

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

ДИГУРОВ РОМАН ВАЛЕРЬЕВИЧ

ДИФРАКЦИОННЫЕ И УПРУГИЕ СВОЙСТВА ТОНКИХ ИЗОГНУТЫХ
АЛМАЗНЫХ ПЛАСТИН

1.3.8 – «Физика конденсированного состояния»

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

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

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

Увеличение средней мощности и яркости рентгеновских пучков источников синхротронного излучения (СИ) 4-го поколения и лазеров на свободных электронах (ЛСЭ) приводит к экстремальным тепловым нагрузкам на элементы рентгеновской оптики (монокроматоры, зеркала, линзы), что ограничивает возможность использования в дифракционной кристаллооптике традиционных материалов таких как кремний и германий. 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 [1-3]. Например, двойной монокроматор из алмаза при 100 К может обеспечить высокую передачу интенсивности (>50%) в пределах всей последовательности импульсов. Напротив, используемые в настоящее время охлаждаемые двойные монокроматоры из кремния в режиме жесткого рентгеновского излучения в EuXFEL снижают интенсивность примерно в 2 раза после 150 импульсов [4]. 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.

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 [5]. 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 $Si^*(220)$.

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 15 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 обладать высокой позиционной стабильностью. Достижение таких параметров требует создания фокусирующего устройства с острым фокусом, способного работать в условиях сверхъярких пучков.

С появлением источников 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 рентгенооптических элементов. Мотивацией для данной работы послужило отсутствие детальной информации об этих свойствах, применительно к дифракционной рентгеновской оптике.

Цель и задачи работы

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.

Методы исследования

Для исследования дифракционных свойств алмазных монокристаллических пластин с чистым изгибом было предложено использовать 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 [6].

Научная новизна исследования

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 [7]. 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 $AgK\alpha_1$ и $AgK\alpha_2$ 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.

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.

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

Личный вклад автора

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, представленные в 2,3,4 главах, проводились лично автором.

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

Структура и объём работы

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

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Введение отражает актуальность, научную новизну и практическую значимость работы. В нём также сформулированы цель, задачи работы и положения, выносимые на защиту.

Краткое содержание диссертации

Глава 1 содержит обзор применения алмаза в рентгеновской оптике, а также дифракционных исследований изогнутых кристаллов, проведенных к настоящему моменту.

Показано, что дифракционный метод Лауэ, рентгеновская топография по Лангу и дифрактометрия высокого разрешения могут быть успешно применены для исследования физических свойств изогнутых монокристаллов, однако по отношению к алмазу эти методы исследования еще не применялись. Дано подробное описание областей применения изогнутых кристаллов в рентгеновской оптике и энергодисперсионной спектроскопии [8–17].

Отмечено, что отсутствует упоминание об использовании алмаза в качестве элемента фокусирующей дифракционной рентгеновской оптики, работающей в геометрии на просвет.

Глава 2 посвящена исследованию упругих свойств алмазных пластин треугольной формы.

Обсуждается, что теория упругости анизотропного тела, рассматривающая случай цилиндрического изгиба кристаллов, описывает возникновения изгибающих моментов и упругих напряжений в балке с постоянным поперечным сечением. Показано, как задача меняется для треугольной монокристаллической пластины алмаза с граничными условиями консольного типа. В данной частной задаче необходимо учитывать тот факт, что изгибающий момент M изменяется линейно вдоль направления биссектрисы от 0 в точке приложения силы до максимума в жестко закрепленном основании по закону:

$$M = \iint_S [\mathbf{r} \times \mathbf{F}] ds = \iint_S x'_3 \mathbf{n} \times x'_3 \mathbf{q} dx'_2 dx'_3 = \frac{1}{6} kb^2 a_0 \left(1 - \frac{\xi}{c}\right) \mathbf{m}, \quad (1)$$

где k – константа, определяющая упругие свойства материала, a_0 – поперечный размер закрепленного основания, c – расстояние от основания до вершины треугольника, b – толщина кристалла, ξ – координата сечения в направлении биссектрисы треугольника, $\mathbf{n} \times \mathbf{q} = \mathbf{m}$.

В связи с этим определяется тензор напряжений, удовлетворяющий уравнениям упругого равновесия с учетом граничных условий через величину изгибающего момента:

$$\boldsymbol{\sigma} = \frac{6M}{b^2 a_0} \left(1 - \frac{\eta}{l}\right) x'_3 \mathbf{q}, \quad (2)$$

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

Изгиб треугольной алмазной пластины, в специально разработанном держателе, производится с помощью смещения ползунка клиновидной формы изготовленного из монокристаллического алмаза. Для определения возникающих при этом полей упругих напряжений фактически выполнялась калибровка зависимости смещений от величины приложенных нагрузок с помощью нанотвердомера Наноскан 4D. Распределение полей упругих напряжений на поверхностях и в объеме определялись из результатов моделирования в программе конечно-элементного анализа Ansys. Были решены две осесимметричные задачи контактного взаимодействия, которые позволили откалибровать ползунок в конструкции для чистого изгиба. На рис. 1 представлены результаты расчета максимальных значений упругих напряжений для нормальных и сдвиговых компонент тензора.

