработанной конструкции, а также работа монокристалла алмаза в упругой области позволяют многократно без ощутимых усилий изменять в данном рентгенооптическом и дисперсионном модуле радиус кривизны в широком диапазоне. Однако возникает вопрос: как близки создаваемые деформации, предшествующие разрушению конкретных алмазных пластин при изгибе к теоретическим пределам прочности?

Механизм дислокационной пластичности, разработанный для металлов, плохо описывает поведение ковалентных кристаллов [109, 110]. Основное отличие заключается в том, что ковалентная связь обладает ярко выраженным свойством направленности (потенциальная энергия существенно зависит от изменения угла связи) [111]. В ковалентных кристаллах (таких как германий, кремний и алмаз) пластическая деформация, вызванная движением дислокаций,

наблюдается главным образом при температурах выше температуры Дебая [109, 112].

Пластическая деформация алмаза при комнатной температуре впервые наблюдалась в алмазной наковальне с высоким содержанием азота при давлении 170 ГПа [113], но о ее прочности не сообщалось. Известно ограниченное число исследований, в которых пластичность алмаза наблюдалась при комнатной температуре и одновременно проводились количественные измерения прочности [114–119]. Первоначально измерения путем вдавливания алмаза индентором, изготовленным из материала тверже алмаза (ультратвердый фуллерит), были проведены [114, 116, 118]. В частности, было показано, что для алмаза типа IIa, не содержащего азота, твердость H составляет 150–175 ГПа для граней (100) и (111) соответственно. Предел текучести можно было оценить по значению твердости (54 ГПа) [120, 121]. Полученное значение хорошо согласуется с прямым измерением максимального напряжения сдвига в 55 ГПа [122]. Модельные исследования (на основе первых принципов) зависимости напряжения сдвига от деформации показывают, что нестабильность решетки алмаза возникает почти сразу после достижения теоретического предельного напряжения сдвига. Скорее всего, это объясняет наблюдения за тем, что при сходных значениях критического напряжения сдвига в одних случаях наблюдается пластическая деформация, в то время как в других случаях происходит фазовый переход. Было оценено максимальное напряжение сдвига в 65–70 ГПа [123] на основе результатов эксперимента, когда сверхтвердый материал (с-ВМ) сжимался между алмазными наковальнями до давления около 200 ГПа. Однако, в последнем случае сферическая часть тензора напряжений была значительно выше, что вероятно привело к увеличению τ^* [124]. Таким образом, предел текучести алмаза при комнатной температуре, измеренный в различных экспериментах, составил 55 ГПа. Чтобы оценить прочность ковалентных кристаллов, Гилман разработал "химическую теорию подвижности дислокаций". В предлагаемой модели для материалов, образованных ковалентно связанными атомами, энергия активации дислокаций настолько высока, что

разница между теоретическим предельным напряжением сдвига и моделью дислокаций пластичности практически исчезает а пластическая деформация сопровождается разрывом связей. Для ковалентных кристаллов модель объясняет, в частности, линейную зависимость твердости от модуля сдвига в плоскости скольжения. В случае кристаллов с другим типом связей (металлы, ионные кристаллы) такая зависимость также существует, но она количественно отличается в 10-100 раз от твердости ковалентных кристаллов с теми же значениями модуля сдвига [125].

Интерес к модели Гилмана был сосредоточен на оценках прочности алмаза, которые составили $\tau^* = 54$ ГПа (напряжение сдвига, необходимое для перемещения дислокации) и были сопоставимы с теоретическим предельным напряжением сдвига. Действительно, модуль сдвига алмаза в плоскости (111) G_{111} был определен как:

$$G_{111} = \frac{3C_{44}(C_{11} - C_{12})}{4C_{44} + (C_{11} - C_{12})} \quad (35)$$

и был равен 507 ГПа ($C_{11} = 108$ ГПа, $C_{12} = 125$ ГПа и $C_{44} = 577$ ГПа). Таким образом, теоретическое предельное напряжение сдвига алмаза равно 51 ГПа и практически совпадает с напряжением, необходимым для перемещения дислокационного излома в алмазе.

В эксперименте по определению величин допустимых деформаций с помощью сканирующего нанотвердомера «НаноСкан-4D» в алмазах с большой кривизной изгиба исследовались пластины монокристалла алмаза Па (рис.25) с кристаллографическим направлением поверхности (110) и (111). Толщина исследуемых алмазных пластин составила ~ 23 мкм.

После формирования треугольной формы с помощью лазерной абляции регистрировались остаточные напряжения на торцах пластины. Для исключения раннего разрушения образцов остаточные напряжения на торцах снимались отжигом в атмосфере. Отжиг проводился в два этапа, один час при температуре 630°C и затем полчаса при температуре 650°C. Улучшение продемонстрировано

на рентгеновских снимках (см. рис. 26). Рентгеновскую съемку проводили на рентгеновском топографическом комплексе Rigaku XRT-100 с излучением $\text{AgK}_{\alpha 1}$. При исследовании образцов были запланированы 10 шагов по 100 мкм вдоль оси, перпендикулярной закрепленной пластине.

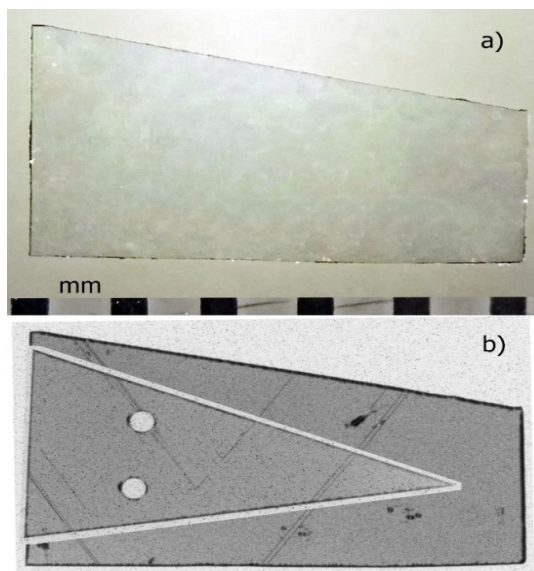


Рисунок 25. а) Оптическая фотография исходной алмазной пластины, б) два наложенных друг на друга рентгеновских изображения алмазной пластины до и после лазерной резки

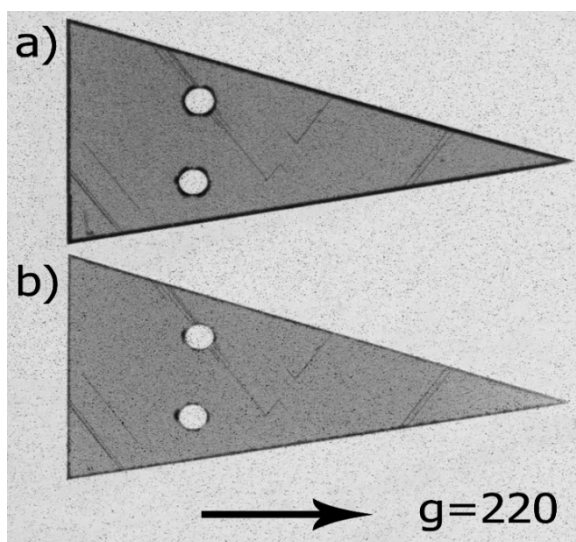


Рисунок 26. Рентгеновские снимки монокристаллической алмазной пластины а) до и б) после отжига

На рисунке 27 представлены графики зависимости нагрузки от времени для кристаллографических направлений (111) и (110), усредненные по трем экспериментам. Красным цветом отмечены значения силы в моменты смены направления перемещения наконечника для учета разложения силы и скольжения.

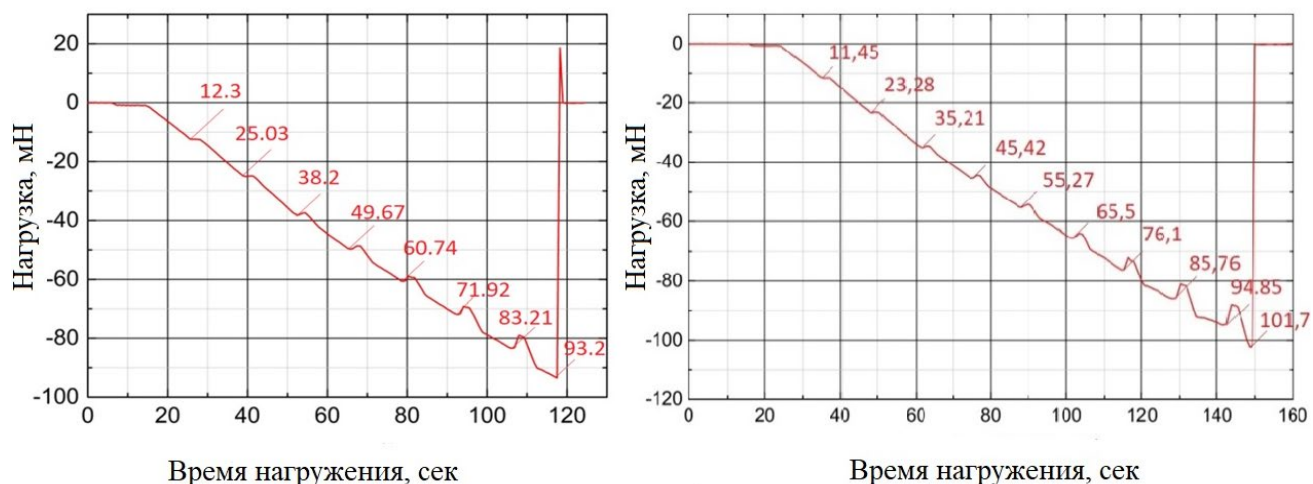


Рисунок 27. График зависимости нагрузки от времени для кристаллографического направления (111) (а) и (110) (б)

Модули Юнга составили 1198 ГПа для направления (111) и 1034 ГПа для направления (110). Экспериментальные разрушения наступили при средней величине деформации: у образцов (111) - 789 мкм, а у образцов (110) - 936 мкм. Как видно из рис. 27 разрушение пластин с кристаллографическим направлением (111) наступило раньше. Коэффициент жесткости, который определялся на основании экспериментальных смещений и величин нагрузок, в данном направлении выше, чем у образцов (110).

Рассчитанные значения напряжений, возникающих в процессе деформации, представлены на рисунке 28. Критические напряжения, при которых наступило разрушение образцов для (111) составило 2,49 ГПа, для (110) - 2,76 ГПа, при этом деформация составляет $\sim 0,23\%$. Представленные данные не определяют предел прочности алмаза.

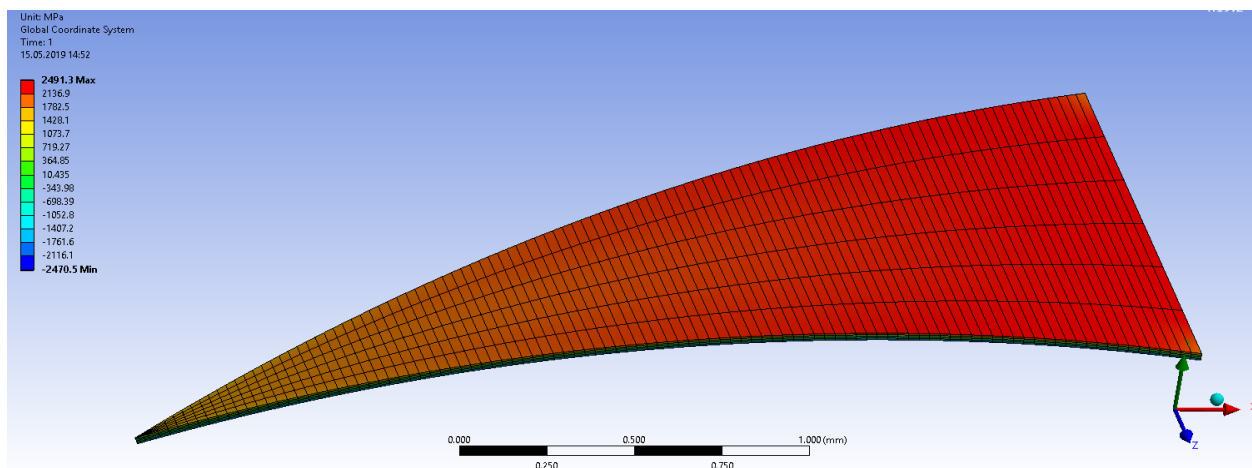


Рисунок 28. Возникающие критические напряжения при изгибе для алмаза (111)

Характер зависимости радиуса изгиба от вертикального смещения представлен на графике (см. рис. 29). Для направления (111) предельное значение радиуса равно 5, 6 мм, а для направления (110) - 4,5 мм.

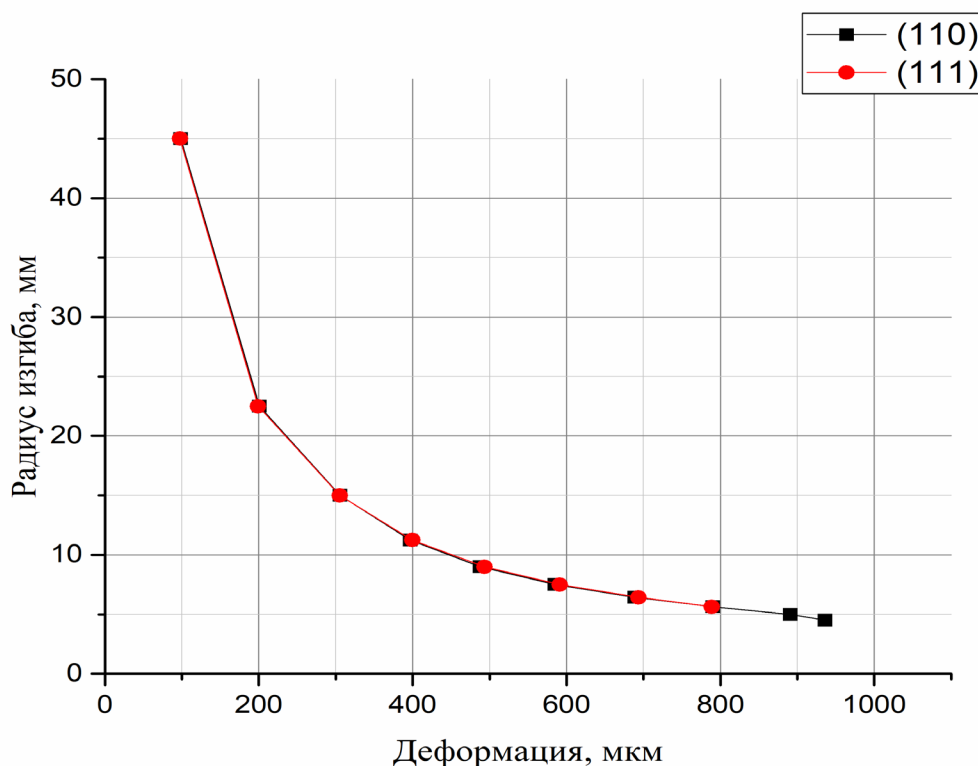


Рисунок 29. Зависимость радиуса изгиба от вертикального смещения

График зависимости механического напряжения в пластинах от деформации представлен на рисунке 30. Можно заметить, что крайняя точка для кристаллографического направления (111) не лежит на прямой линии. Она должна быть выше, то есть более 2,5 ГПа. Скорее всего, кристаллы разрушались до окончания шага нагружения.

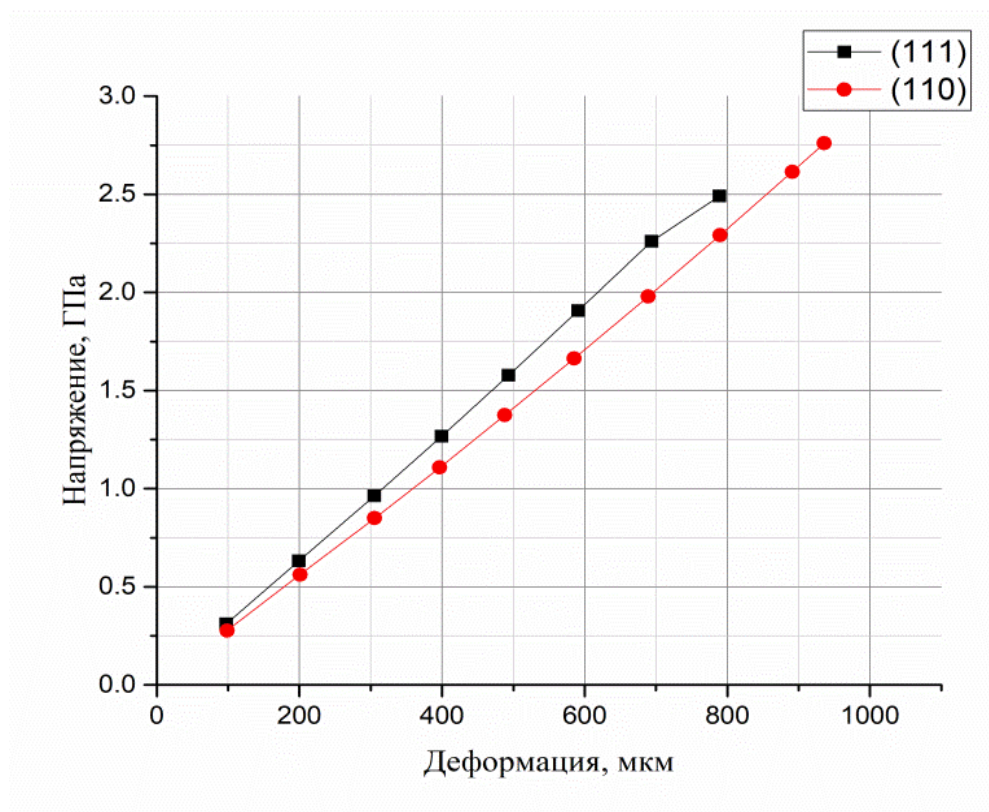


Рисунок 30. Зависимость напряжения от деформации для разных кристаллографических направлений

Рассчитана зависимость радиуса изгиба кристалла от его толщины при напряжении 2,0 ГПа. Запас был взят примерно 10% от предельных значений. Результаты расчета представлены на рисунке 31.