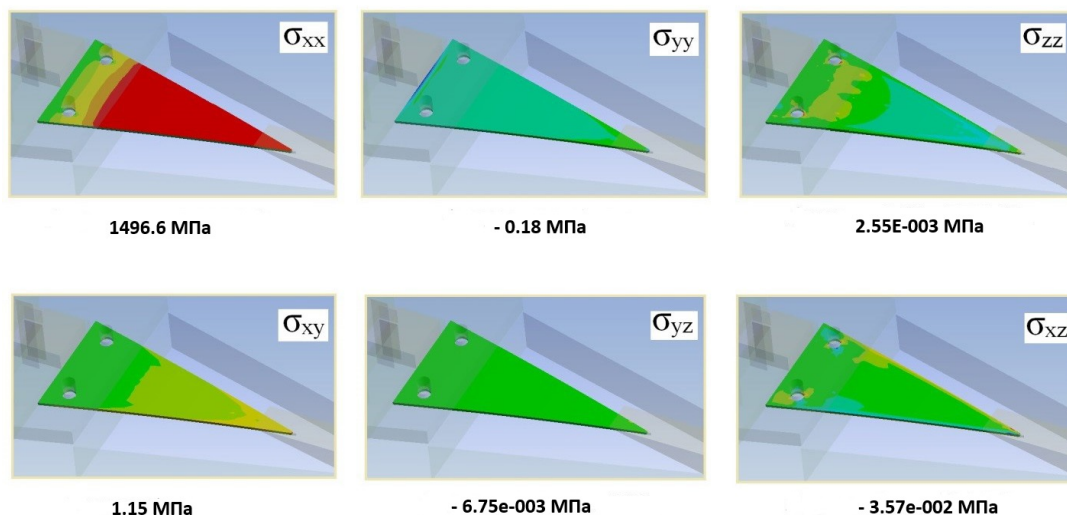


Рис.1 Результаты расчета максимальных значений упругих напряжений для нормальных и сдвиговых компонент тензора.

Показано, что в соответствии с теорией чистого изгиба не равна нулю только одна компонента тензора напряжений. Максимальные деформации возникают на поверхностях и убывают к некоторому нейтральному слою.

В ходе работы уточнен диапазон величин критических напряжений при которых наступает разрушение. Эксперименты по хрупкому разрушению тонких алмазных пластин с кристаллографическими ориентациями поверхности (110) и (111) позволили определить предельные радиусы изгибов, 4.8 мм и 5.7 мм соответственно.

После формирования треугольной формы с помощью лазерной абляции на торцах пластины регистрировались остаточные напряжения. Для исключения раннего разрушения образцов остаточные напряжения на торцах снимались отжигом в атмосфере. «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. Отжиг проводился в два этапа, один час при температуре 630°C и затем полчаса при температуре 650°C. Рентгеновскую съемку проводили на рентгеновском топографическом комплексе Rigaku XRT-100 с излучением $\text{AgK}\alpha 1$.

Рассчитана зависимость радиуса изгиба кристалла от его толщины для кристаллов с толщиной от 20 до 120 мкм (рис.2). При этом был взят запас 20 % от предельных значений.

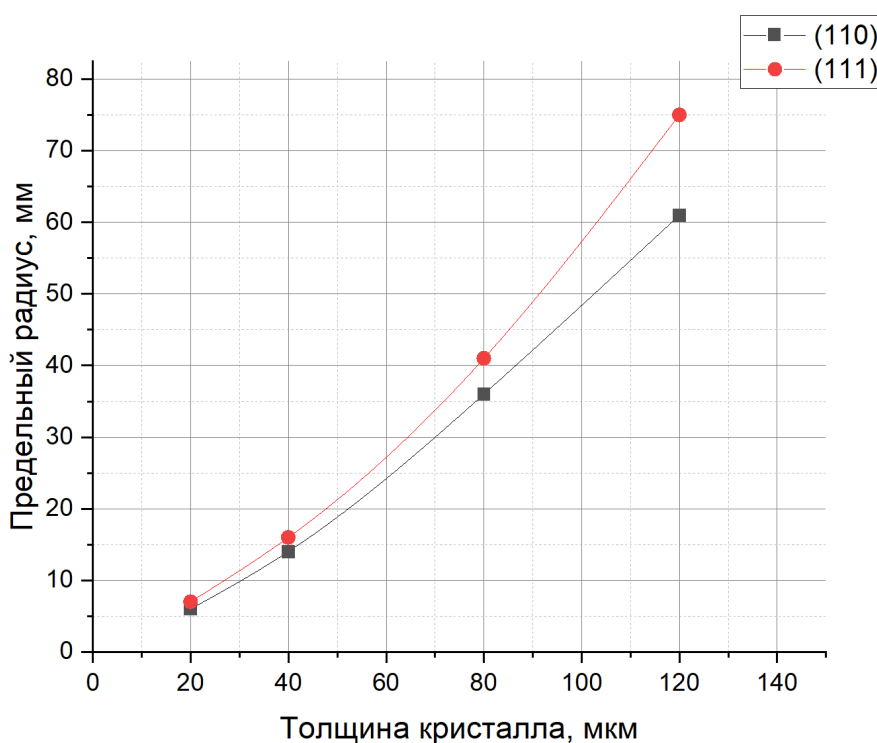


Рис.2 Зависимость предельного радиуса изгиба от толщины кристалла при максимально допустимой деформации (расчетные данные).

Глава 3 посвящена структурным исследованиям тонких алмазных пластин с чистым изгибом.

Локальный дифракционный метод Лауэ показал свою высокую информативность при исследовании тонкой 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. 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 (рис.3). 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.

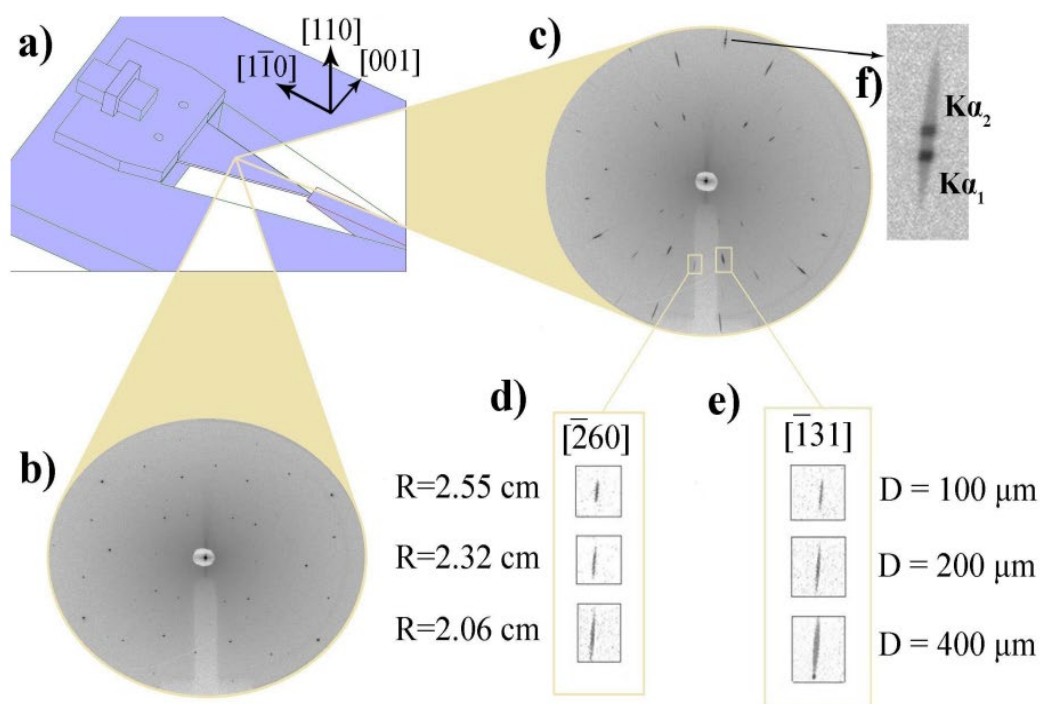


Рис.3 а) Закрепленная в держатель пластина и клиновидный ползунок для осуществления цилиндрического изгиба. Стрелками указаны направления векторов лабораторной системы координат и соответствующие им кристаллографические направления. Лауэграммы неизогнутой (b) и изогнутой (c) алмазной пластины, зависимость длин

пятен Лауэ рефлекса ($\bar{2}60$) от радиуса изгиба (d), зависимость длин Лауэ пятен от диаметра падающего на пластину рентгеновского пучка для рефлекса ($\bar{1}31$) (е). (f) –увеличенное изображение рефлекса ($6\bar{2}0$).

В работе продемонстрировано, 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 multifunctional рентгенооптические модули. В частности, используя пластины с разной кристаллографической ориентацией поверхности и толщиной, сравнимой с глубиной экстинкции, можно разрабатывать фокусирующие кристаллические монохроматоры и широкодиапазонные энергодисперсионные спектрографы для работы в геометрии на просвет. Высокое структурное совершенство алмазной пластины обеспечит возможность работы с когерентными рентгеновскими пучками.