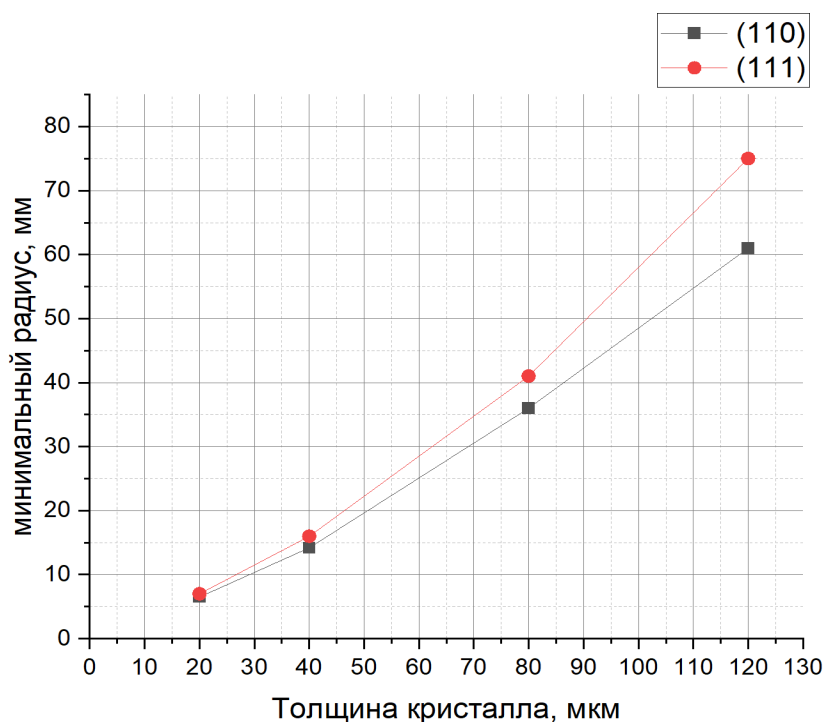


Рисунок 31. Зависимость минимального (предельного) радиуса изгиба от толщины кристалла

Алмаз при атмосферном давлении находится в условиях термодинамической метастабильности [Р-Т диаграмма графит-алмаз]. Однако, высокий потенциальный барьер превращения алмаза в стабильную форму углерода – графит препятствует такому переходу. Процесс графитизации алмаза в условиях высокого вакуума начинается при температурах более 1600 °С, и это сопровождается образованием на поверхности алмаза неалмазных форм углерода. В условиях окислительной атмосферы наблюдается травление алмаза при температурах более 650 °С [126].

Лазерное воздействие на поверхность алмаза при его резке приводит к повышению температуры в локальной области пятна лазерного импульса до температур, превышающих температуру испарения углерода (~ 4000 °С). Вследствие короткого времени воздействия (50-200 нс) и высокой теплопроводности алмаза возникает «кратер» от одиночного лазерного импульса, глубина и размеры которого зависят от энергии импульса, времени импульса и оптической системы фокусировки. На дне «кратера» наблюдается

слой неалмазных форм углерода [127]. Глубина этого слоя составляет несколько микрон, что соответствует распределению температурного поля в теле алмаза от 2000 до 4000 °С.

Неалмазные формы углерода на поверхности алмаза обладают отличными от него физическими свойствами, что приводит к возникновению механических напряжений и, как следствие, к возможному изгибу тонких алмазных пластин [128].

«Мягкое» температурное воздействие на алмаз с неалмазными формами углерода на поверхности позволяет удалить эти слои без значимого воздействия на поверхность самого алмаза. Этот процесс возможен при температурах ниже температуры окисления алмаза и приводит к снижению напряжений, вызванных разностью физических свойств алмаза и слоев неалмазных форм углерода.

Воздействие на алмаз температурами более 650 °С в окислительной атмосфере приводит к избирательному травлению дефектов кристаллической решетки алмаза в местах выхода на поверхность дислокаций и дефектов упаковки, что будет приводить к появлению концентраторов напряжений, и при механическом изгибе к снижению предельных напряжений разрушения таких пластин.

2.5 Выводы по главе 2

Теория упругости анизотропного тела, рассматривающая случай чистого изгиба кристаллов, описывает возникновения изгибающих моментов и упругих напряжений в балке с фиксированным поперечным сечением. Задача меняется для треугольной монокристаллической пластины алмаза с граничными условиями консольного типа. В данной, частной, задаче необходимо учитывать факт, что максимальный изгибающий момент находится в месте жесткой «заделки» основания монокристаллической пластины и линейно меняется вдоль биссектрисы треугольника. Теория изгиба была успешно адаптирована и может

быть применена для определения жёсткости балки с переменным сечением на изгиб и модулей Юнга в произвольных направлениях.

На основании экспериментальных данных по статическому нагружению монокристаллических алмазных треугольных пластин была проведена калибровка зависимости смещений от величины приложенных нагрузок. Распределение полей упругих напряжений на поверхностях и в объеме определялись из моделирования в программе конечно-элементного анализа. Были решены две симметричных задачи контактного взаимодействия, которые позволили откалибровать ползунок (слайдер) в конструкции для изгиба. Толщина кристалла существенно влияет на жесткость закрепления основания треугольных пластин для данной конструкции держателя, что влияет на точность определения величин упругих напряжений.

Эксперименты по хрупкому разрушению тонких алмазных пластин с кристаллографическими ориентациями поверхности (110) и (111) позволили определить диапазон величин критических деформаций. Отсутствие технологии по полировке торцов тонких алмазных пластин должно существенно снижать прочностные показатели монокристалла алмаза. Определены максимально допустимые значения деформаций $0.2 \sim 0.23\%$, выше которых происходит разрушение тонких алмазных пластин с разными кристаллографическими ориентациями. Рассчитана зависимость радиуса изгиба кристалла от его толщины при деформации $\sim 0.2\%$ для кристаллов с толщиной от 20 до 120 микрон. Отжиг в атмосфере при 650°C не принес ощутимого результата, хотя и топография показала избавление от остаточных напряжений.

ГЛАВА 3. СТРУКТУРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ТОНКИХ ИЗОГНУТЫХ АЛМАЗНЫХ ПЛАСТИН

3.1 Применение локального метода Лауэ для исследования дифракционных и энергодисперсионных свойств изогнутых алмазных пластин

В экспериментах по регистрации лауэграмм от цилиндрически изогнутой пластины алмаза использовалось «белое излучение» рентгеновского источника Rigaku UltraX-18 с вращающимся серебряным анодом. Для повышения яркости излучения использовался острофокусный катод с размерами по вертикали и горизонтали (0.3×0.3) мм². Размер падающего на образец рентгеновского пучка круглого сечения ограничивался вольфрамовыми диафрагмами диаметрами 400, 200 и 100 мкм. Вольфрам использовался с целью предотвращения возникновения флуоресцентного излучения на краях отверстий диафрагм, что обеспечивало высокое соотношение сигнал/фон. Расстояние от фокуса источника рентгеновского излучения до диафрагмы оставляло 1100 см, расстояние от диафрагмы до образца было равно 15 см, а от образца до пластины с оптической памятью (IP пластины) – 2.75 см. Позиционирование алмазной пластины относительно оси рентгеновского пучка осуществлялось с помощью гониометра рентгеновской топографической системы Rigaku XRT-100CCM. Излучение серебряного анода использовалось специально для того, чтобы в дифракцию были вовлечены характеристические линии $\text{AgK}_{\alpha 1}$ и $\text{AgK}_{\alpha 2}$, энергия которых ($E_{\text{AgK}_{\alpha 1}} = 22,163494$ кэВ, $E_{\text{AgK}_{\alpha 2}} = 21,990898$ кэВ) близка к энергии некоторых лауэвских рефлексов.

На рис. 32 представлена общая схема экспериментальной установки (а) и рентгенограммы Лауэ ненапряженной (б) и изогнутой (в) алмазной пластины с радиусом изгиба $R = 21$ мм. Диаметр рентгеновского пучка D равен 400 мкм. На рис. 32(с) показаны индексы Миллера и соответствующие им энергии для шести пятен Лауэ. Каждое вытянутое пятно на лауэграмме демонстрирует работу изогнутой алмазной пластины как рассеивающего элемента для преобразования

спектрального разброса рентгеновских лучей определенной энергии в угловой разброс. Шесть вытянутых пятен Лауэ (см. рис. 32) соответствуют энергиям 9,7, 13,4, 21,8, 23,1, 24,6 и 30,0 кэВ. Это означает, что на основе изогнутой алмазной пластины можно сконструировать шесть спектрографов для этих энергий. Таким образом, изогнутая пластина ведет себя как рассеивающий элемент с селекцией длин волн. Каждое вытянутое пятно Лауэ содержит информацию о величине угла Брэгга, индексах Миллера, направлении вектора рассеяния, ширине спектра и деформации кристаллической решетки. Эта информация может быть использована для разработки энергодисперсионных спектрографов и фокусирующих монохроматоров для различных длин волн рентгеновского излучения.

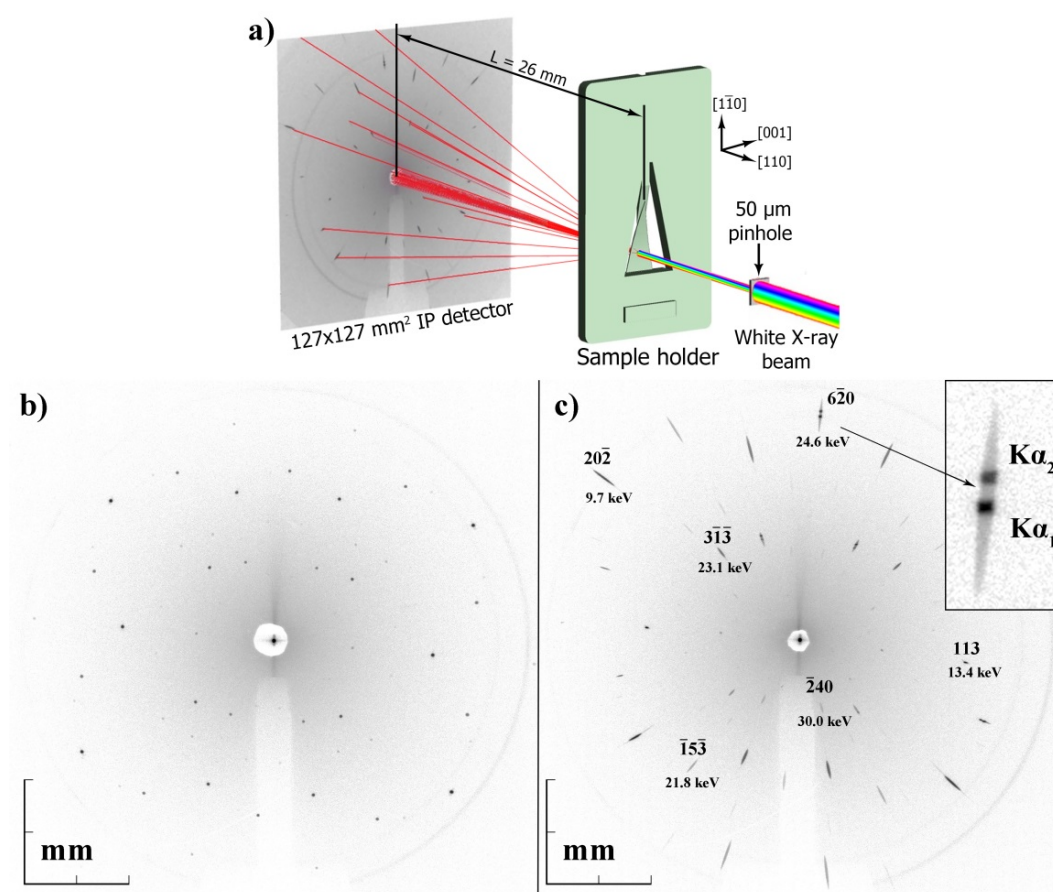


Рисунок 32. Установка треугольной пластины в держателе на столик гониометра рентгенотопографической системы Rigaku XRT-100

Для регистрации лауэграмм использовалась IP-пластина марки Fujifilm BAS-TR2025 с поперечными размерами $126 \times 126 \text{ мм}^2$, размер пикселя составлял 50 мкм. Считывание картины дифракции осуществлялось с помощью устройства FUJIFILM BAS-1800 II (IP-reader). Среднее время регистрации лауэграммы составляло 40 минут при режиме работы источника излучения $V=50 \text{ кВ}$, $I = 100 \text{ мА}$. В эксперименте исследовалась алмазная монокристаллическая пластина с ориентацией поверхности (110) толщиной 40 микрон.

Для индентификации лауэграмм использовалась программа LauePt [129]. Из геометрии дифракции определяется положение каждого пятна Лауэ на рентгеновской пленке. Для кубического кристалла связь между углом Брэгга, параметром решетки и длиной волны определяется уравнением:

$$a = \left(\frac{\lambda_{hkl}}{2} \right) \frac{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{\sin \theta_{hkl}}, \quad (36)$$

где θ_{hkl} – угол Брэгга для данной длины волны, hkl – индексы Миллера.

$$\theta_{hkl} = \frac{1}{2} \arctg \frac{r}{D}, \quad (37)$$

где r – расстояние от центра IP-пластины до рефлекса, D – расстояние от образца до IP-пластины.

Цилиндрический изгиб алмазной пластины приводит к тому, что кристаллографические плоскости (110) принимают форму дуги окружности, а поперечные ($\bar{1}\bar{1}0$) остаются прямыми, но развернутыми на некоторый угол, зависящий от радиуса изгиба (см. рис. 33). В каждой цепочке атомов, расположенных на дуге окружности в плоскостях (110), расстояние между атомами остается одинаковым, благодаря осуществлению чистого изгиба. Это эквивалентно случаю одноосного растяжения или сжатия. В атомарных цепочках, расположенных на других дугах окружности, эти расстояния отличаются, т.е. имеет место градиент однородной деформации. Максимального значения деформации достигают на поверхностях пластины. На выпуклой поверхности имеет место деформация растяжения, а на вогнутой – деформация

сжатия. Межплоскостные расстояния d_{\perp} в радиальном (поперечном) направлении практически не изменяются из-за малого значения коэффициента Пуассона у алмаза $\nu \sim 0.03$ и остаются практически равными значению межплоскостных расстояний в неизогнутой пластине d_0 . Вследствие этого, при рассмотрении брэгговской дифракции на отражение изменением межплоскостных расстояний можно пренебречь. Это свойство было использовано при создании спектрометров для работы в геометрии на отражение. В случае Лауэ дифракции на просвет необходимо учитывать изменение межплоскостных расстояний, поскольку деформация, вследствие изгиба, может достигать значительных величин.

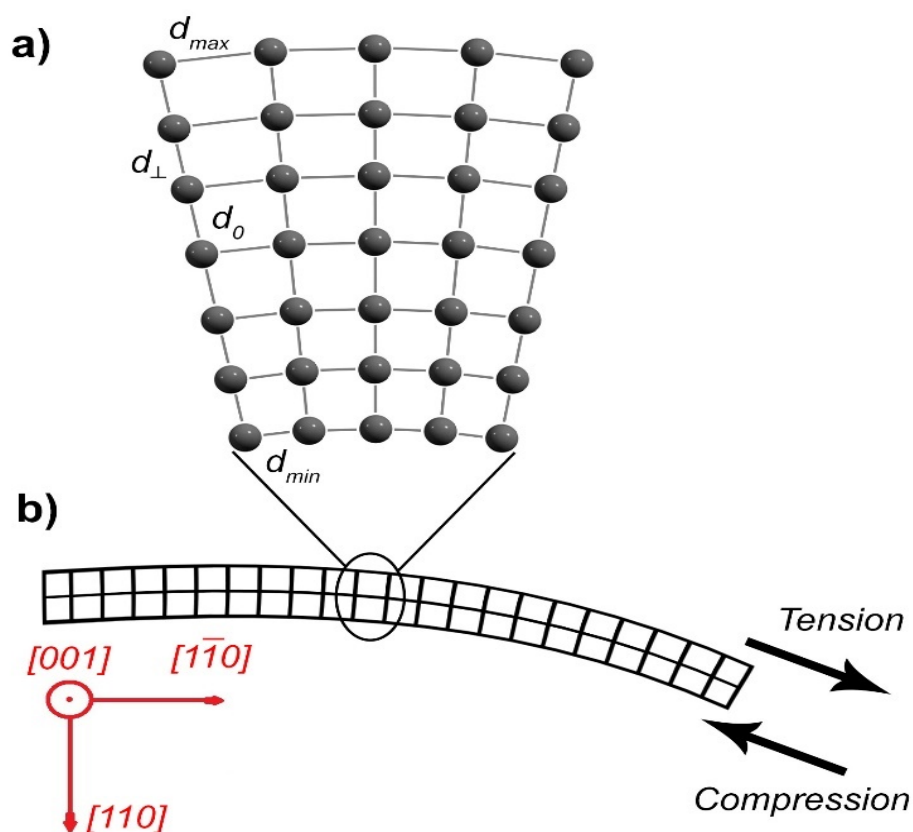


Рисунок 33. Эскиз, демонстрирующий возникновение деформации сжатия и растяжения при изгибе алмазной пластины: а) изменение межатомных расстояний в продольных слоях атомной толщины ($d_0 \cong d_{\perp}$), б) растяжение на выпуклой стороне и сжатие на вогнутой стороне

Данные о деформации кристаллической решетки были получены на основе результатов обработки лауэграмм. Разница в наклоне брэгговских плоскостей ($1\bar{1}0$) и деформация кристаллической решетки должна приводить к астеризму пятен Лауэ, что и наблюдалось в реальных экспериментах (см. рис. 32). Удлиненные пятна Лауэ содержат информацию о деформации кристаллической решетки в различных кристаллографических направлениях. Это позволяет строить карты деформаций, фактически определять часть полного тензора деформаций [130]. На рисунке 34 представлены лауэграммы неизогнутой (b) и изогнутой (c) алмазной пластины с радиусом изгиба $R = 2.06$ см. Диаметр рентгеновского пучка составлял 400 мкм. Эксперименты по регистрации лауэграмм проводились при разных радиусах изгиба (2.55, 2.32, 2.06 см) и диаметрах рентгеновского пучка 100, 200, 400 мкм (рис. 34(d,e)). На рис. 34(a) указаны кристаллографические направления и направления векторов лабораторной системы координат, показывающие, как ориентирована пластина относительно оси падающего рентгеновского пучка. Как видно из рисунка 34, лауэграммы неизогнутой и изогнутой пластин резко различаются. Для ненапряженного кристалла характерно наличие узких пятен Лауэ, в изогнутом же кристалле, пятна имеют удлиненную форму и вытянуты в радиальном направлении. Поперечный размер вытянутых пятен значительно меньше их длины в радиальном направлении. Отметим, что интенсивность вытянутых пятен по всей длине практически одинакова, что свидетельствует о непрерывном изгибе решетки кристалла при наличии градиента деформации в объеме. Как видно из лауэграммы изогнутой пластины длина пятен Лауэ в разных кристаллографических направлениях различна. С учетом данных индирования установлено, что наиболее вытянуты пятна Лауэ, расположенные ближе к направлению ($1\bar{1}0$), совпадающему с осью изгиба, т.е. в направлении биссектрисы треугольника. Наиболее вытянуты следующие рефлексы ($6\bar{2}0$), ($\bar{2}60$), ($3\bar{1}\bar{1}$), ($3\bar{1}1$), ($\bar{1}3\bar{1}$), ($\bar{1}31$). В противоположность этому рефлексы (113), ($11\bar{3}$), (135), ($31\bar{5}$) расположены ближе к направлению $[001]$, что и должно иметь место при цилиндрическом изгибе.