На вставке к рис. 3f показано увеличенное изображение вытянутого рефлекса ($6\bar{2}0$). Пятна небольшого размера, расположенные отдельно друг от друга, однозначно связаны с отражением характеристических линий $AgK\alpha_1$ и $AgK\alpha_2$ 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 [18] и в дальнейшем учитывались при проведении деформационных расчетов. Поскольку длины волн линий $AgK\alpha_1$ и $AgK\alpha_2$ известны с высокой точностью, это позволило рассчитать радиус кривизны пластины в режиме *in situ* по следующему уравнению:

$$R = \frac{\cos\theta}{\sin^2\theta} \times \frac{\lambda \times D}{\Delta\lambda}, \quad (3)$$

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 $(62\bar{0})$, $\Delta\lambda = 0,004412$ Å, $\theta = 26,56^\circ$, получен $R = 21$ мм, что совпадает со значением радиуса, определенным методом оптической интерференционной микроскопии.

Установлена связь теории упругости анизотропного тела в первом приближении с теорией дифракции рентгеновских лучей. На основании этой теории можно определить длину Лауэ пятен, отвечающую исключительно за деформацию и посчитать часть полного тензора деформации.

Разброс углов $\Delta\theta$, отвечающий за деформационный вклад:

$$\begin{aligned} \Delta\theta &= \frac{1}{\cos\theta} \sum \frac{\partial}{\partial H_i} \frac{H_y}{\sqrt{Hx^2 + Hy^2 + Hz^2}} \Delta H_i = \\ &= 2 \sigma \operatorname{tg}\theta \cos^2\alpha (E_{[1\bar{1}0]}^{-1} + \nu_{[110][1\bar{1}0]} E_{[001]}^{-1}) + \sin^2 \phi (\nu_{[110][1\bar{1}0]} \\ &E_{[1\bar{1}0]}^{-1} - \nu_{[110][1\bar{1}0]} E_{[001]}^{-1}) \end{aligned} \quad (4)$$

где $\sigma \approx E d/2 R$, $\cos\alpha = \cos\phi * \sin\psi$ — угол вектора $\mathbf{H}$ с осью x , — долгота стереографической проекции, ϕ — широта стереографической проекции.

Были уточнены значения коэффициентов пропорциональности в формуле для расчета напряжений методом КРС на основе данных высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии. Высокие значения напряжений, достигающие нескольких единиц ГПа, открывают перспективу использования метода комбинационного рассеяния света, как независимого метода, для определения их значений по сдвигу алмазного

пика 1332 см^{-1} . Значение реперной точки для данного кристалла в ненагруженном состоянии составило 1332.5 см^{-1} . Кристалл в зажатом состоянии исследовался с помощью конфокального спектрометра Renishaw inVia с микроскопом, прецизионным XYZ-столиком и возбуждающим лазером с длиной волны 532 нм . Сканирование производилось в 10 разных точках, с выпуклой, а затем с вогнутой стороны кристалла. В месте закрепления кристалла, где изгибающий момент имеет максимальное значение, наблюдалось наибольшее частотное смещение алмазного пика.

Результат сканирования выпуклой и вогнутой поверхностей представлен на рисунке 4.

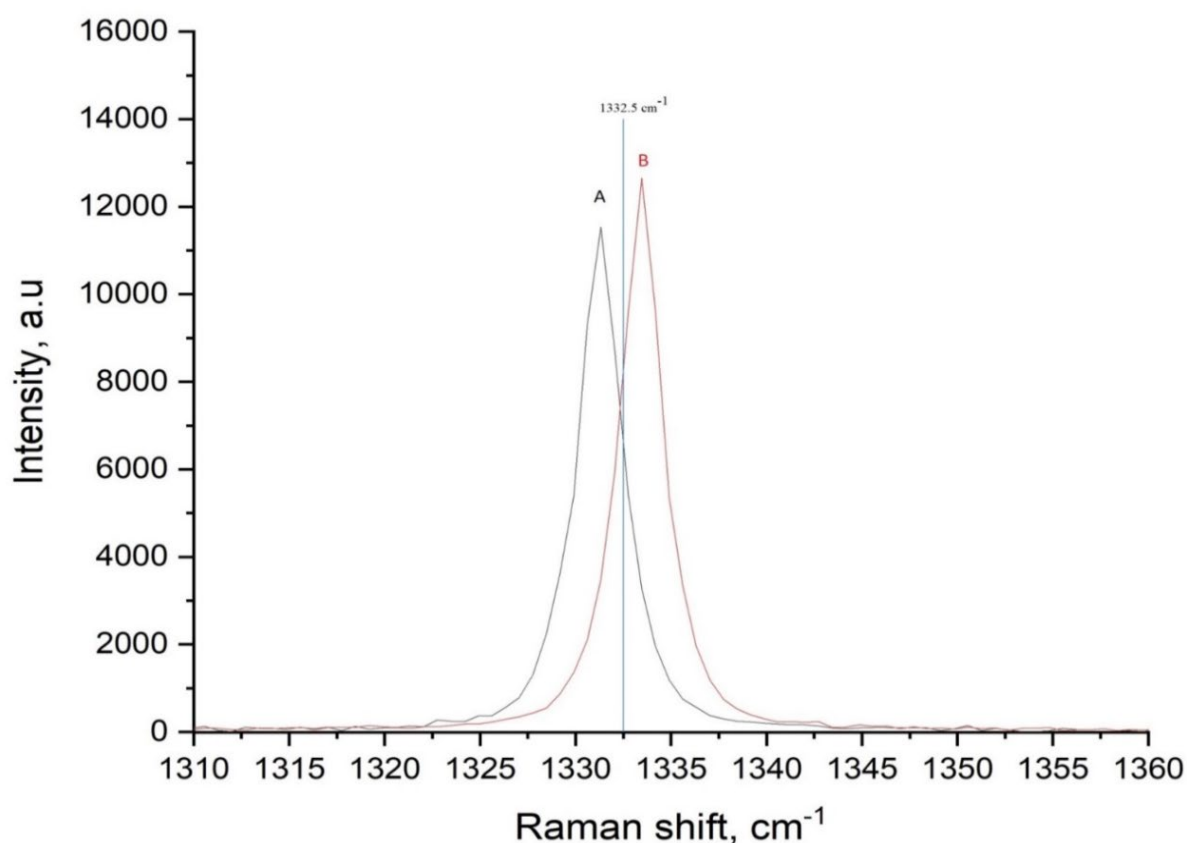


Рис.4 а) Результат сканирования выпуклой поверхности изогнутого кристалла (одноосное растяжение), б) Результат сканирования вогнутой поверхности изогнутого кристалла (одноосное сжатие)

Деформация кристаллической решетки, рассчитанная по основанию рефлекса (0.8 от максимума) составила: $\frac{\Delta d_{hkl}}{d_{hkl}} = 0.00138$ (рис.5). Это значение является величиной объемной деформации $e = (\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} + \varepsilon_{zz})$. 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. Так как для кристаллографических направлений в монокристалле алмаза (001) и (1 $\bar{1}$ 0) коэффициенты Пуассона составляют ~ 0.03 , то вклад пуассоновских сжатий составляет $\approx 42 \times 10^{-6}$. Исходя из этого, величина упругих напряжений вдоль биссектрисы треугольной пластины составит:

$$\sigma_{[110]} = E_{[110]}^{-1} \varepsilon_{[110]} = 1.58 \text{ ГПа}, \quad (5)$$

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

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

Тогда по формуле зависимости смещения частоты от одноосного напряжения $\omega_s(\text{avg}) - \omega_0 = k \cdot \sigma_{[110]}$ было определено: для одноосного сжатия $k = 0.7$, для одноосного растяжения $k = -0.7$, с учетом общей погрешности метода.