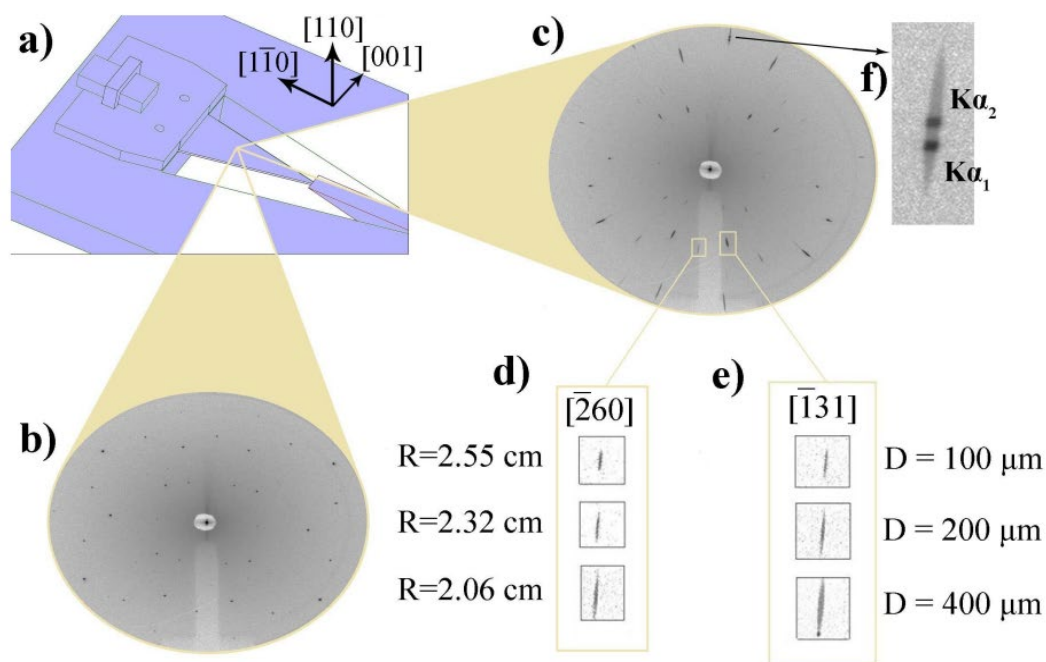


Рисунок 34. а) Показана закрепленная в держатель пластина и клиновидный ползунок для осуществления цилиндрического изгиба. Стрелками указаны направления векторов лабораторной системы координат и соответствующие им кристаллографические направления. Лауэграммы неизогнутой (b) и изогнутой (c) алмазной пластины, зависимость длин пятен Лауэ рефлекса ($\bar{2}60$) от радиуса изгиба (d), зависимость длин Лауэ пятен от диаметра падающего на пластину рентгеновского пучка для рефлекса ($\bar{1}31$) (e). Справа вверху показано увеличенное изображение рефлекса ($6\bar{2}0$) – (f).

Экспериментально показано, что удлинение пятен Лауэ линейно зависит от радиуса кривизны: чем меньше радиус, тем длиннее пятна Лауэ. Также было установлено, что их длина зависит от диаметра рентгеновского пучка. Для расчета максимальных значений деформации кристаллической решетки, которые имеют место на выпуклой и вогнутой поверхности пластины необходимо учитывать два эффекта, влияющих на астеризм пятен Лауэ. Первый связан с различным наклоном брэгговских плоскостей из-за кривизны решетки в результате изгиба пластины. Этот эффект можно назвать эффектом геометрической кривизны. Это означает, что не учитывается сжатие или

растяжение кристаллической решетки, приводящее к изменению межплоскостных расстояний d . Энергия каждого дифрагированного луча в основном определяется углом дифракции 2θ . Спектральная ширина падающего на изогнутый кристалл рентгеновского пучка зависит от угла Брэгга, диаметра рентгеновского пучка и радиуса кривизны и может быть рассчитана по формуле [89]:

$$\frac{\Delta E_g}{E} = \frac{D \cos \theta}{R \sin^2 \theta}, \quad (38)$$

где D – диаметр рентгеновского пучка, R – радиус кривизны пластины, E – энергия излучения, ΔE_g – спектральная ширина в абсолютных единицах, θ – угол Брэгга. Второй эффект, также приводящий к астеризму пятен Лауэ в радиальном направлении, связан со сжатием и растяжением кристаллической решетки за счет деформации, возникающей при изгибе кристалла.

На вставке к рис. 34f показано увеличенное изображение вытянутого рефлекса ($6\bar{2}0$). Пятна небольшого размера, расположенные отдельно друг от друга, однозначно связаны с отражением характеристических линий $\text{AgK}\alpha_1$ и $\text{AgK}\alpha_2$ от кристаллографических плоскостей ($3\bar{1}0$). Такой вывод был сделан на основе анализа интенсивности этих пятен, которая различается в 2 раза. Из-за изгиба пластины обе эти характеристические линии удовлетворяют условию дифракции Брэгга. Для засвечивания этих линий пластинку наклоняли на небольшой угол χ и слегка поворачивали на угол ω . Значения углов определялись с помощью программы LauePt [129] и в дальнейшем учитывались при проведении деформационных расчетов. Поскольку длины волн линий $\text{AgK}\alpha_1$ и $\text{AgK}\alpha_2$ известны с высокой точностью, это позволило рассчитать радиус кривизны пластины в режиме *in situ* по следующему уравнению:

$$R = \frac{\cos \theta}{\sin^2 \theta} \times \frac{\lambda \times D}{\Delta \lambda}, \quad (35)$$

где $\Delta \lambda = \lambda_{K\alpha_2} - \lambda_{K\alpha_1}$, θ — угол Брэгга, D — диаметр рентгеновского луча, R — радиус кривизны алмазной пластины.

Например, при диаметре пучка $D = 50$ мкм, что соответствует случаю, когда рефлексы характеристических линий $AgK\alpha_1$ и $AgK\alpha_2$ расположены на краях вытянутого рефлекса ($6\bar{2}0$), $\Delta\lambda = 0,004412$ Å, $\theta = 26,56^\circ$, получен $R = 21$ мм, что совпадает со значением радиуса, определенным методом оптической интерференционной микроскопии.

Дифракция полихроматического пучка происходит по закону Брэгга, однако разброс длин волн $\Delta\lambda$ или ширина спектра ΔE_p будет определяться исключительно разбросом межплоскостных расстояний Δd , т.е. деформацией кристаллической решетки, которая определяется соотношением: $\Delta d/d = \Delta\theta \times \text{ctg}\theta$. Для этого случая должно выполняться следующее соотношение:

$$\frac{\Delta E_p}{E} = \frac{\Delta\lambda}{\lambda} = \frac{\Delta d}{d}$$

При радиусе кривизны $R = 21$ мм и диаметрах рентгеновского пучка, используемых в эксперименте (50, 100 и 400 мкм), удлинение пятен Лауэ в основном определяется геометрической кривизной, т.е. первый эффект превалирует над вторым. В равной степени влияние этих эффектов на удлинение рефлексов будет иметь место, когда $\Delta E_p/E = \Delta E_g/E$. Оценим диаметр рентгеновского пучка, который будет соответствовать этому условию, которое можно назвать «условием равного влияния», используя рефлекс($6\bar{2}0$). Кристаллическая пластина при изгибе будет испытывать увеличение толщины на сжатой вогнутой стороне τ^+ и уменьшение толщины на растянутой выпуклой стороне τ^- . Значения толщин с выпуклой и вогнутой сторон изогнутого кристалла определяются уравнением:

$$\tau_{\pm} = \pm \left(e^{\pm \frac{vT/2}{R}} - 1 \right) \times \frac{R}{v} \quad (39)$$

Следует отметить, что τ^+ и τ^- имеют положительные значения: $\tau = \tau^+$ и $\tau = \tau^-$ для сжатой и растянутой сторон соответственно. Ширина полосы $\Delta E/E$ изогнутого кристалла, зависящая от разброса межплоскостных расстояний Δd , определяется уравнением:

$$\Delta E/E = \Delta d/d,$$

$$\text{где } \Delta d = |d_+ - d_-|, \quad d_- = d_0 \left(1 - \frac{\tau_-}{R}\right), \quad d_+ = d_0 \left(1 + \frac{\tau_+}{R}\right)$$

Подставив известные значения R , v , d_0 и T в уравнение (1), (2), (3) можно определить значение $\Delta d/d$, а значит, значения $\Delta\theta$ и D , $\Delta d/d = 0,0019$, $\Delta\theta = 0,00093$ ($0,053^\circ$), $D = 8\text{--}10$ мкм. Таким образом, использование луча диаметром ~ 10 мкм дает возможность прямого определения деформации в «условии равного воздействия» с помощью микропучковой дифракции Лауэ. На рис. 35 представлена зависимость длины пятна Лауэ от диаметра рентгеновского пучка при фиксированном радиусе изгиба. Показано, что при диаметре пучка ~ 10 мкм выполняется «условие равного влияния». Это означает, что при таком диаметре пучка лауэграмма может использоваться для визуализации полей деформаций изогнутого монокристалла алмаза.

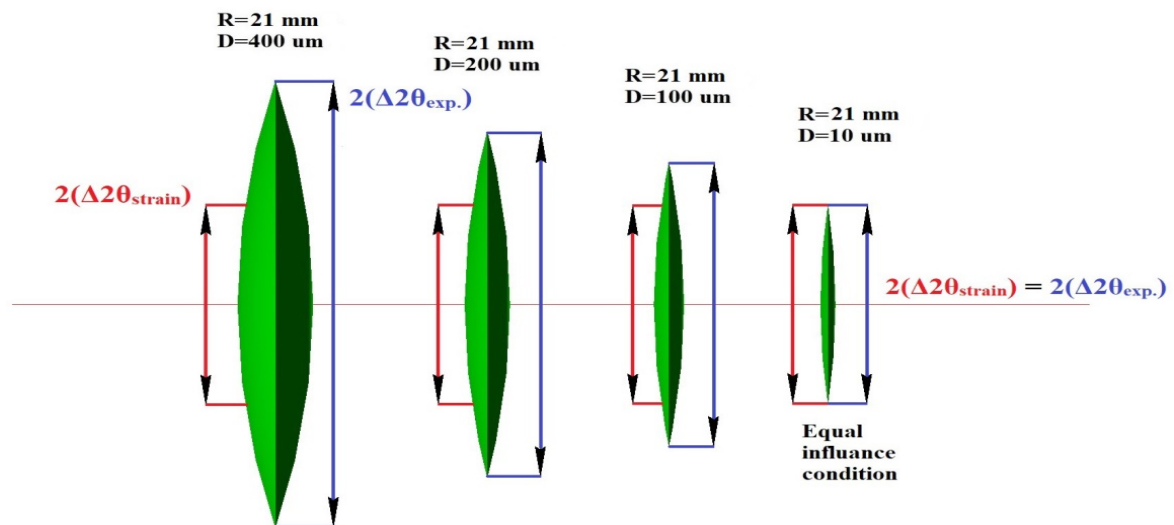


Рисунок 35. Зависимость длины лауэвского пятна от диаметра рентгеновского пучка до 10 мкм при выполнении «условия равного влияния». $2(\Delta 2\theta_{\text{strain}})$ — удлинение пятна Лауэ за счет деформации, $2(\Delta 2\theta_{\text{exp}})$ — реальное удлинение, наблюдаемое на лауэграмме.

При радиусе изгиба $R = 4\div 5$ мм, что вполне достижимо для пластины толщиной 40 мкм, длина пятен Лауэ при расстоянии от изогнутого кристалла до

регистрирующей системы $L = 50$ мм, будет составлять $\sim 120 \div 200$ мкм. Это позволяет с достаточно высокой точностью определять величины деформаций $\Delta d/d$ в диапазоне энергий $9 \div 50$ кэВ, соответствующего ширине λ – кривой спектра «белого» излучения серебряного анода. Важно отметить, что упруго изогнутую пластину можно рассматривать как диспергирующий элемент, действующий в широком диапазоне энергий $9 \div 50$ кэВ, поскольку каждому пятну на лауэграмме соответствует конкретная энергия в этом диапазоне в соответствии с условиями дифракции метода Лауэ. Это открывает перспективу ее использования для создания широкодиапазонных энергодисперсионных спектрографов с возможностью управления дисперсией путем изменения диаметра рентгеновского пучка и радиуса изгиба пластины.

3.2 Расчет тензора деформаций по данным дифракционного метода Лауэ с учетом анизотропии свойств

Попытки определить величину упругих напряжений по удлинению «хвостов» на лауэграмме не могут считаться успешными. На лауэграммах, широко представленных в литературных источниках, чаще всего можно заметить бесформенные астеризмы, которые в первую очередь говорят о значительных величинах всех компонент тензора деформации, как нормальных, так и касательных. Возникает вопрос, к какому параметру Лауэ пятна привязываться к длине или ширине. В предыдущей главе данной работы было показано, что вклад в удлинение «хвостов» вносит различие в наклоне брэгговских плоскостей из-за кривизны решетки в результате изгиба, а также сжатие и растяжение кристаллической решетки за счет деформации, возникающей при изгибе кристалла. Более того, вклад в длину пятна разориентации много больше вклада деформации кристаллической решетки. Рассчитать величину $\Delta\theta$, связанную исключительно с деформационным вкладом, позволяет наличие цилиндрического изгиба, что, во-первых, на лауэграмме дает

узкие пятна, вытянутые радиально, а также значительно упрощает связь теории упругости с теорией дифракции рентгеновских лучей.

Покажем связь теории упругости анизотропного тела в первом приближении с теорией дифракции рентгеновских лучей. Если изгиб цилиндрический, то в каждой точке изогнутого слоя имеется только одно главное напряжение. Следовательно, не равна нулю только одна компонента тензора напряжений и вывод производится аналогично одноосному растяжению. Если, по определению, относительное удлинение стержня $\Delta l/l = \varepsilon_{ij}q_iq_j$, тогда относительное удлинение ребер вдоль осей можем представить в виде:

$$\begin{cases} \frac{d(\Delta x)}{dx} = \varepsilon_{xx}q_xq_x, \\ \frac{d(\Delta y)}{dy} = \varepsilon_{yy}q_yq_y, \\ \frac{d(\Delta z)}{dz} = \varepsilon_{zz}q_zq_z. \end{cases} \quad (40)$$

По закону Гука для упруго анизотропных тел имеем $\varepsilon_{ij}q_iq_j = \sigma S_{ijkl}q_iq_jq_kq_l$ [130].

Отсюда:

$$\begin{cases} \frac{d(\Delta x)}{dx} = \varepsilon_{xx}q_xq_x = \sigma S_{xxkl}q_xq_xq_kq_l, \\ \frac{d(\Delta y)}{dy} = \varepsilon_{yy}q_yq_y = \sigma S_{yykl}q_yq_yq_kq_l, \\ \frac{d(\Delta z)}{dz} = \varepsilon_{zz}q_zq_z = \sigma S_{zzkl}q_zq_zq_kq_l. \end{cases} \quad (41)$$

Так как $E^{-1}(\mathbf{q}) = S_{ijkl}q_iq_jq_kq_l$:

$$\begin{cases} \frac{d(\Delta x)}{dx} = \varepsilon_{xx}q_xq_x = \sigma E_{xx}^{-1}, \\ \frac{d(\Delta y)}{dy} = \varepsilon_{yy}q_yq_y = \sigma E_{yy}^{-1}, \\ \frac{d(\Delta z)}{dz} = \varepsilon_{zz}q_zq_z = \sigma E_{zz}^{-1}. \end{cases} \quad (42)$$

В нашем случае кристалл вырезан из плоскости (110) таким образом, что вдоль оси X выполняется $\mathbf{q} \parallel [1\bar{1}0]$, вдоль оси Y $\mathbf{q} \parallel [110]$, вдоль оси Z $\mathbf{q} \parallel [001]$ (рис.36)

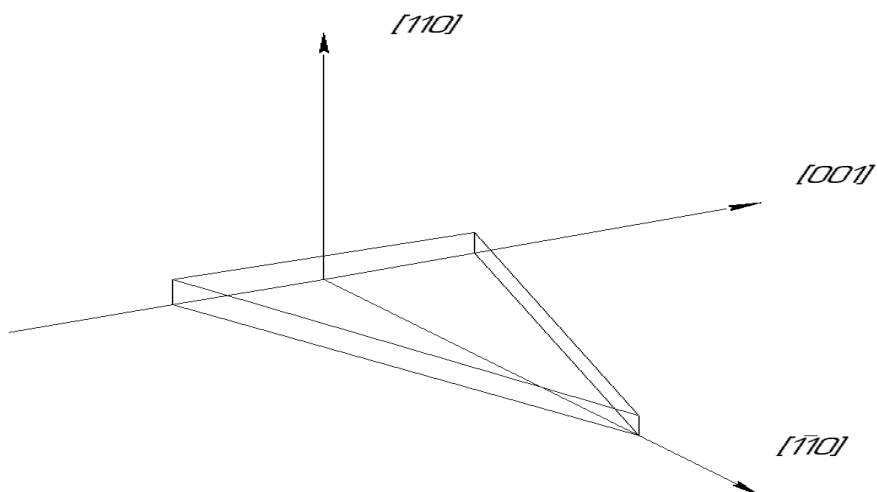


Рисунок 36. Соответствие кристаллографических направлений основным осям пластины

Перепишем:

$$\begin{cases} \frac{d(\Delta x)}{dx} = \varepsilon_{xx} q_x q_x = \sigma E_{[1\bar{1}0]}^{-1}, \\ \frac{d(\Delta y)}{dy} = \varepsilon_{yy} q_y q_y = \sigma E_{[110]}^{-1}, \\ \frac{d(\Delta z)}{dz} = \varepsilon_{zz} q_z q_z = \sigma E_{[001]}^{-1}. \end{cases} \quad (43)$$

Где, $E_{[110]}^{-1} = \frac{1}{4} (2S_{11} + 2S_{12} + S_{44})$, а $E_{[001]}^{-1} = S_{11}$

Величины упругих податливостей S – возьмем из литературного источника, в котором исследовались распространения объемных акустических волн в монокристалле алмаза для вычисления упругих констант и других характеристик упругости [106].