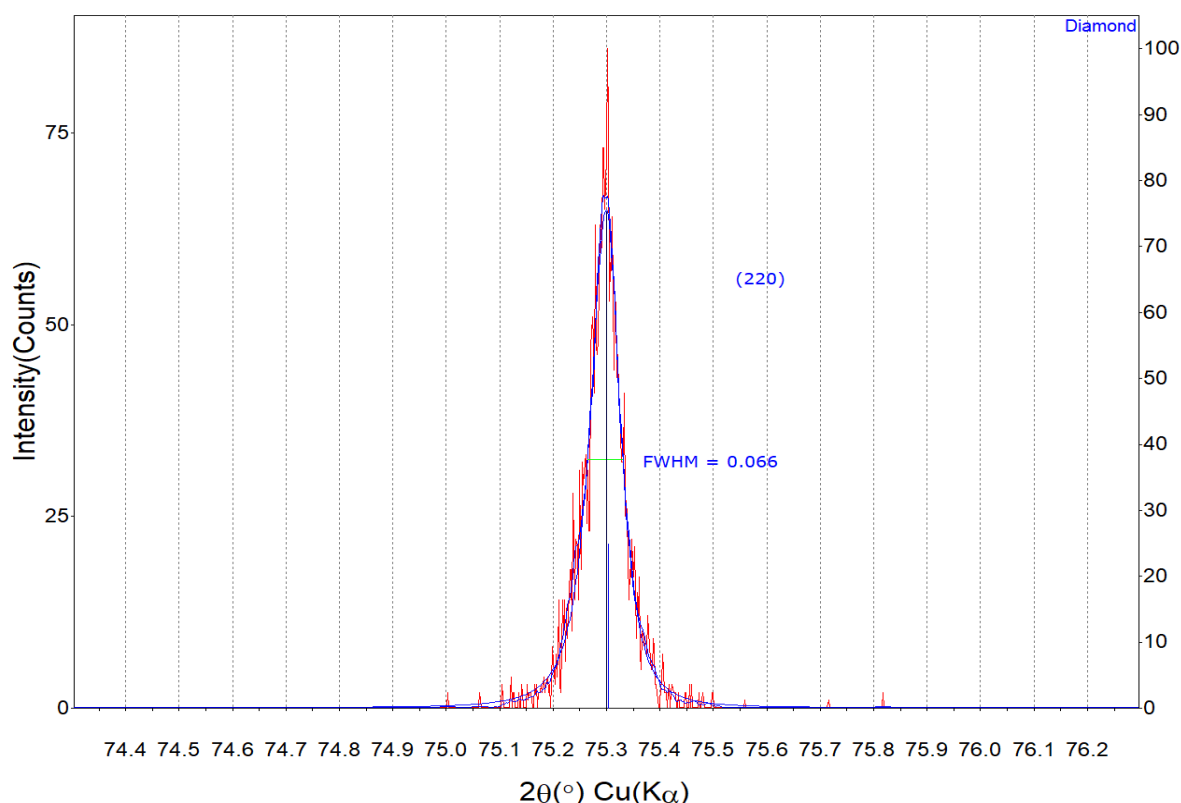


Рис.5 Экспериментальная дифракционная кривая алмаза, отражение (220), геометрия съемки на просвет

Глава 4 посвящена теоретическому изучению фокусирующих свойств алмазных Лауэ кристалл-монокроматоров.

Обсуждается, что программа фазовой трассировки лучей 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. Меридиональный и саггитальный изгиб кристалла приводят к искажению решетки, что существенно влияет на ширину кривой качания. Для решения этой проблемы была разработана «multi-lamellar» теория [19]. В программный пакет ХОР.2.3 [20] интегрирован этот метод, когда кристалл аппроксимируется ламеллярной моделью так, что кристалл подразделяется

на набор совершенных кристаллических слоев каждый из которых динамически дифрагирует со своей определенной постоянной решетки.

Построена теоретическая модель на основе алмазных фокусирующих Лауэ - монохроматоров для 2D фокусировки (по аналогии со схемой Кирпатрик - Баез) с помощью программы фазовой трассировки лучей SHADOW и вспомогательных модулей (рис.6). С базовым функционалом программы в конечную интенсивность подгружается кривая отражения для плоской тонкой алмазной пластины, так как возможности программы ограничены.

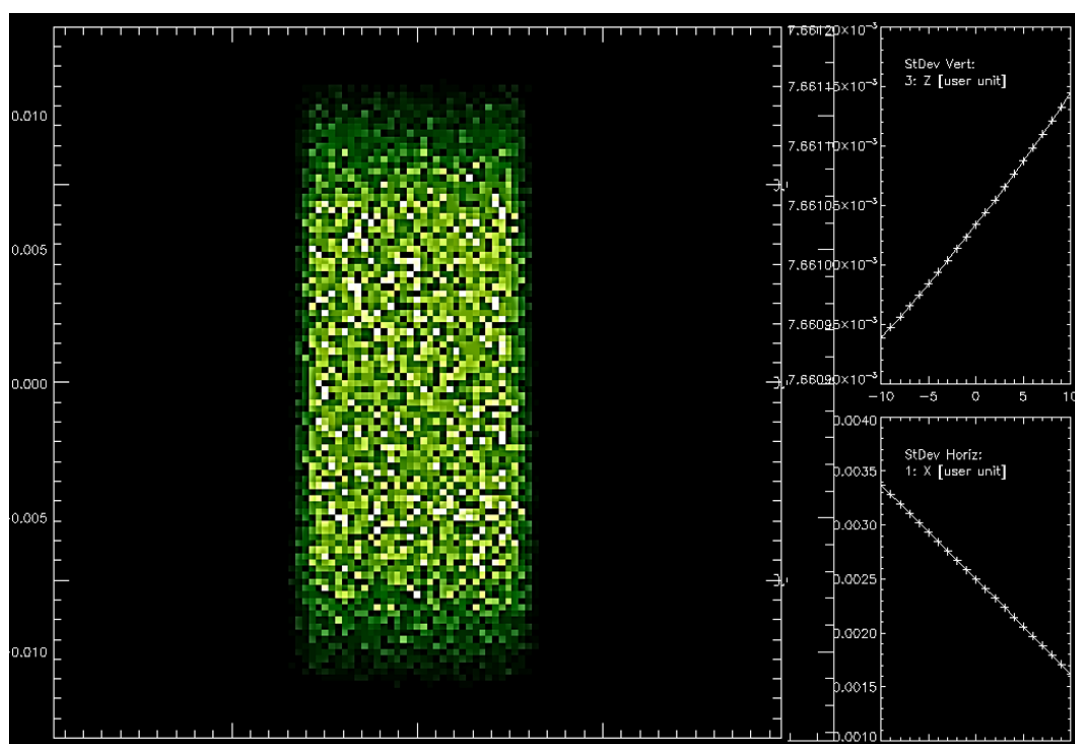


Рис.6 Фокусное пятно 1 мкм x 2.3 мкм, сфокусированное двойным Лауэ – монохроматором из алмаза, где толщина изогнутых кристаллов сравнима с глубиной экстинкции

Была предложена модель для 1D фокусировки в которой в конечную интенсивность посредством написанного макроса подгружается кривая отражения для цилиндрически изогнутого кристалла, рассчитанная утилитой XCRYSTAL_bent. Угол падения в cryst_ml.dat отсчитывается от

угла Брэгга по отношению к поверхности. В фокусировке по Лауэ при 90 градусах асимметричного среза угол падения будет равен углу Брэгга. Затем берется вогнутое сферическое зеркало с идеальным отражением и «бесконечными размерами». Зависимость радиуса кривизны и фокусного расстояния определяется по формуле для сферического зеркала:

$$R_m = \frac{2}{\sin\theta} \frac{F_1 F_2}{(F_1 + F_2)} \quad (6)$$

Длина волны (энергия), радиус кривизны и угол падения должны соответствовать параметрам в утилите XCRYSTAL_bent. Когда диапазон кривой дифракции перекрывает диапазон углов падения на зеркало – результат можно считать удовлетворительным. Важно отметить, что кривая дифракции кристалла может быть очень узкой, т.к. не все падающие на зеркало лучи отражаются. Лучше уменьшить величину угловой расходимости источника (в разумных пределах). Далее запускается макрос с коррекцией по углу падения (Брэгга) (+ угол отражения). Интенсивности лучей в фокусе зеркала (кристалла) будут изменены, чтобы учитывать кривую Лауэ-кристалла.

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 9% лучей от первоначально заданных 10000. Результат фокусировки представлен на рисунке 7. Параметры оптической схемы представлены в сводной таблице 1.

Таблица 1. Сводная таблица оптической схемы фокусировки по Лауэ

Геометрический источник	
Количество лучей	10000
Прямоугольное сечение пучка (мм ²)	1 x 0.1
Угловая расходимость вертикальная (рад)	2E-004
Угловая расходимость горизонтальная (рад)	2E-003
Энергия фотонов (эВ)	8000
Лауэ кристалл-монохроматор	
Кристалл	алмаз
Индексы Миллера	110
Толщина кристалла (мм)	0.04
Радиус кривизны (см)	114
Угол асимметричного среза, °	90
Фокусирующее зеркало	
Расстояние от источника (щели) (см)	2600
Фокусное расстояние (см)	700
Скользящий угол, °	14.89
Прошедший-отраженный угол, °	14.89

Рассчитана интенсивность в фокусе пятна. В данном случае пятно в сечении прямоугольное, следовательно: $S = \text{ширина} \times \text{высоту}$. Интенсивность в фокусе составила 77×10^3 лучей / см². Для расчета несфокусированного потока удаляется оптический элемент (алмазный кристалл) и рассчитывается интенсивность в той же плоскости с учетом угловой расходимости.