Если оси кристалла (ребра элементарного параллелепипеда) до деформации были обозначены как a_1, a_2, a_3 , то после деформации:

$$\begin{cases} a'_{ix} = a_{ix} (1 + \sigma E_{[1\bar{1}0]}^{-1}) \\ a'_{iy} = a_{iy} (1 - \nu_{[001][1\bar{1}0]} \sigma E_{[110]}^{-1}) \\ a'_{iz} = a_{iz} (1 - \nu_{[110][1\bar{1}0]} \sigma E_{[001]}^{-1}) \end{cases} \quad (44)$$

В теории упругости изотропных тел отношение относительного изменения толщины стержня к относительному изменению его длины, взятое с отрицательным знаком, называется ν - коэффициентом Пуассона. $\frac{\Delta t}{t} = -\nu \frac{\Delta l}{l}$

Для анизотропных сред коэффициент Пуассона имеет следующее соотношение:

$$\nu(\mathbf{m}, \mathbf{q}) = - S_{ijkl} m_i m_j q_k q_l / S_{mnpq} q_n q_p q_r q_s \quad (45)$$

Для изотропных тел и в кубических кристаллах при растяжении вдоль $[100]$ и, как результат, сжатии стержня вдоль $[010]$ или $[001]$ коэффициент Пуассона равен $\nu = -S_{12}/S_{11}$.

В нашем случае:

$$\nu_{[001][1\bar{1}0]} = - \frac{S_{12}}{2S_{11} + 2S_{12} + S_{44}} ;$$

$$\nu_{[110][1\bar{1}0]} = - \frac{2S_{11} + S_{12} - S_{44}}{2S_{11} + 2S_{12} + S_{44}} .$$

Это означает, что при одноосном растяжении - сжатия в поперечных направлениях m' и m'' не будут одинаковы, а будут зависеть от кристаллографических ориентаций.

В обратном пространстве векторы для кубического кристалла изменяются в обратном отношении ($a = b = c$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$; $a^* = b^* = c^* = 1/a$), а именно:

$$\begin{cases} b'_{ix} = b_{ix} \frac{1}{(1 + \sigma E_{[1\bar{1}0]}^{-1})} \\ b'_{iy} = b_{iy} \frac{1}{(1 - \nu_{[001][1\bar{1}0]} \sigma E_{[110]}^{-1})} \\ b'_{iz} = b_{iz} \frac{1}{(1 - \nu_{[110][1\bar{1}0]} \sigma E_{[001]}^{-1})} \end{cases} \quad (46)$$

Определив компоненты векторов b_i , образуем вектор грани с индексами (h_1, h_2, h_3) : $\mathbf{H} = h_1 \mathbf{b}_1 + h_2 \mathbf{b}_2 + h_3 \mathbf{b}_3$ – вектор обратной решетки, перпендикулярный отражающей системе плоскостей. Компоненты его по осям координат будут равны H_x, H_y, H_z , а их приращения:

$$\Delta H_x = - H_x 2 \sigma E_{[1\bar{1}0]}^{-1}$$

$$\Delta H_y = H_y 2 \sigma E_{(1\bar{1}0)}^{-1} v_{[001][1\bar{1}0]} \quad (47)$$

$$\Delta H_z = H_z 2 \sigma E_{(001)}^{-1} v_{[110][1\bar{1}0]}$$

Расположение нормали \mathbf{H} к отражающей плоскости будем описывать углами ϕ , ψ , θ (рис.37).

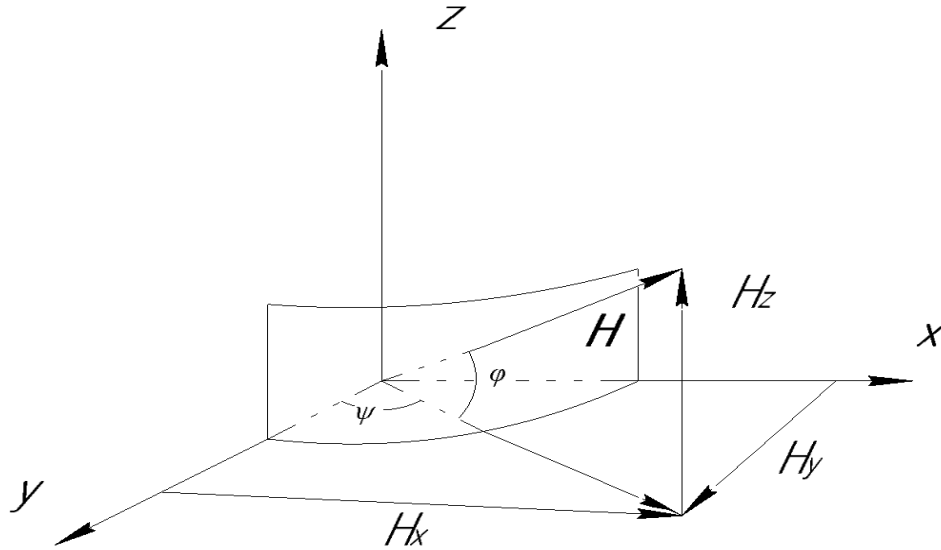


Рисунок 37. Вектор обратной решетке \mathbf{H} и его компоненты, вдоль оси Y распространяется основной рентгеновский пучок

Следовательно :

$$\sin \phi = \frac{H_z}{\sqrt{H_x^2 + H_y^2 + H_z^2}}$$

$$\sin \psi = \frac{H_x}{\sqrt{H_x^2 + H_y^2}} \quad (48)$$

$$\sin \theta = \frac{H_y}{\sqrt{H_x^2 + H_y^2 + H_z^2}}$$

За удлинение астеризмов в основном отвечает угол $\Delta\theta$, тогда получим:

$$\Delta\theta = \frac{1}{\cos\theta} \sum \frac{\partial}{\partial H_i} \frac{H_y}{\sqrt{H_x^2 + H_y^2 + H_z^2}} \Delta H_i =$$

$$= 2 \sigma_{\max} \operatorname{tg} \theta \cos^2 \alpha (E_{[1\bar{1}0]}^{-1} + v_{[110][1\bar{1}0]} E_{[001]}^{-1}) + \sin^2 \phi (v_{[110][1\bar{1}0]} E_{[1\bar{1}0]}^{-1} - v_{[110][1\bar{1}0]} E_{[001]}^{-1})$$

(46)

где $\sigma_{\max} \approx Ed/2R$

$\cos \alpha = \cos \phi \sin \psi$ – угол вектора **H** с осью x.

ψ – долгота стереографической проекции

ϕ – широта стереографической проекции

Результаты расчета максимальных значений деформации приведены в таблице 4.

Таблица 4. Результаты расчета максимальных значений деформаций.

hkl	Energy (keV)	$\Delta\theta_{\text{exp}} (^{\circ})$	$\Delta\theta_{\text{calc}} (^{\circ})$	$(\Delta d/d)_{\text{max}}, 10^{-4}$
6 $\bar{2}$ 0	24.5943	1.8	0.10	17.7
$\bar{2}$ 60	24.5696	1.5	0.09	15.6
3 $\bar{1}$ $\bar{1}$	13.6629	1.5	0.09	16.7
$\bar{1}$ 31	13.3802	1.1	0.07	13.1
$\bar{1}$ 3 $\bar{1}$	13.6490	1.2	0.08	14.8
3 $\bar{1}$ 1	13.3935	1.6	0.10	18.2
$\bar{1}$ 51	16.5045	1.7	0.10	13.3

В третьей колонке таблицы 4 представлены значения длин пятен Лауэ ($\Delta\theta_{\text{exp}}$), взятых из экспериментальной лауэграммы, полученной от пластины с радиусом кривизны 21 мм при диаметре рентгеновского пучка 400 мкм. Длина пятен в этом случае определяется в основном за счет наклона брэгговских плоскостей, то есть геометрической кривизной. В четвертой колонке таблицы приведены расчетные величины длин пятен Лауэ ($\Delta\theta_{\text{calc}}$), соответствующие «условиям равного влияния», когда можно считать, что длина определяется только деформацией кристаллической решетки.

Таким образом, при малых радиусах изгиба пластины в различных кристаллографических направлениях деформация кристаллической решетки имеет значительную величину, что необходимо учитывать при проектировании фокусирующих кристалл монохроматоров и широкодиапазонных спектрографов для работы в геометрии на просвет. Конструкция держателя позволяет использовать монокристаллические пластины алмаза разной толщины и другими ориентациями поверхности, деформация в которых, возникающая при их изгибе, может быть рассчитана с помощью разработанной методики.

3.3 Исследование одноосного напряжения алмаза методом комбинационного рассеяния света на основе данных высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии

Мотивация для проведения данного исследования обусловлена различием в литературных данных информации о значении коэффициента пропорциональности в формуле для расчета напряжений методом КРС в монокристалле алмаза. Также отсутствуют данные для случая одноосного растяжения, ведь почти никто не проводил успешные эксперименты по растяжению монокристалла алмаза в виду чрезвычайной сложности их постановки.

В эксперименте по уточнению значения коэффициента пропорциональности в формуле для расчета напряжений методом КРС исследовалась треугольная алмазная пластина толщиной 40 мкм с ориентацией поверхности (110). Первым делом определялась деформация кристаллической решетки с помощью дифрактометрии высокого разрешения. Кристалл в держателе был изогнут на максимально возможную величину и установлен в головку гониометра (рис 38). Измерения проводились на универсальном рентгеновском дифрактометре Empyrean (Panalytical, Нидерланды), оснащенном всеми необходимыми рентгенооптическими модулями.

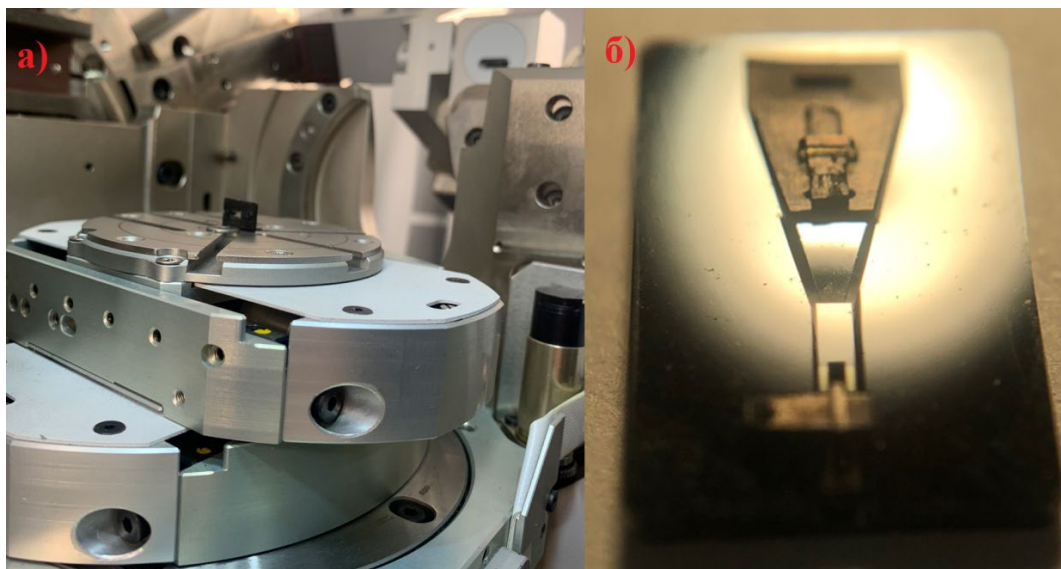


Рисунок 38. а) Образец установлен на предметном столике гониометра рентгеновского дифрактометра Empyrean, б) монокристалл алмаза в максимально изогнутом состоянии достижимом в данной конструкции держателя

Используемая в работе экспериментальная установка с тремя осями схематично показано на рисунок 39. Рентгеновские лучи, испускаемые герметичным медным анодом (обычно работающим при 40 кВ, 40 мА), предварительно коллимируются параболическим многослойным зеркалом. В качестве первичного монохроматора использовался гибридный монохроматор, представляющий из себя комбинированный рентгенооптический модуль, состоящий из параболического многослойного зеркала и щелевого монохроматора $4\times\text{Ge}(220)$. В качестве кристалл-анализатора использовался монохроматор с прорезанным каналом $\text{Ge}(220)$. Для регистрации дифрактограммиспользовался полупроводниковый высокоразрешающий и высокочувствительный двухкоординатный детектор PIXel3D (Medipix 2 collaboration). Чувствительность к деформации кристаллической решетки $\Delta d/d$ у данного метода лишь немного уступает хорошо известному методу Бонда и составляет $1.65 \cdot 10^{-6}$.

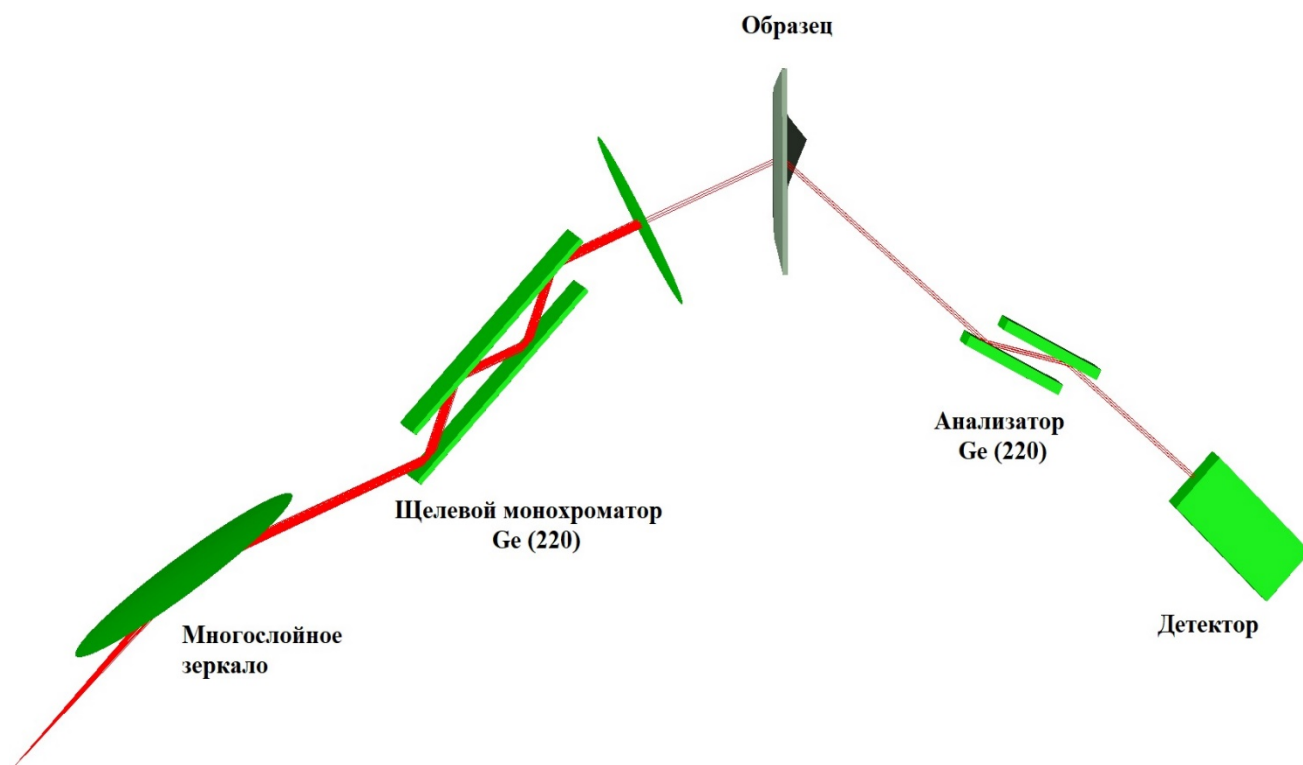


Рисунок 39. Схема метода прецизионных измерений параметров элементарной ячейки

Экспериментальная дифракционная кривая отражения для рефлекса 220 представлена на рис. 40а, полуширина составила $\text{FWHM} = 100.9''$. На рис. 40 б представленная теоретическая кривая отражения в Sigma поляризации для алмаза толщиной 40 микрон. В данном случае энергия фотонов составляет 8.0479 кэВ, угол Брэгга $\theta_b = 37.6491$, полуширина на полувысоте $\text{FWHM} = 1.209''$.

Деформация кристаллической решетки, рассчитанная по основанию рефлекса (рис...а; 0.8 от максимума) составила $\frac{\Delta d_{hkl}}{d_{hkl}} = 0.00138$. Величина делится на два, чтобы отделить деформацию растяжения от деформации сжатия. Значение 0.00138 является величиной объемной деформации $\epsilon = (\epsilon_{xx} + \epsilon_{yy} + \epsilon_{zz})$. Как было показано во 2 главе, при достижении цилиндрического изгиба не равна нулю только одна компонента тензора напряжений. В свою очередь она связана с тремя нормальными компонентами тензора деформации, два из которых являются Пуассоновскими сжатиями.