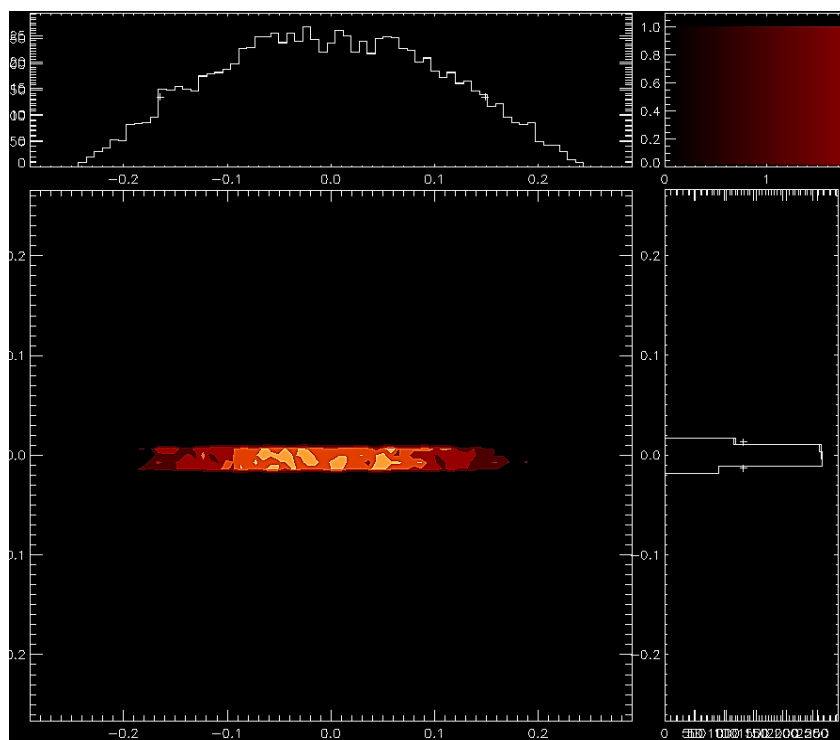


Рис. 7 Сфокусированное пятно 0.4 см х 0.026 см алмазным симметричным Лауэ-монокроматором с учетом мультислойной теории

Далее была произведена нормировка на фотоны для реального лабораторного источника. Экспериментальное определение угловой расходимости рентгеновского пучка на щели 1 см х 200 мкм для источника Rigaku UltraX – 18: горизонтальная расходимость – 2.3×10^4 , вертикальная расходимость – 5×10^3 , поток фотонов в секунду с анода – 75×10^6 .

Для нормировки на фотоны необходимо знать, сколько фотонов излучает источник в заданный угол. Тогда количество фотонов в пятне:

$$\text{Кол. фотонов в пятне} = \text{нач. кол. фотонов} \times \frac{\text{конеч. интенс.}}{\text{нач. интенс. (по лучам)}} = 57 \times 10^5 \text{ импульсов в секунду (для 1D фокусировки)}.$$

Результаты и выводы

1. Исследовано распределение упругих напряжений в объеме тонких изогнутых алмазных пластин. Рассчитаны критические значения напряжений с ориентацией поверхности (111) – 2.49 ГПа, и (110) – 2.76 ГПа. Показано, 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 .

Публикации по теме диссертации:

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 // JOSA 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.

Список цитируемой литературы.

1. Giles C., Adriano C., Freire Lubambo A., Cusatis C., Mazzaro I. and Hönnicke M. G. Diamond thermalexpansion measurement using transmitted X-ray back-diffraction // J. Synchrotron Radiat. 2004. Vol. 12. P. 349–353.
2. Inyushkin A., Taldenkov A., Ralchenko V., Bolshakov A., Koliadin A., and Katrusha A. Thermal conductivity of high purity synthetic single crystal diamonds // Phys. Rev. B. 2018. Vol. 97. 144305.
3. Burns R., Chumakov A., Connell S., Dube D., Godfried H., Hansen J., Hartwig J., Hoszowska J., Masiello F., Mkhonza L., Rebak M., Rommevaux A., Setshedi R. and Van Vaerenbergh P. HPHT growth and x-ray characterization of high-quality type IIa diamond // J. Phys.: Condens. Matter. 2009. Vol 21. 364224.
4. 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
5. 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.
6. 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.
7. 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.
8. Suortti P., Schulze C. Fixed-Exit Monochromators for High-Energy Synchrotron Radiation // J. Synchrotron Radiat. 1995. Vol. 2. P. 6–12.
9. Suortti P., Lienert U., Schulze C. Bent crystal optics for high energy synchrotron radiation // AIP Conf. Proc. 1997. Vol. 389, № 1. P. 175–192.
10. 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.

11. Shi X. et al. Surface Curvatures and Diffraction Profiles of Sagittally Bent Laue Crystals // J. Appl. Crystallogr. - J APPL CRYST. 2011. Vol. 44.

12. Shi X. Simulation of diffraction profiles for sagittally bent Laue crystals // Proc.SPIE. 2011. Vol. 8141. P. 81410W.

13. Lienert U. et al. Focusing Optics for High-Energy X-Ray Diffraction // J. Synchrotron Radiat. 1998. Vol. 5. P. 226–231.

14. 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.

15. 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.

16. Rich D. et al. The LCLS variable-energy hard X-ray single-shot spectrometer // J. Synchrotron Radiat. 2015. Vol. 23. P. 3–9.

17. Hart M., Berman L. X-ray Optics for Synchrotron Radiation; Perfect Crystals, Mirrors and Multilayers // Acta Crystallogr. Sect. A. 1998. Vol. 54,

18. 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.

19. Shi X. et al. Surface Curvatures and Diffraction Profiles of Sagittally Bent Laue Crystals // J. Appl. Crystallogr. - J APPL CRYST. 2011. Vol. 44.

20. Rio M.S. del, Dejus R.J. Status of XOP: an x-ray optics software toolkit // Proc.SPIE. 2004. Vol. 5536. P. 171–174.