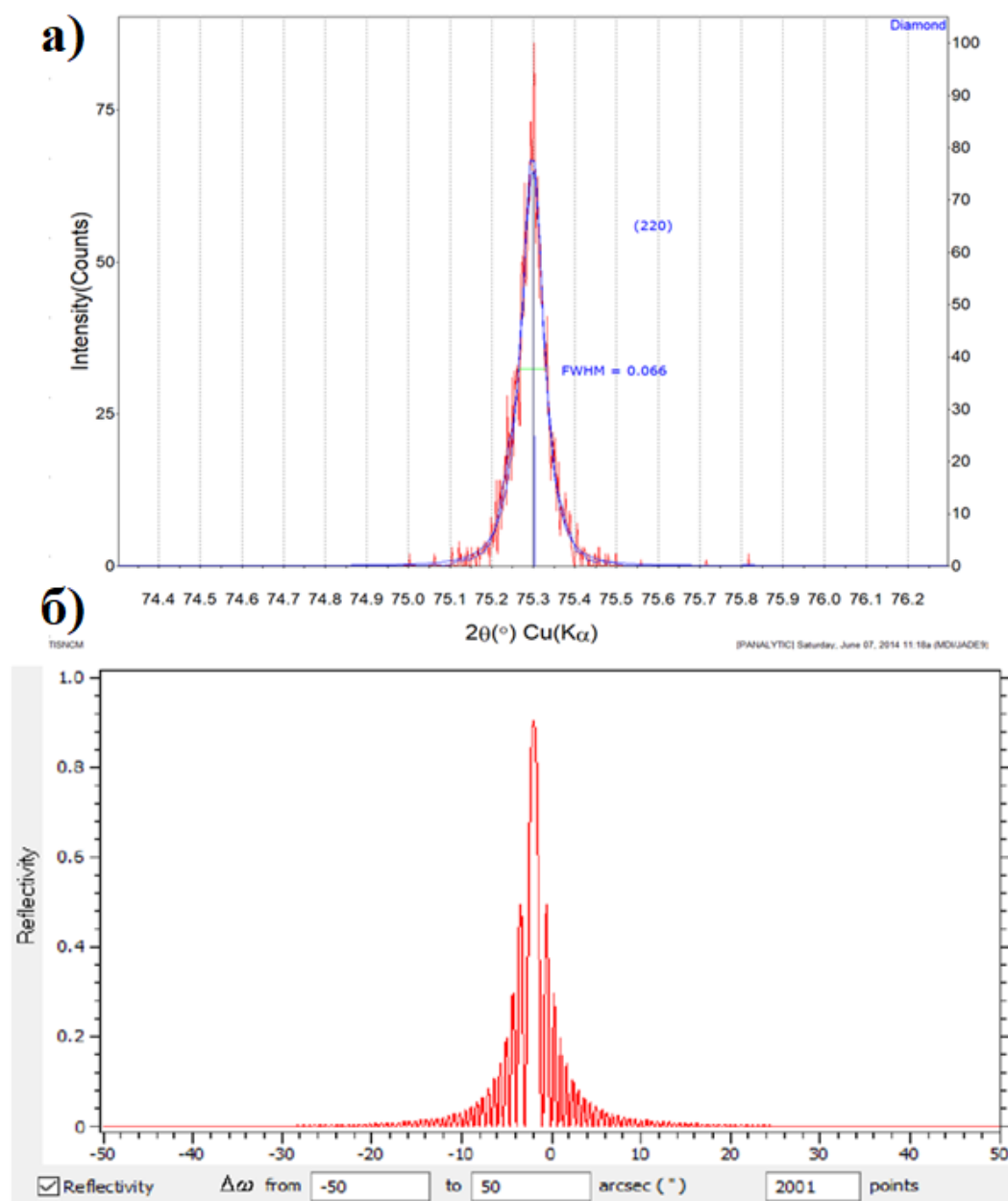


Рисунок 40. Дифракционная кривая отражения для рефлекса 220, а) экспериментальная, б) теоретическая

Так как для кристаллографических направлений в монокристалле алмаза (001) и $(1\bar{1}0)$ коэффициенты Пуассона составляют ~ 0.03 , то вклад Пуассоновских сжатий в объемную деформацию составляет $\approx 42 \times 10^{-6}$. Исходя из этого, величина упругих напряжений вдоль биссектрисы треугольной пластины составит:

$$\sigma_{[110]} = E_{[110]}^{-1} \varepsilon_{[110]} = 1.58 \text{ ГПа}, \quad (49)$$

где, $E_{[110]}^{-1} = \frac{1}{4} (2S_{11} + 2S_{12} + S_{44}) = 1164 \text{ ГПа}$.

Величина упругих напряжений отлично согласуется со значениями, полученными из эксперимента по статическому нагружению на твердомере Наноскан 4D и с помощью локального дифракционного метода Лауэ.

Далее кристалл в зажатом состоянии исследовался с помощью конфокального спектрометра Renishaw inVia с микроскопом, прецизионным XYZ-столиком и возбуждающим лазером с длиной волны 532 нм. Оптическая схема спектрометра Renishaw inVia., возбуждающий спектр КРС от лазера на образец через расширитель пучка, голографический фильтр, работающего как зеркало и направляющего луч в микроскоп. Рассеянный свет от образца через микроскоп, два голографических фильтра, служащих для устранения Релеевского рассеяния, и фокусирующую линзу направляется на щель спектрометра, снабженного многоканальной охлаждаемой CCD камерой.

Мощность лазера 50% (8 мВт, пятно диаметром меньше 1 мкм для объектива x100). Центр спектра 1500 см^{-1} , диапазон $1130\text{-}1830 \text{ см}^{-1}$. В режиме конфокальности. Погрешность определения значения полуширины на полувысоте алмазного пика 1332 см^{-1} складывается из нескольких факторов:

- а) Собственная ширина лазерной линии возбуждения 532 нм ($<0.1 \text{ см}^{-1}$)
- б) Дисперсия используемой дифракционной решетки (для решетки 3000 штр/мм в данном приборе не превышает $0,2 \text{ см}^{-1}$)
- в) Дискретность (разрешение) CCD матрицы – 4096 пикселей на 400 см^{-1} (для решетки 3000 штр/мм) что дает разрешение не хуже $0,1 \text{ см}^{-1}$

Таким образом, общая погрешность суммарно не превышает $0,4 \text{ см}^{-1}$ (менее 10% при ширине линии 4 см^{-1}).

Значение реперной точки для данного кристалла в ненагруженном состоянии было зафиксировано 1332.5 см^{-1} . Фокусировка производилась в 10 разных точках, с выпуклой, а затем с вогнутой стороны кристалла. В действительности, в месте закрепления кристалла, где изгибающий момент

имеет максимальное значение, наблюдалось наибольшее частотное смещение алмазного пика. Как показано на рисунках 41,42 для случая одноосного сжатия на вогнутой стороне кристалла линия сместилась вправо, а для одноосного растяжения – влево. В главе 2 было показано, что в соответствии с теорией изгиба кристаллического тела, для случая цилиндрического изгиба выше и ниже некоторого нейтрального слоя монокристаллической треугольной алмазной пластины происходит одноосное растяжение и сжатие.

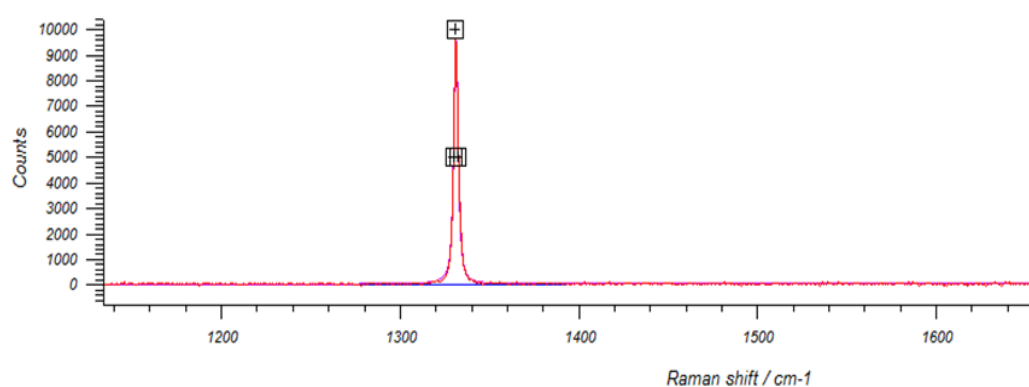


Рисунок 41. Частотное смещение при сканировании на выпуклой стороне вблизи крепления монокристаллической алмазной пластины

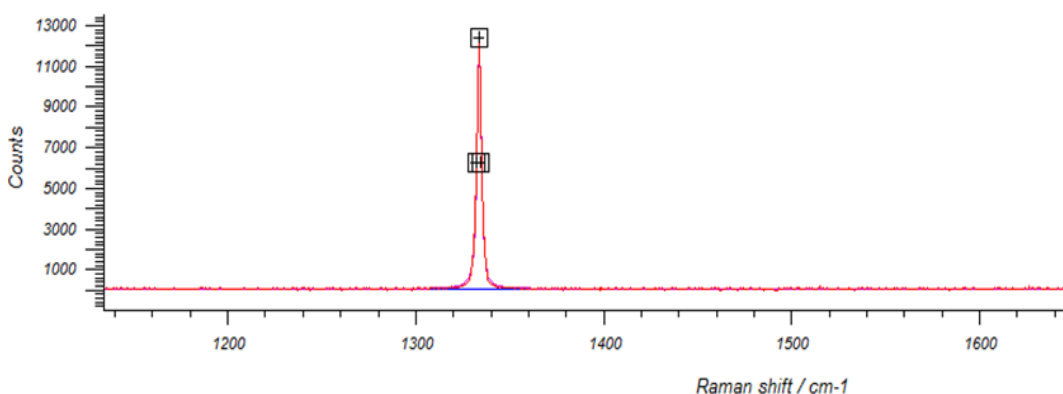


Рисунок 42. Частотное смещение при сканировании на вогнутой стороне вблизи крепления монокристаллической алмазной пластины

В сводной таблице 5 представлены результаты эксперимента по определению частотного смещения алмазного пика w_s (см^{-1}), при величине нормального напряжения 1.56 ГПа на вогнутой и выпуклой сторонах.

Таблица 5. Результаты эксперимента по определению частотного смещения алмазного пика w_s (см^{-1}).

Частотный сдвиг алмазного пика w_s (см^{-1})	
Выпуклая сторона	Вогнутая сторона
1331.64	1333.27
1331.02	1333.23
1331.57	1333.16
1331.46	1333.35
1331.23	1333.3
1331.17	1333.19
1331.08	1333.41
1331.49	1333.13
1331.11	1333.45
1331.05	1333.39

Среднее значение по 10 точкам для вогнутой стороны монокристаллической алмазной пластины составило:

$$w_s (\text{avg}) = 1333.26(\text{см}^{-1}),$$

Для выпуклой стороны:

$$w_s (\text{avg}) = 1331.28(\text{см}^{-1})$$

Тогда, по формуле зависимости смещения частоты от одноосного напряжения $\omega_s(\text{avg}) - \omega_0 = k \cdot \sigma_{[110]}$ определяем:

Для одноосного сжатия $k = 0.7$, для одноосного растяжения $k = -0.7$, с учетом общей погрешности метода.

3.4 Выводы по главе 3

Локальный дифракционный метод Лауэ показал свою высокую информативность при исследовании тонкой цилиндрически изогнутой алмазной пластины за счет возможности регистрации полной картины дифракции. На основе экспериментальных данных этого метода рассчитаны максимальные значения деформаций на поверхностях пластины в различных кристаллографических направлениях с учетом анизотропии упругих свойств алмаза. Сформулированы условия, при которых астеризм пятен Лауэ в равной степени зависит от наклона брэгговских плоскостей вследствие изгиба и деформации кристаллической решетки. Это позволяет использовать метод Лауэ для визуализации полей деформации в пластинах с большой кривизной изгиба. Высокие значения напряжений, достигающих нескольких единиц ГПа, открывают перспективу использования метода комбинационного рассеяния света, как независимого метода, для определения их значений по сдвигу алмазного пика 1332 см^{-1} . Были уточнены значения коэффициентов пропорциональности в формуле для расчета напряжений методом КРС на основе данных высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии. Методом КРС случай одноосного растяжения монокристалла алмаза ранее не исследовался. Продemonстрировано, что метод Лауэ можно использовать для управления дисперсионными характеристиками изогнутых пластин путем изменения диаметра рентгеновского пучка или радиуса изгиба. Универсальность конструкции для изгиба пластины позволяет на ее основе создавать многофункциональные рентгенооптические модули. В частности, используя пластины с разной кристаллографической ориентацией поверхности и толщиной, сравнимой с глубиной экстинкции, разрабатывать фокусирующие кристалл-монохроматоры широкодиапазонные энергодисперсионные

спектрографы для работы в геометрии на просвет. Высокое структурное совершенство алмазной пластины обеспечит возможность работы с когерентными рентгеновскими пучками. Разработанная методика обладает общностью и может быть использована для определения тензора деформаций и полей упругих напряжений в тонких изогнутых пластинах других монокристаллов.

Глава 4. ФОКУСИРУЮЩИЕ СВОЙСТВА ИЗОГНУТЫХ АЛМАЗОВ

Как было показано в первой главе, изогнутые кристаллы в геометрии Лауэ широко используются в высокоэнергетических рентгеновских пучках для обеспечения большой полосы пропускания энергии и высокого потока фотонов. Когда энергия составляет 10 кэВ или больше, геометрия Лауэ предлагает несколько преимуществ по сравнению с обычной геометрией Брэгга. При этих энергиях становится важным проникновение луча в кристалл. В случае Лауэ влияние геометрических aberrаций меньше, а толщина и асимметричный разрез кристалла могут быть оптимизированы для лучшего энергетического разрешения и более высокого потока фотонов.

Многофункциональные рентгенооптические модули на базе монокристалла алмаза, о которых говорится в 3 главе, подразумевают, что кристалл, зажатый в специальном держателе, может быть использован сразу для решения нескольких задач. Так как речь идет о тонких алмазных пластинах необходимо оценить, как будет вести себя фокусирующий Лауэ монохроматор на их основе. Постановка подобных экспериментов в лабораторных условиях чрезвычайно сложна, и тем более здесь не обойтись без предварительных расчетов.

4.1 Количественный расчет параметров сфокусированного рентгеновского пучка с помощью Лауэ кристалл-монохроматора с учетом профиля деформации

Моделирование проводилось в программе фазовой трассировки лучей SHADOW [17].

Программа SHADOW не может точно моделировать изогнутые кристаллы в Лауэ геометрии, так как нет учета сжатия – растяжения межатомных плоскостей. Разработка точной теории дифракции изогнутых кристаллов – сложная проблема из-за необходимости учёта неоднородной деформации. Цилиндрический и саггитальный изгиб кристалла приводят к искажению

решетки, что существенно влияет на ширину кривой качания. По мере уменьшения радиуса изгиба кристалл становится более изогнутым, что приводит к увеличению искажения атомных плоскостей. Расстояние между атомами d в области, близкой к выпуклой стороне изогнутого кристалла, больше, чем расстояние d атомов вблизи вогнутой стороны.

Для решения этой задачи была разработана «multi-lamellar» теория [78]. В ХОР.2.3 [131] интегрирован метод, где кристалл аппроксимируется ламеллярной моделью, так что он подразделяется на набор совершенных кристаллических слоев, каждый из которых динамически дифрагирует со своей определенной постоянной решетки. Ориентации каждой из этих ламелей и, следовательно, брэгговских плоскостей внутри изменяются в зависимости от радиуса изгиба и угла асимметрии. Количество ламелей η является функцией глубины T кристалла от входной поверхности [132]:

$$\eta = \eta_0 + cA, \quad (50)$$

где η_0 начальный слой от входной поверхности, A – приведенная толщина в единицах глубины экстинкции, определяемая выражением:

$$A = \frac{\pi P |\chi_H|}{\lambda \sqrt{|\gamma_0 \gamma_h|}} T, \quad (51)$$

где P – поперечное сечение, $|\gamma_0 \gamma_h|$ – направляющие косинусы падающего и дифрагированного пучков, λ – длина волны.

Параметр c равен:

$$c = \frac{d\eta}{dA}, \quad (52)$$

Общая отражательная способность кристалла Лауэ, состоящего из η ламелей, равна [167]:

$$R = \sum_{j=1}^n \{r_j e^{-\mu(n-j)L_h} (\prod_{k=0}^{j-1} t_k)\}, \quad (53)$$

где $L_h = \Delta T / \gamma_h$ – путь дифрагированного рентгеновского пучка в одной ламели.

Хотя кристалльная рентгеновская оптика широко представлена в SHADOW, реализация хода лучей имеет особенности. В SHADOW, как известно, генерируется дискретный набор лучей, выходящих из источника. Лучи отражаются, преломляются и поглощаются при проходе через систему; при этом меняется их интенсивность. Исчезнуть луч может только в том случае, если он не попал в рабочую апертуру оптического элемента или щель. В остальных случаях, т.е. почти всегда, все лучи источника дойдут до детектора (если конечно правильно расположить детектор на их пути, с правильной стороны зеркала и кристалла). Вся информация о реальных дифракционных и отражательных кривых содержится в конечной интенсивности лучей.

Каждая утилита XCRYSTAL, BRAGG и XCRYSTAL_bent при завершении расчёта создаёт ASCII файл с рассчитанной дифракционной кривой (также создаёт и другие файлы):

XCRYSTAL - diff_pat.dat

BRAGG – reflec.dat (можно менять название)

XCRYSTAL_bent - cryst_ml.dat (для ML метода) и cryst_pp.dat (для PP метода)

Все файлы имеют разный формат данных. Например, файл diff_pat.dat содержит углы падающего излучения в микрорадианах, а не градусах, а коэффициенты отражения выводятся в трёх колонках, отдельно для круговой, s- и p-поляризации.

Для неполяризованного излучения трубки их использовать напрямую нельзя.

В данной работе кривая дифракции/отражения для изогнутого кристалла рассчитывалась утилитой XCRYSTAL_bent с выходным файлом cryst_ml.dat. Входные параметры представлены в таблице 6.

Таблица 6. Входные параметры для моделирования кривой дифракционного отражения

Кристалл	Индексы Миллера (hkl)	Расчетная модель	Энергия фотонов
Алмаз	110	Multilamellar v. 1.0	8000 эВ
Угол асимметрии [°] (к поверх.)	Радиус кривизны [см]	Толщина кристалла [мм]	Коэффициент Пуассона
90	8	0.04	0.02

Результат моделирования кривой дифракционного отражения с использованием теории “Multilamellar v1.0” для тонкой изогнутой алмазной пластины представлен на рисунке 43. Угол падения в `cryst_ml.dat` отсчитывается от угла Брэгга по отношению к поверхности. В Лауэ при 90 град асимметричного среза угол падения будет равен углу Брэгга. Угол Брэгга в данной постановке равен 37.91 °.

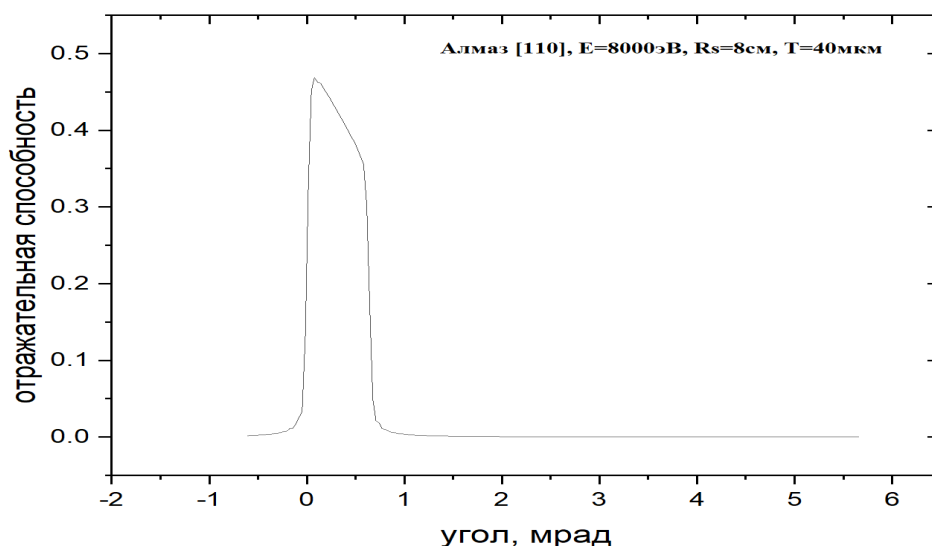


Рисунок 43. Смоделированная кривая дифракционного отражения для изогнутой тонкой алмазной пластины

Все утилиты расчёта изогнутых кристаллов рассчитывают кривые дифракции отражения только для одной заданной длины волны (1D-кривую), в отличие от утилиты BRAGG, которая считает таблицу для разных длин волн и углов т.е., 2D-кривую, позволяющую использовать полихроматическое излучение при моделировании оптики. Поэтому, использование утилит XCRYSTAL и XRYSTAL_bent и их выходных файлов вместо BRAGG невозможно напрямую.

Далее берется вогнутое сферическое зеркало с идеальным отражением и «бесконечными размерами». Запускается SHADOW со своими параметрами: монохроматичный источник, радиус кривизны, расстояния, угол падения и т.п. Длина волны (энергия), радиус кривизны и угол падения должны соответствовать параметрам в программе XRYSTAL_bent. В файл angle.01 необходимо посмотреть на вторую колонку, где показаны углы падения на зеркало, сравнить с углами в cryst_ml.dat (нужно добавить к последним угол Брэгга). Когда диапазон кривой дифракции перекрывает диапазон углов падения на зеркало – результат можно считать удовлетворительным. Если нет – делается пересчет XRYSTAL_bent на более широкий диапазон γ . Объяснение того, что для Лауэ кристалла при асимметричном срезе, равном 90 градусов, угол падения будет равен углу Брэгга представлено на рисунке 44.

Важно отметить здесь, что кривая дифракции кристалла может быть очень узкой, бессмысленно «гнаться» за всеми падающими углами на зеркало, т.к. они всё равно не отражаются. Лучше в разумных пределах уменьшить величину угловой расходимости источника.

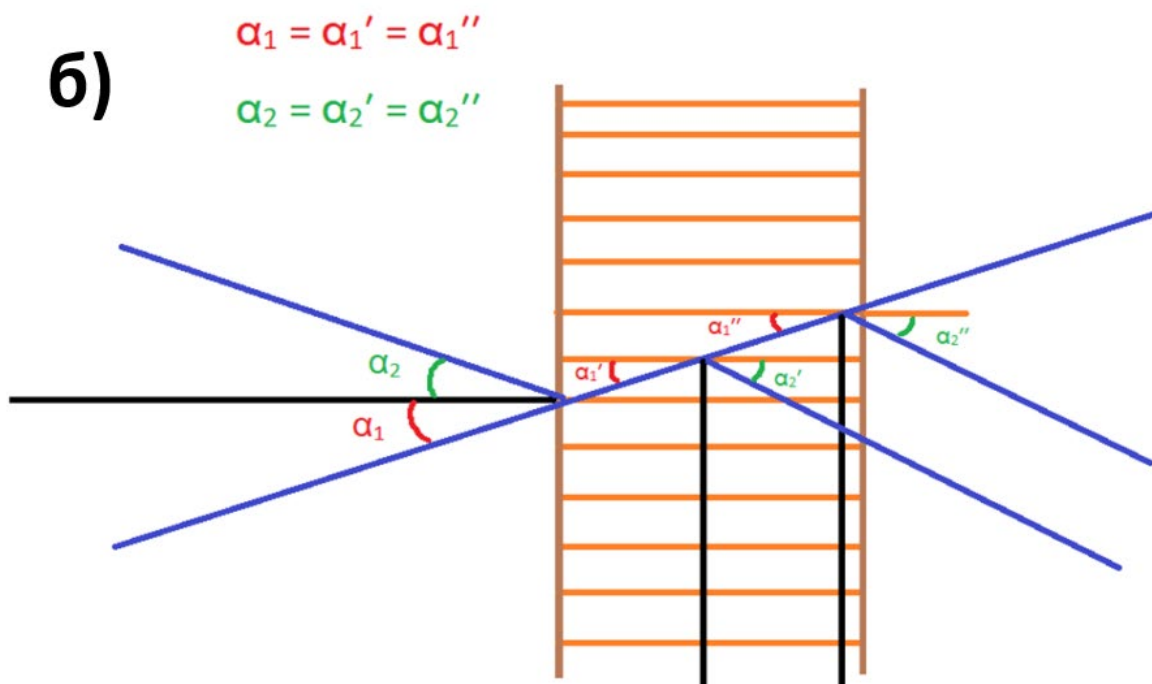
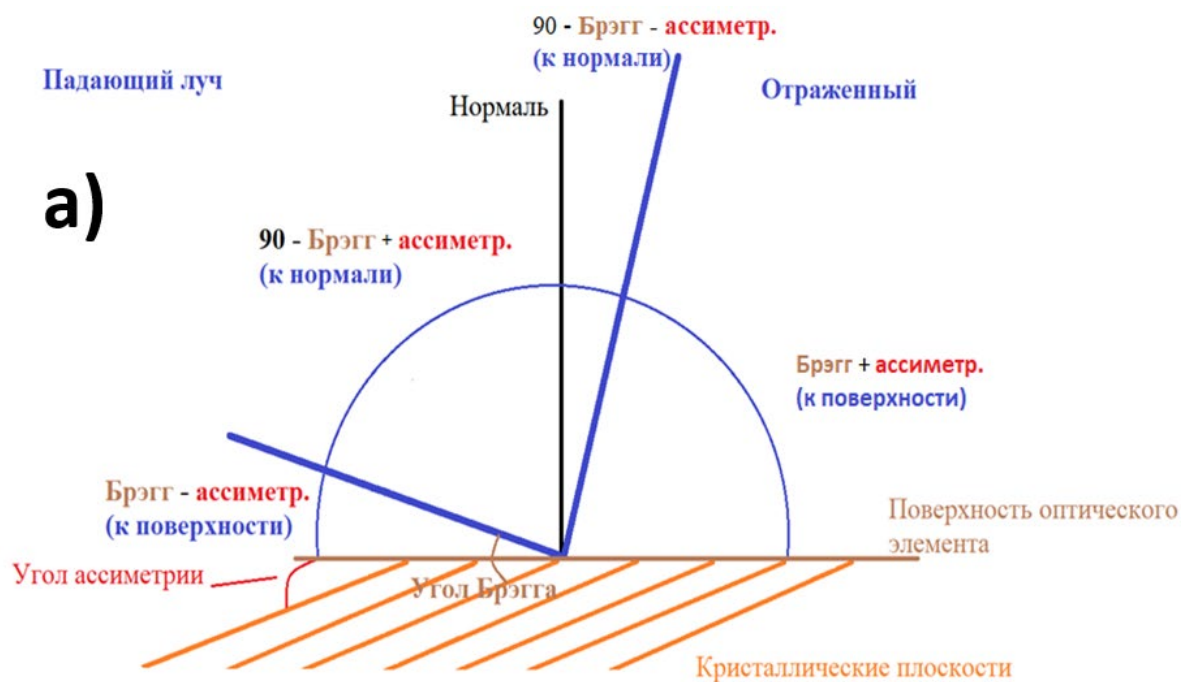


Рисунок 44. а) Общая схема отсчета углов в рентгеновской оптике, б) Схема фокусировки симметричным Лауэ-монокроматором, где лучи на отражение равны по углу лучам, прошедшим кристалл насквозь и дифрагированным с обратной стороны

В данной модели реализуется достаточно малый радиус изгиба $R_m = 8$ см, поэтому расстояние от источника до кристалла составило $F_1 = 8$ см, расстояние от кристалла до фокуса $F_2 = 4$ см, зависимость радиуса кривизны и фокусного расстояния определяется по формуле для сферического зеркала[126]:

$$R_m = \frac{2}{\sin\theta} \frac{F_1 F_2}{(F_1 + F_2)} \quad (54)$$

Потребовалось применение макроса и задание монохроматического источника.

```
; initialize star.01 and angle.01 files (запускаем трассировку)
shadow_run,/trace
; считываем файл angle.01 с ray_number angle_inc_deg angle_ref_deg
a = rascii('angle.01')
; нужна только вторая колонка (angle_inc_deg)
a1 = reform(a[1,*])
help,a1
; теперь считываем файл с дифракционным профилем cryst_ml1.dat
;(для изогнутого кристалла в данном случае рассчитано с использованием
хор/crystal_bent)
p = rascii('cryst_ml!!!.dat')
; нужны колонки angle_deg (col2) и reflectivity (col 6)
p1 = p[[1,5],*]
help,p1
; добавляем к первой колонке угол Брэгга
p1[0,*] = p1[0,*] + 37.9157732
; для каждого луча получаем его новую отражательную способность,
интерполируя угол
int = interpol(p1[1,*],p1[0,*],a1)
help,int
; считываем файл star.01
```



```

s = readsh('star.01')
tmp = s.ray[[6,7,8,15,16,17],*]
help,tmp
for i=0,5 do tmp[i,*] = tmp[i,*]*int
help,tmp
s.ray[[6,7,8,15,16,17],*] = tmp
help,tmp
; переписываем star.01 файл
putrays, s, 'star.01'

```

В качестве источника было выбрано монохроматическое излучение с фиксированной энергией 8000 эВ. Пространственное сечение пучка задавалось прямоугольным, высота составила 1 мм, длина 0.1 мм. Угловая расходимость однородная. Количество заданных лучей (10000) определяет интенсивность пучка (один луч – один фотон). Результат фокусировки представлен на рисунке 45. При фокусировке по Лауэ, основной пучок пронизывает кристалл насквозь и уходит дальше по пути своего первоначального распространения. В фокусное пятно приходит лишь небольшая часть фотонов, в данной модели в фокусе оказалось чуть более 8% лучей от первоначально заданных 10000. Параметры оптической схемы представлены в сводной таблице 7. Суммарную интенсивность в пятне делим на площадь прямоугольного пятна. В данном случае пятно в сечении прямоугольное, следовательно: $S = \text{ширина} \times \text{высоту}$. Для расчета несфокусированного потока убирается оптический элемент (алмазный кристалл) и рассчитывается, что будет в этом же месте, в той же плоскости с учетом угловой расходимости. Результаты расчета представлены в таблице 8. Для нормировки на фотоны необходимо знать, сколько фотонов (не лучей) излучает источник в заданный угол.

Тогда количество фотонов в пятне:

$$\text{кол. фотонов в пятне} = \text{нач. кол. фотонов} \times \frac{\text{конеч.интенс.}}{\text{нач.интенс.(по лучам)}} \quad (55)$$

Таблица 7. Сводная таблица оптической схемы фокусировки по Лауэ

Геометрический источник	
Количество лучей	10000
Прямоугольное сечение пучка (мм)	1 X 0.1
Угловая расходимость вертикальная (рад)	2E-004
Угловая расходимость горизонтальная (рад)	2E-003
Энергия фотонов eV	8000
Лауэ кристалл монохроматор	
Кристалл	алмаз
Индексы Миллера	110
Толщина кристалла (мм)	0.04
Радиус кривизны (см)	58
Угол асимметричного среза	90°
Фокусирующее зеркало	
Расстояние от источника (щели) (см)	2700
Фокусное расстояние (см)	600
Скользкий угол	37.91 °
Прошедший-отраженный угол	37.91 °

Таблица 8. Интенсивность лучей в фокусе и вне фокуса для энергии 8 кэВ

Е (кэВ)	8 кэВ
Интенсивность в фокусе, $\times 10^3$ лучей мм ⁻²	77
Интенсивность вне фокуса, $\times 10^3$ лучей мм ⁻²	5

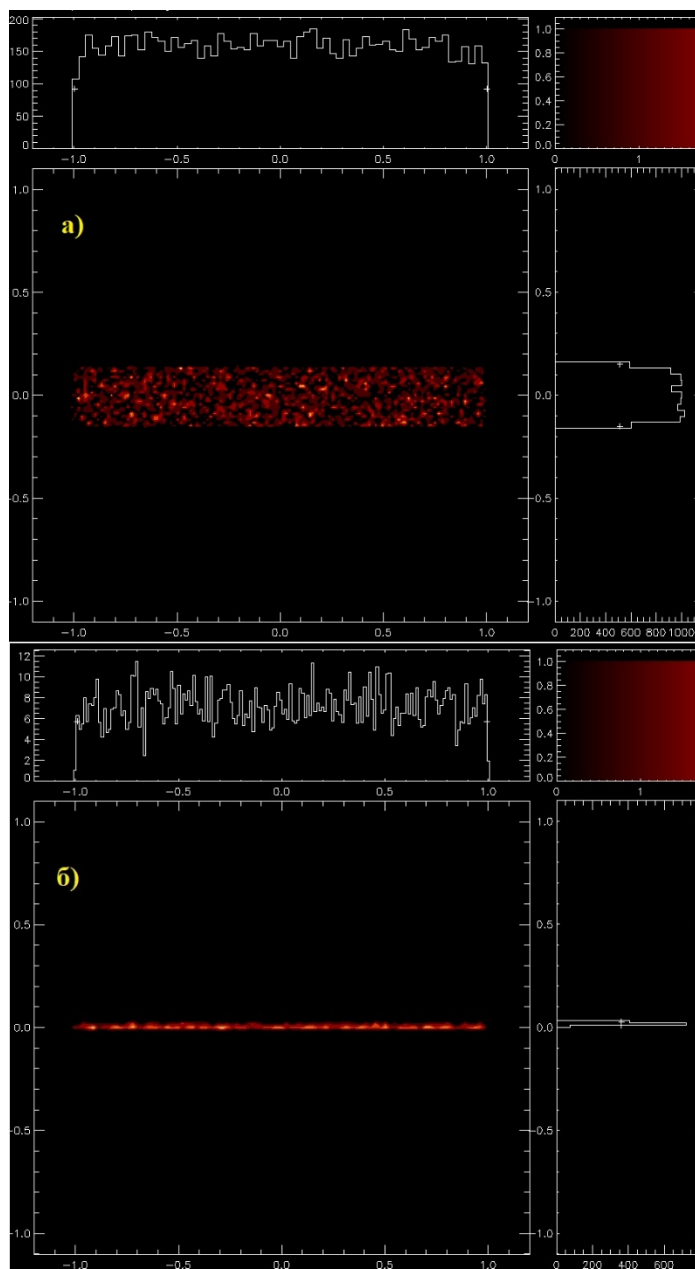


Рисунок 45. Выход рентгеновского пучка в сечении после щели (а) 10 мм x 0.2 мм; сфокусированное пятно алмазным Лауэ-монокроматором (б) 7 мм x 0.026 мм

Процедура нормировки делается в три этапа: 1) определяется поток фотонов для реального источника (Rigaku UltraX – 18) на определенной щели; 2) подставляется в программу фазовой трассировки лучей указанный размер щели, угловая расходимость, спектр исходного пучка и другие параметры экспериментальной схемы, после чего запускается программа с начальным количеством лучей; 3) вычисляется по формуле 53 количество фотонов на

детекторе при реальном источнике. Поток фотонов на определённой щели в данном случае берется из спецификации. Согласно расчетам, количество фотонов в пятне равно 57×10^5 импульсов в секунду.

4.2 Двумерная фокусировка с помощью двойного Лауэ монохроматора

Рентгеновская микроскопия является мощным инструментом, применяемым во многих областях науки, таких как материаловедение, биология, экология и энергетические исследования. Ранее были предложены и использованы различные типы рентгеновской фокусирующей оптики: Френелевские зонные пластинки [133], многослойные линзы Лауэ (МЛЛ) для высокоэффективной нанофокусировки в режиме жесткого рентгеновского излучения [134,135], эллиптические зеркала по схеме Кирпатрика – Баеза [136].

Тонкие алмазные треугольные пластины с чистым изгибом, закрепленные в специальном разработанном держателе, могут применяться как для фокусировки, так и для анализа спектров в геометриях Лауэ и Брэгга. Поэтому имеет смысл рассмотреть возможность двумерной фокусировки, для расширения возможностей данного рентгенооптического модуля.

В работе [137] представлены некоторые результаты динамической теории Лауэ-фокусировки рентгеновских лучей, дифрагированных на цилиндрически изогнутых кристаллах, в двух перпендикулярных плоскостях. При определенной ориентации кристаллов происходит двумерная фокусировка рентгеновского излучения, приводящая к появлению точечного фокуса.

Геометрические условия двумерной фокусировки Лауэ задаются следующим выражением:

$$\frac{1}{a_0} + \frac{1}{a_h} = \mp k \frac{\tan \theta_B t}{\sigma_h}, \quad (56)$$

где $\sigma_h = k \chi_h / 2 \sin \theta_B$, $a_0 = \gamma_0^2 / L_0 - \gamma_0 / R$, $a_h = \gamma_h^2 / L_h - \gamma_h / R$, где γ_0 и γ_h – направляющие косинусы падающей и дифрагированной волн соответственно, а R – радиусы изгиба первого и второго кристаллов, χ_h – Фурье компонента

разложения поляризуемости по векторам обратной решетки, t – толщина кристалла, $k = 2\pi/\lambda$. Знаки « \pm » в формуле относятся к слабо и сильно поглощаемым Блоховским волнам соответственно.

В случае тонких кристаллов (формально $t \rightarrow 0$) формула (53) дает формулу Лауэ линз для случая кинематической фокусировки:

$$\frac{\gamma_0^2}{L_0} + \frac{\gamma_h^2}{L_h} = \frac{\gamma_0 - \gamma_h}{R}, \quad (57)$$

где L_0 – расстояние от источника до первого кристалла, L_h – расстояние от второго кристалла до фокуса.

С помощью имеющегося функционала в программе фазовой трассировки лучей SHADOW можно построить модель по 2D фокусировке с применением оптических элементов типа refractor, повернутых друг относительно друга на 90° .

Источник двумерный (плоский) 8 кэВ, всего сгенерировано 50000 лучей. Пространственные характеристики источника: прямоугольный, исходная ширина 1 мм, высота - 0,1 мм. Тип распределения Ламбертовский, угловая расходимость однородная: +X – $0.5 \cdot 10^{-6}$ рад., -X: – $0.5 \cdot 10^{-6}$ рад., +Z – $0.4 \cdot 10^{-5}$ рад., -Z: – $0.4 \cdot 10^{-5}$ рад.

Первый кристалл(алмаз) находится на расстоянии 600 см от источника, асимметричный угол среза 35° , угол падения 32.85° , угол отражения/дифракции 102.85° , радиус изгиба кристалла 23.41 см, фокусная точка отнесена на расстояние 10 см. Через 20 см лучи падают на второй кристалл (алмаз), повернутый на 90° . Угол падения 41.85° , угол отражения/дифракции 93.85° , радиус изгиба кристалла 25.43 см, фокус отнесен на расстояние 18 см.

Сечение пучка, падающего на второй кристалл, составило 0.03 см x 0.02 см. (рис. 46).

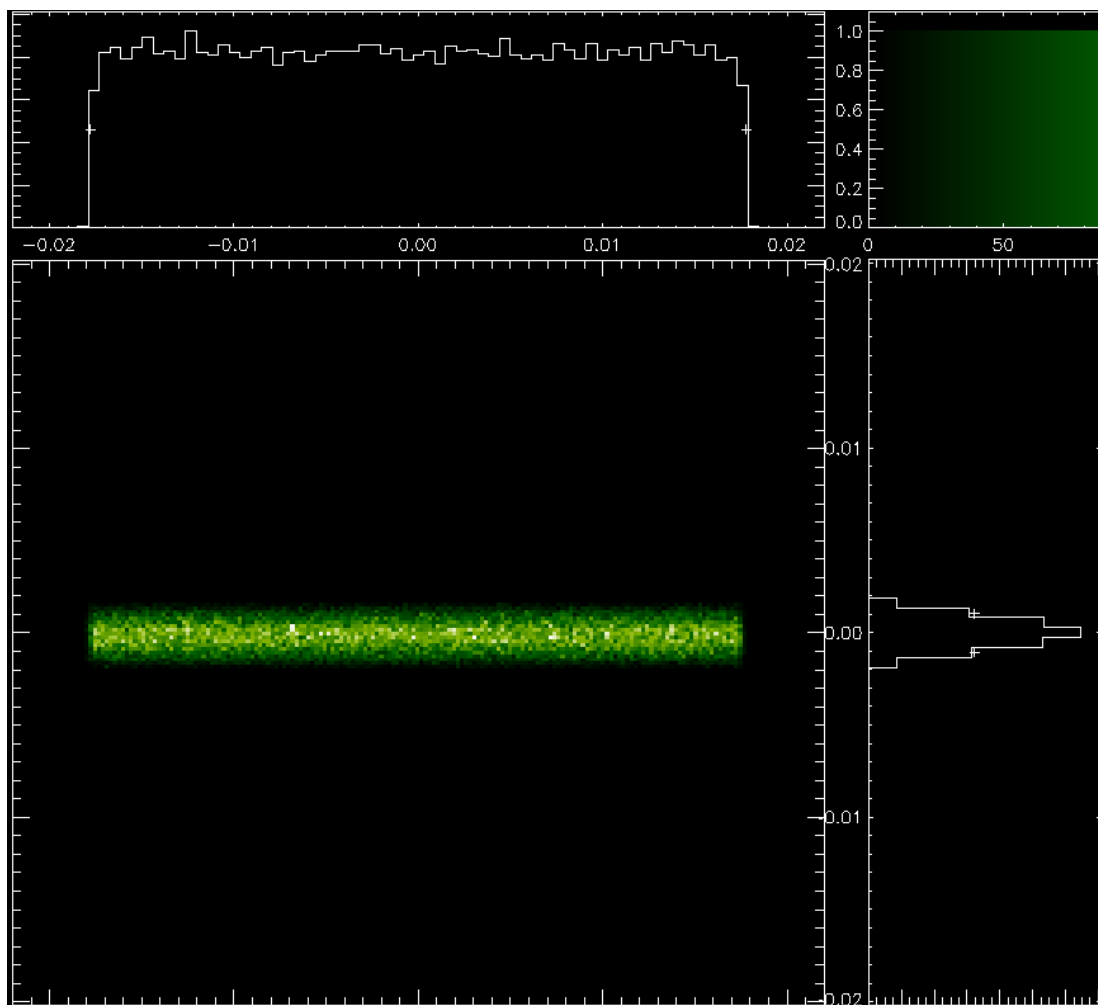


Рисунок 46. Footprint, сфокусированный пучок первым кристаллом падает на второй, линейные размеры 0.03 см x 0.02 см

На второй кристалл упало 8574 луча. Толщина кристаллов составила 0.08 мм. У обоих оптических элементов была включена автоподстройка по энергии и углу ассиметричного среза. Результат финальной фокусировки представлен на рисунке 47. Произошло сжатие сечения пучка по второй координате до 1 мкм. В фокус пришло 318 лучей. В данной модели дифракционные кривые отражения подгружались в обоих случаях для плоских кристаллов.

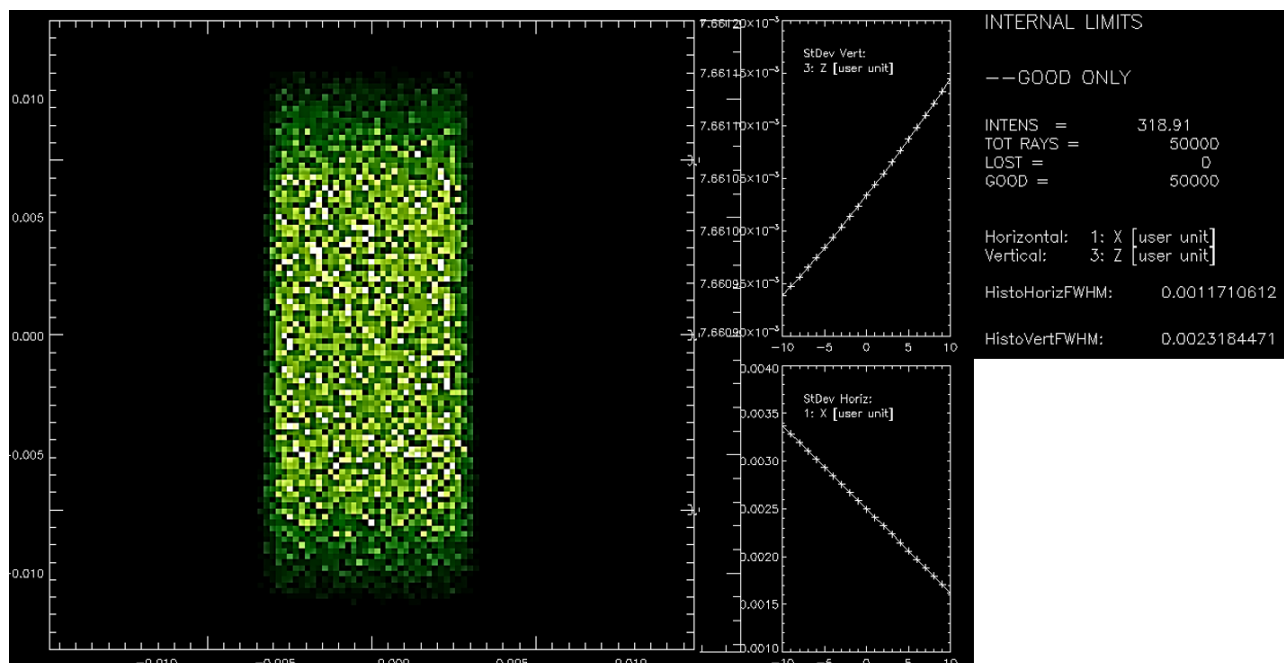


Рисунок 47. Пятно в фокусе, полученное двумя Лауэ кристаллами ~ 1 мкм x 2 мкм

4.2 Выводы по главе 4

Построена теоретическая модель фокусирующего Лауэ-монокроматора на основе тонкой алмазной пластины с помощью программы фазовой трассировки лучей SHADOW и вспомогательных модулей. Модель адаптирована для случая изогнутой кристаллической оптики. Произведена нормировка на фотоны для реального лабораторного источника: количество импульсов/сек в фокусе составило 57×10^5 . В данной программе возможно смоделировать 2D фокусировку двойным Лауэ-монокроматором. Пятно в фокусе, полученное двумя Лауэ кристаллами, составило ~ 1 мкм x 2 мкм.

ВЫВОДЫ

1. Исследовано распределение упругих напряжений в объеме тонких изогнутых алмазных пластин. Рассчитаны критические значения напряжений с ориентацией поверхности (111) – 2.5 ГПа, и (110) – 2.8 ГПа. Показано, что треугольная форма алмаза, с консольным типом закрепления и приложением точечной силы в вершину позволяет добиться чистого изгиба.
2. Установлена связь теории упругости анизотропного кристалла с теорией дифракции рентгеновских лучей в первом приближении. На основе этой связи определены величины деформаций для диапазона рефлексов на экспериментальной картине Лауэ. Определены условия, при которых астеризм пятен Лауэ в равной степени зависит от наклона брэгговских плоскостей и деформации кристаллической решетки вследствие изгиба.
3. Разработана методика in-situ определения радиусов изгиба алмазных пластин с привязкой к линиям рентгеновского характеристического излучения лабораторного источника.
4. Исследовано одноосное растяжение/сжатие алмаза методами ДВР и КРС. Определён коэффициент пропорциональности для случая одноосного растяжения алмаза с ориентацией поверхности (110) в формуле расчета напряжений методом КРС: $k = -0.7$.
5. Предложена теоретическая модель по одномерной фокусировке при помощи изогнутого алмазного Лауэ-монокроматора, учитывающая профиль деформации. Произведена нормировка на фотоны для реального лабораторного источника: количество импульсов/сек в фокусе составило 57×10^5 .

СПИСОК ЦИТИРУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Prelas M.A., Popovici G., Bigelow L.K. Handbook of Industrial Diamonds and Diamond Films. 2018.
2. Stoupin S., Shvyd'ko Y. V. Thermal Expansion of Diamond at Low Temperatures // Phys. Rev. Lett. American Physical Society, 2010. Vol. 104, № 8. P. 85901.
3. Stoupin S., Shvyd'ko Y. V. Ultraprecise studies of the thermal expansion coefficient of diamond using backscattering x-ray diffraction // Phys. Rev. B. American Physical Society, 2011. Vol. 83, № 10. P. 104102.
4. Als-Nielsen J., Freund A.K. Monochromator on a synchrotron undulator source for liquid surface studies // Rev. Sci. Instrum. 1992. Vol. 63. P. 1156–1159.
5. Khounsary A.M. et al. Diamond monochromator for high heat flux synchrotron x-ray beams // Proc.SPIE. 1993. Vol. 1739. P. 628–642.
6. Berman L.E. et al. Diamond crystal X-ray optics for high-power-density synchrotron radiation beams // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip. 1993. Vol. 329, № 3. P. 555–563.
7. Freund A.K. Diamond single crystals: the ultimate monochromator material for high-power x-ray beams // Opt. Eng. 1995. Vol. 34, № 2. P. 432–440.
8. Fernandez P.B. et al. Test of a high-heat-load double-crystal diamond monochromator at the Advanced Photon Source // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip. 1997. Vol. 400, № 2. P. 476–483.
9. Giles C.M. et al. X-ray phase plate for energy-dispersive and monochromatic experiments // Proc.SPIE. 1994. Vol. 2010. P. 136–149.
10. Bloch J.M. et al. Transparent Nondiffracting Polarization Rotation Regime: A Synchrotron X-ray Study // Phys. Rev. Lett. American Physical Society, 1995. Vol. 75, № 2. P. 256–259.
11. Shvyd'Ko Y. et al. Near-100% Bragg reflectivity of X-rays // Nat. Photonics. 2011. Vol. 5. P. 539–542.

12. Amann J. et al. Demonstration of self-seeding in a hard-X-ray free-electron laser // Nat. Photonics. 2012. Vol. 6, № 10. P. 693–698.
13. Stoupin S. et al. Hybrid diamond-silicon angular-dispersive x-ray monochromator with 0.25-meV energy bandwidth and high spectral efficiency // Opt. Express. 2013. Vol. 21. P. 30932–30946.
14. Stoupin S. et al. All-diamond optical assemblies for a beam-multiplexing X-ray monochromator at the Linac Coherent Light Source // J. Appl. Crystallogr. 2014. Vol. 47. P. 1329.
15. Polikarpov M. et al. Large-acceptance diamond planar refractive lenses manufactured by laser cutting // J. Synchrotron Radiat. 2015. Vol. 22. P. 23–28.
16. Petrov I., Boesenberg U., Bushuev V., et al. Performance of a cryo-cooled crystal monochromator illuminated by hard X-rays with MHz repetition rate at the European X-ray Free-Electron Laser // Opt. Express. 2022. Vol. 30. 4978-87
17. Kaganer, V. M., et al. Resolution of a bent-crystal spectrometer for X-ray free-electron laser pulses: diamond versus silicon. // Acta Cryst. 2021. A77.
18. Lee H.J., Zhang Z.M. Applicability of Phase Ray-Tracing Method for Light Scattering from Rough Surfaces // J. Thermophys. Heat Transf. American Institute of Aeronautics and Astronautics, 2007. Vol. 21, № 2. P. 330–336.
19. Sánchez del Río M. et al. SHADOW3: A new version of the synchrotron X-ray optics modelling package // J. Synchrotron Radiat. 2011. Vol. 18. P. 708–716.
20. Journal of Thermophysics and Heat Transfer Editor-in-Chief: Greg F. Naterer Frequency: Quarterly eISSN: 1533-6808, 21, 330– 336.
21. А.И. Китайгородский, “Рентгеноструктурный анализ”, 1950.- 295 с.
22. Larson B.C. et al. Three-dimensional X-ray structural microscopy with submicrometre resolution // Nature. 2002. Vol. 415, № 6874. P. 887–890.
23. Tamura N. et al. Scanning X-ray microdiffraction with submicron white beam for strain/stress and orientation mapping // J. Synchrotron Radiat. 2003. Vol. 10. P. 137–143.
24. Tamura N. et al. High spatial resolution grain orientation and strain mapping in thin films using polychromatic submicron X-ray diffraction. // Appl. Phys. Lett.

- v.80, 3724-3726. 2002. Vol. 80.
25. Tamura N. et al. Submicron X-ray diffraction and its applications to problems in materials and environmental science. // *Rev. Sci. Instruments*, v.73, 1369-1372. 2002. Vol. 73.
 26. Rogan R. et al. Direct Measurement of Triaxial Strain Fields Around Ferroelectric Domains Using X-Ray Microdiffraction // *Nat. Mater.* 2003. Vol. 2. P. 379–381.
 27. Ice G. et al. Polychromatic X-ray microdiffraction studies of mesoscale structure and dynamics // *J. Synchrotron Radiat.* 2005. Vol. 12. P. 155–162.
 28. Ice G., Pang J. Tutorial on x-ray microLaue diffraction // *Mater. Charact.* 2009. Vol. 60. P. 1191–1201.
 29. Kunz M. et al. A dedicated superbend X-ray microdiffraction beamline for materials // *Geo-, Environ. Sci. Adv. Light Source Rev. Sci. Instruments.* 2009. Vol. 80.
 30. Korsunsky A.M. et al. Analysis of the internal structure and lattice (mis)orientation in individual grains of deformed CP nickel polycrystals by synchrotron X-ray micro-diffraction and microscopy // *Int. J. Fatigue.* 2012. Vol. 42. P. 1–13.
 31. Villanova J. et al. Multiscale measurements of residual strains in a stabilized zirconia layer // *J. Appl. Crystallogr.* 2012. Vol. 45, № 5. P. 926–935.
 32. Hofmann F. et al. X-ray micro-beam characterization of lattice rotations and distortions due to an individual dislocation // *Nat. Commun.* 2013. Vol. 4. P. 2774.
 33. Kirchlechner C. et al. On the reversibility of dislocation slip during small scale low cycle fatigue // *Acta Mater.* 2015. Vol. 94. P. 69–77.
 34. Chung J.-S., Ice G. Automated indexing for texture and strain measurement with broad-bandpass X-ray microbeams // *J. Appl. Phys.* 1999. Vol. 86. P. 5249–5255.
 35. Abboud A. et al. Single-shot full strain tensor determination with microbeam X-ray Laue diffraction and a two-dimensional energy-dispersive detector // *J. Appl. Crystallogr.* 2017. Vol. 50.

36. Tardif S. et al. Lattice strain and tilt mapping in stressed Ge microstructures using X-ray Laue micro-diffraction and rainbow-filtering // J. Appl. Crystallogr. 2016. Vol. 49.
37. Robach O. et al. A tunable multi-color. 2012.
38. Bowen D.K., Tanner B.K. // Materials Science Reports. 1992. V 8. P. 369.
39. Suvorov É. V et al. Investigation of image formation of straight-line dislocations in the case of extinction contrast // Phys. Status Solidi. 1974. Vol. 26. P. 385–395.
40. Суворов Э.В., Горелик О.С., Пономарева Р.Р. // Кристаллография. 1976 Т. 21 № 6 С.1151.
41. Zaumseil P. Investigations of crystal defects with reflection-section topography // Krist. und Tech. John Wiley & Sons, Ltd, 1978. Vol. 13, № 8. P. 983–990.
42. Суворов Э.В., Смирнова И.А. Особенности образования изгибных интерференционных полос на рентгеновских секционных топограммах в брэгговской геометрии // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2021.
43. D. Keith Bowen, Brian K. Tanner, X-Ray Metrology in Semiconductor Manufacturing, 2006, P. 162.
44. Schmidbauer M., Kwasniewski A., Schwarzkopf J. High-precision absolute lattice parameter determination of SrTiO₃, DyScO₃ and NdGaO₃ single crystals // Acta Crystallogr. B. 2012. Vol. 68. P. 8–14.
45. Г. С. Ландсберг, Л. И. Мандельштам, “О рассеянии света в кристаллах”// УФН, 93:2 (1967), 320–329; Zs. Phys., 50 (1928), 769–780.
46. Д.В. Сивухин, Оптика том 4. С. 650.
47. Wada N., Gaczi P.J., Solin S. “Diamond-like” 3-fold coordinated amorphous carbon // J. Non. Cryst. Solids. 1980. Vol. s 35–36. P. 543–548.
48. D. P., D. P. Springer Series in Materials Science. 1992. P. 78–114.
49. G. Placzek, “The Rayleigh and Raman Scattering” // University of California Radiation Laboratory (UCRL), Trans 526(L), Acadeische-Verlag, Leipzig, 1934, p. 205.

50. Brandmüller J. Neuere Gesichtspunkte zur analytischen Anwendung des Raman-Effektes // Fresenius' Zeitschrift für Anal. Chemie. 1959. Vol. 170, № 1. P. 29–43.
51. Cerdeira F. et al. Stress-Induced Shifts of First-Order Raman Frequencies of Diamond- and Zinc-Blende-Type Semiconductors // Phys. Rev. B. American Physical Society, 1972. Vol. 5. № 2. P. 580–593.
52. Grimsditch M.H. et al. Effect of uniaxial stress on the zone-center optical phonon of diamond // Phys. Rev. B. American Physical Society, 1973. Vol. 8, № 2. P. 901–904.
53. Venugopalan S., Ramdas A.K. Effect of Uniaxial Stress on the Raman Spectra of Cubic Crystals // Phys. Rev. B. American Physical Society, 1973. Vol. 8, № 2. P. 717–734.
54. Gupta Y. M., Hom P. D., Yoo C. S. // Appl. Phys. Letters. 1989. 55, 33.
55. Davies G. (ed.) (1994a): Properties and Growth of Diamond. INSPEC, London, UK.
56. Nazare M. H, Neves A. J. (eds.) (2001): Properties, Growth and Applications of Diamond, INSPEC, The Institution of Electrical Engineers, London, UK.
57. Ralchenko, V.G., Obraztsova, E.D., Korotushenko, K.G., Smolin, A.A., Pimenov, S.M., and Pereverzev, V.G., Stress in Thin Diamond Films on Various Materials Measured by MicroRaman Spectroscopy, Mechanical Behavior of Diamond and Other Forms of Carbon, Dror.
58. Ager J.W., Drory M.D. Quantitative measurement of residual biaxial stress by Raman spectroscopy in diamond grown on a Ti alloy by chemical vapor deposition // Phys. Rev. B. American Physical Society, 1993. Vol. 48. № 4. P. 2601–2607.
59. Boppart H., van Straaten J., Silvera I.F. Raman spectra of diamond at high pressures // Phys. Rev. B. American Physical Society, 1985. Vol. 32. № 2. P. 1423–1425.
60. Goncharov A. F., Makarenko I. N., Stishov S. M. Raman scattering from a diamond at pressures up to 72 GPa //JETP Letters. 1985. 41. 184 (in Russian).

61. Schiferl D. et al. The diamond C13/12C isotope Raman pressure sensor system for high-temperature/pressure diamond-anvil cells with reactive samples // J. Appl. Phys. 1997. Vol. 82, № 7. P. 3256–3265.
62. Popov M. Pressure measurements from Raman spectra of stressed diamond anvils // J. Appl. Phys. 2004. Vol. 95, № 10. P. 5509–5514.
63. Bragg, W. H. & Bragg, W. L. (1913). Proc. R. Soc. A, 89, 277–291.
64. Ю.В. Вульф. Избранные труды по кристаллофизике и кристаллографии. М.-Л.: Гос. изд-во технико-теоретической литературы, 1952. -326 с.
65. W. H. Zachariasen, "Theory of X-Ray Diffraction in Crystals", John Wiley and Sons, Inc. 1945.
66. James R.W. The Dynamical Theory of X-Ray Diffraction / ed. Seitz F., Turnbull D.B.T.-S.S.P. Academic Press, 1963. Vol. 15. P. 53–220.
67. R. W. James, "Optical Principles of the Diffraction of X-Rays", G. Bell and Sons, 1950.
68. Batterman B.W., Cole H. Dynamical Diffraction of X Rays by Perfect Crystals // Rev. Mod. Phys. American Physical Society, 1964. Vol. 36, № 3. P. 681–717.
69. Johann H. Die Erzeugung lichtstarker Röntgenspektren mit Hilfe von Konkavkristallen // Z. Phys. 1931. Vol. 69. P. 185–206.
70. Johansson T. Über ein neuartiges, genau fokussierendes Röntgenspektrometer // Zeitschrift für Phys. 1933. Vol. 82, № 7. P. 507–528.
71. Hámos L. Röntgenspektroskopie und Abbildung mittels gekrümmter Kristallreflektoren. I. Geometrisch-optische Betrachtungen // Ann. Der Phys. - ANN PHYS-BERLIN. 1933. Vol. 409. P. 716–724.
72. Shastri S. et al. Cryogenically cooled bent double-Laue monochromator for high-energy undulator X-rays (50–200 keV) // J. Synchrotron Radiat. 2002. Vol. 9. P. 317–322.
73. Suortti P., Thomlinson W. A bent laue crystal monochromator for angiography at the NSLS // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip. 1988. Vol. 269. № 3. P. 639–648.
74. Ren B. et al. A bent Laue–Laue monochromator for a synchrotron-based

- computed tomography system // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip. 1999. Vol. 428. P. 528–550.
75. Suortti P., Schulze C. Fixed-Exit Monochromators for High-Energy Synchrotron Radiation // J. Synchrotron Radiat. 1995. Vol. 2. P. 6–12.
 76. Suortti P., Lienert U., Schulze C. Bent crystal optics for high energy synchrotron radiation // AIP Conf. Proc. 1997. Vol. 389. № 1. P. 175–192.
 77. Zhong Z. et al. Sagittal focusing of high-energy synchrotron X-rays with asymmetric Laue crystals. I. Theoretical considerations // J. Appl. Crystallogr. - J APPL CRYST. 2001. Vol. 34. P. 504–509.
 78. Shi X. et al. Surface Curvatures and Diffraction Profiles of Sagittally Bent Laue Crystals // J. Appl. Crystallogr. 2011. Vol. 44.
 79. Shi X., Ghose S., Dooryhee E. Performance calculations of the X-ray powder diffraction beamline at NSLS-II // J. Synchrotron Radiat. 2013. Vol. 20. P. 234–242.
 80. Shi X. Simulation of diffraction profiles for sagittally bent Laue crystals // Proc.SPIE. 2011. Vol. 8141. P. 81410W.
 81. Zhong Z. et al. Rocking-curve width of sagittally bent Laue crystals // Acta Crystallogr. A. 2002. Vol. 58. P. 487–493.
 82. Zhong Z. et al. A lamellar model for the X-ray rocking curves of sagittally bent Laue crystals // Acta Crystallogr. A. 2003. Vol. 59. P. 1–6.
 83. Sánchez del Río M. et al. Simulation of X-ray diffraction profiles for bent anisotropic crystals // J. Appl. Crystallogr. 2015. Vol. 48.
 84. Lienert U. et al. Focusing Optics for High-Energy X-Ray Diffraction // J. Synchrotron Radiat. 1998. Vol. 5. P. 226–231.
 85. Zontone F., Comin F. Heat load and anticlastic effect compensation on an ESRF monochromator: An exhaustive ray-tracing study for a meridional-sagittal geometry // Rev. Sci. Instrum. 1992. Vol. 63, № 1. P. 501–504.
 86. Tolentino H. et al. Aberration-free and harmonic-free optics for time-resolved X-ray absorption spectroscopy using synchrotron radiation // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip. 1990.

Vol. 289. № 1. P. 307–316.

87. Zhu D. et al. A single-shot transmissive spectrometer for hard x-ray free electron lasers // *Appl. Phys. Lett.* 2012. Vol. 101. № 3. P. 34103.
88. Boesenberg U. et al. X-ray spectrometer based on a bent diamond crystal for high repetition rate free-electron laser applications // *Opt. Express*. Optica Publishing Group, 2017. Vol. 25, № 3. P. 2852–2862.
89. Terentyev S. et al. Curved diamond-crystal spectrographs for x-ray free-electron laser noninvasive diagnostics // *Rev. Sci. Instrum.* 2016. Vol. 87, № 12. P. 125117.
90. Rich D. et al. The LCLS variable-energy hard X-ray single-shot spectrometer // *J. Synchrotron Radiat.* 2015. Vol. 23. P. 3–9.
91. Makita M. et al. High-resolution single-shot spectral monitoring of hard x-ray free-electron laser radiation // *Optica*. Optica Publishing Group, 2015. Vol. 2, № 10. P. 912–916.
92. Kujala N. et al. Hard x-ray single-shot spectrometer at the European X-ray Free-Electron Laser // *Rev. Sci. Instrum.* 2020. Vol. 91, № 10. P. 103101.
93. Kaganer V., Petrov I., Samoylova L. Resolution of a bent-crystal spectrometer for X-ray free-electron laser pulses: diamond versus silicon // *Acta Crystallogr. Sect. A Found. Adv.* 2021. Vol. 77.
94. Hart M., Berman L. X-ray Optics for Synchrotron Radiation; Perfect Crystals, Mirrors and Multilayers // *Acta Crystallogr. Sect. A*. 1998. Vol. 5. № 6 Part 1. P. 850–858.
95. Wolter H. Spiegelsysteme streifenden Einfalls als abbildende Optiken für Röntgenstrahlen // *Ann. Phys.* John Wiley & Sons, Ltd, 1952. Vol. 445. № 1–2. P. 94–114.
96. Tatchyn R. et al. Surface heating in a lacquer-coated mirror irradiated with undulator light. United States: Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers, 1986.
97. Marshall F.J. Compact Kirkpatrick–Baez microscope mirrors for imaging laser-plasma x-ray emission // *Rev. Sci. Instrum.* 2012. Vol. 83, № 10. P. 10E518.

98. Kirkpatrick P., Baez A. V. Formation of Optical Images by X-Rays // J. Opt. Soc. Am. Optica Publishing Group, 1948. Vol. 38. № 9. P. 766–774.
99. Фетисов Г. Синхротронное излучение. Методы исследования структуры веществ. Litres, 2022.
100. Abela R. et al. XFEL: The European X-Ray Free-Electron Laser - Technical Design Report // DESY Report 2006-097. 2006.
101. Als-Nielsen J., Freund A.K. Diamond single crystals as X-ray monochromator for synchrotron radiation // ESRF Newsletters. 1992. Vol. 13, № 4.
102. Lemonnier M. et al. X-ray curved-crystal monochromator system at the storage ring DCI // Nucl. Instruments Methods. 1978. Vol. 152. № 1. P. 173–177.
103. Сиротинин Ю.И., Шаскольская М.П. Основы кристаллофизики. Наука, 1979.
104. В.Н. Решетов, И.В. Красногоров, В.В. Соловьев и др. // Наноиндустрия. 2022. 7–8. 466.
105. Doronin M.A. et al. Limits of single crystal diamond surface mechanical polishing // Diam. Relat. Mater. 2018. Vol. 87. P. 149–155.
106. Б.П. Сорокин, Г.М. Квашнин, М.С. Кузнецов и др., Журнал СФУ. Сер. Матем. и физ., 6:1 (2013).
107. Ландау Л.Д., Лифшиц Е.М. Теория упругости. Наука, 1965.
108. Зенкевич О. Метод конечных элементов в технике. Рипол Классик, 1975.
109. Gilman J.J. Shear-induced metallization // Philos. Mag. B. Taylor & Francis, 1993. Vol. 67, № 2. P. 207–214.
110. Gilman J.J. Why diamond is very hard // Philos. Mag. A. Taylor & Francis, 2002. Vol. 82, № 10. P. 1811–1820.
111. Madelung O. Introduction to solid-state theory. Springer Science & Business Media, 1978. Vol. 2.
112. Brookes E.J. et al. A study of plastic deformation profiles of impressions in diamond // Diam. Relat. Mater. 2000. Vol. 9. № 3. P. 1115–1119.
113. Mao H.K. et al. Absolute pressure measurements and analysis of diamonds subjected to maximum static pressures of 1.3–1.7 Mbar // Rev. Sci. Instrum.

2008. Vol. 50. № 8. P. 1002–1009.
114. Blank V. et al. Nano-sclerometry measurements of superhard materials and diamond hardness using scanning force microscope with the ultrahard fullerite C60 tip // J. Mater. Res. 1997. Vol. 12. № 11. P. 3109–3114.
 115. Blank V.D. et al. Plasticity of diamond at room temperature and determination of its hardness using an atomic force microscope with an ultrahard C60 fullerite tip // Tech. Phys. Lett. 1997. Vol. 23. № 7. P. 546–547.
 116. Blank V. et al. Ultrahard and superhard phases of fullerite C60: Comparison with diamond on hardness and wear // Diam. Relat. Mater. 1998. Vol. 7. № 2. P. 427–431.
 117. Blank V. et al. Mechanical properties of different types of diamond // Diam. Relat. Mater. 1999. Vol. 8, № 8. P. 1531–1535.
 118. Blank, V., Popov, M., et al. (1999a). Hardness measurements of diamond at room temperature by ultrahard fullerite indenter. In Proceedings of applied diamond conference/frontier carbon technology.
 119. Field, J. E. (1992). The properties of natural and synthetic diamond. San Diego, CA: Academic Press.
 120. Gilman J.J. Flow of covalent solids at low temperatures // J. Appl. Phys. 2008. Vol. 46, № 12. P. 5110–5113.
 121. Gilman J.J. Relationship between impact yield stress and indentation hardness // J. Appl. Phys. 2008. Vol. 46. № 4. P. 1435–1436.
 122. Popov M. et al. Fulleride of aluminum nanoclusters // J. Appl. Phys. 2010. Vol. 108. № 9. P. 94317.
 123. Eremets M.I. et al. The strength of diamond // Appl. Phys. Lett. 2005. Vol. 87. № 14. P. 141902.
 124. Chua J.O., Ruoff A.L. Pressure dependence of the yield stress of potassium at low homologous temperature // J. Appl. Phys. 2008. Vol. 46, № 11. P. 4659–4663.
 125. Sirdeshmukh D., Sirdeshmukh L., Subhadra K. Micro- and Macro-Properties of Solids: Thermal, Mechanical and Dielectric Properties. 2006. Vol. 80.

126. Berman, R. (1965) Thermal properties. In R. Berman, Ed., *Physical Properties of Diamond*, p. 371–393. Oxford University Press, U.K.
127. Popov M. et al. Impulse laser cutting of diamond accompanied by phase transitions to fullerene-type onions // *Diam. Relat. Mater.* 2021. Vol. 113. P. 108281.
128. Kołodziej T. et al. Diamond drumhead crystals for X-ray optics applications // *J. Appl. Crystallogr.* 2016. Vol. 49.
129. Huang X.R. LauePt, a graphical-user-interface program for simulating and analyzing white-beam X-ray diffraction Laue patterns // *J. Appl. Crystallogr.* 2010. Vol. 43. № 4. P. 926–928.
130. Samoylova L. et al. Diffraction properties of a strongly bent diamond crystal used as a dispersive spectrometer for XFEL pulses // *J. Synchrotron Radiat.* 2019. Vol. 26. № 4. P. 1069–1072.
131. Rio M.S. del, Dejus R.J. Status of XOP: an x-ray optics software toolkit // *Proc.SPIE.* 2004. Vol. 5536. P. 171–174.
132. Wilkins S.W. Concerning an unnecessary approximation made by Zachariasen in treating the perfect-crystal Bragg case // *Acta Crystallogr. Sect. A.* 1978. Vol. 34. № 2. P. 343–344.
133. Li, K.; Ali, S.; Wojcik, M.; Andrade, V.D.; Huang, X.; Yan, H.; Chu, Y.S.; Nazaretski, E.; Pattammattel, A.; Jacobsen, C. Tunable hard X-ray nanofocusing with Fresnel zone plates fabricated using deep etching // *Optica.* 2020. Vol.7. P. 410–416.
134. Yan, H.; Conley, R.; Bouet, N.; Chu, Y.S. Hard X-ray nanofocusing by multilayer Laue lenses // *J. Phys.D Appl. Phys.* 2014. Vol. 47. 263001.
135. Xu W, Xu W, Bouet N, et al. Micromachined Silicon Platform for Precise Assembly of 2D Multilayer Laue Lenses for High-Resolution X-ray Microscopy // *Micromachines (Basel).* 2020, Vol. 11(10). 939.
136. Mimura, H., Handa, S., Kimura, T., Yumoto, H., Yamakawa, D., Yokoyama, H., Matsuyama, S., Inagaki, K., Yamamura, K., Sano, Y. et al. Breaking the 10 nm barrier in hard-X-ray focusing // *Nat. Phys.* 2010. Vol.6, P. 122–125.

137. Tchen, T. On the theory of X-ray diffractive Laue focusing on two bent crystals
// Journal of Russian Laser Res. 2003. Vol. 24, № 5, P. 445–457.