Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «БАЛТИЙСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ ИММАНУИЛА КАНТА»

На правах рукописи

Deefus

Зверев Дмитрий Алексеевич

# ФОРМИРОВАТЕЛИ ЖЁСТКОГО РЕНТГЕНОВСКОГО ПУЧКА НА ОСНОВЕ ЭЛЕМЕНТОВ ПРЕЛОМЛЯЮЩЕЙ ОПТИКИ ДЛЯ КОГЕРЕНТНЫХ ИСТОЧНИКОВ ИЗЛУЧЕНИЯ

01.04.01 – приборы и методы экспериментальной физики

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

> Научный руководитель: кандидат физико-математических наук, А.А. Снигирёв

Калининград - 2020

# Оглавление

Введение4				
Глава 1.	Теоретические основы	13		
1.1.	Принципы генерации рентгеновского излучения и его свойства	4		
	1.1.1. Лабораторные источники рентгеновского излучения	4		
	1.1.2. Источники синхротронного излучения и рентгеновские лазеры на свободных			
	электронах1	17		
1.2.	Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом	21		
	1.2.1. Преломление и зеркальное отражение рентгеновских лучей	21		
	1.2.2. Поглощение рентгеновского излучения в веществе	23		
	1.2.3. Компьютерное моделирование процессов распространения рентгеновского			
	излучения, рассеянного на элементах преломляющей оптики2	26		
1.3.	Преломляющая фокусирующая рентгеновская линза	29		
	1.3.1. О фокусирующих преломляющих линзах	29		
	1.3.2. Оценка оптических характеристик составной преломляющей линзы	30		
	1.3.3. Изображающие оптические системы на основе преломляющих линз	32		
1.4.	Обзор современных методов рентгеновских исследований	33		
	1.4.1. Методы рентгеновской визуализации: микроскопия и томография	33		
	1.4.2. Методы диагностики источника синхротронного излучения	37		
Глава 2.	Формирование конического волнового фронта рентгеновского пучка	<b>59</b>		
2.1.	Рентгеновский преломляющий параболический аксикон	10		
	2.1.1. Теоретическое описание оптических свойств параболического аксикона	10		
	2.1.2. Изготовление рентгеновских параболических аксиконов	14		
	2.1.3. Исследование оптических свойств рентгеновских параболических аксиконов4	16		
2.2.	Применение оптических свойств параболических аксиконов для подготовки и			
МОН	иторинга рентгеновского пучка	19		
	2.2.1. Диагностика рентгеновского источника и юстировка оптической системы	19		
	2.2.2. Оптическая система формирования сфокусированного кольцевого пучка с			
	переменным диаметром	52		
	2.2.3. Субмикронная фокусировка при помощи эллиптического капилляра и			
	преломляющего аксикона	<i>i</i> 6		
2.3.	Метод фазово-контрастной микроскопии на основе параболического аксикона	58		
2.4.	Заключение к главе 2	52		
Глара 2	Формирарания перионинаской пространатранной структуры нушка при			
помощи элементов преломляющей оптики				
2 1		56		
5.1.	3.1.1. Теоретическое описание оптических свойств двухлинзового интерферометра	56		

3.1.2. Теоретическое описание оптических свойств многолинзового			
интерферометра	69		
3.1.3. Исследование оптических свойств двухлинзового интерферометра	72		
3.1.4. Исследование оптических свойств многолинзового интерферометра	76		
3.2. Метод фазово-чувствительной визуализации на основе двухлинзового			
интерферометра	80		
3.3. Расширитель рентгеновского пучка на основе многолинзового интерферометра	91		
3.4. Интерферометрический подход к визуализации тонких пленок	97		
3.5. Заключение к главе 31	04		
аключение1	08		
Благодарности1	11		
Список литературы			

# Введение

### Актуальность темы

Синхротронное излучение используется практически во всех областях современной науки, является важнейшим инструментом для решения фундаментальных и прикладных научных задач в медицине, биологии, химии, физике, электронике, метрологии и материаловедении. Уникальные свойства синхротронного излучения позволяют изучать внутреннюю структуру микроскопических объектов без разрушения исследуемого образца, расшифровывать сложные структуры белков, анализ которых невозможен другими методами, исследовать свойства веществ находящихся в экстремальных условиях при высоком давлении и температуре, а также наблюдать элементарные физические и химические процессы в реальном времени [1–3]. Решение многих практических научных задач, создание прорывных научнотехнических разработок и передовых технологий в промышленности стали возможны только благодаря использованию синхротронного излучения.

Развитие источников синхротронного излучения, подразумевающее увеличение их спектральной яркости, улучшение когерентных и коллимационных свойств генерируемого рентгеновского пучка стимулирует работы по созданию рентгеновской оптики, способной в полной мере раскрыть и использовать весь потенциал яркого, направленного синхротронного излучения. Современная рентгеновская оптика оказала влияние на становление большинства синхротронных методов исследования, таких как, например, рентгеновская фазово-контрастная микроскопия, фотон-корреляционная спектроскопия, или когерентная дифракционная томография. При этом самая молодая рентгеновская преломляющая оптика [4], способная эффективно управлять жестким рентгеновским излучением, сегодня становится все более востребованной, демонстрируя свою универсальность и применимость, как в методах визуализации, так и в методах диагностики фотонного источника, формирования, подготовки и транспорта синхротронного излучения.

Однако потенциал развития источников синхротронного излучения реализован далеко не полностью, и в ближайшем будущем следует ожидать дальнейшего прогресса в этой области. Так, стремление достичь теоретических предельных значений характеристик современных источников синхротронного излучения главным образом определяет направление их развития. Сегодня усилия ведущих российских и зарубежных научных групп направлены на разработку и создание синхротронов нового, 4-го поколения, а также рентгеновских лазеров на свободных электронах, способных формировать дифракционно-ограниченные источники излучения с предельно малым эмиттансом и чрезвычайно высокой яркостью. Программы перехода к новым источникам уже реализуются на Европейском источнике синхротронного излучения ESRF EBS

(Гренобль, Франция), на синхротронных комплексах МАХ IV (Лунд, Швеция) и Sirius (Кампинас, Бразилия), а запущенный в 2017 году Европейский рентгеновский лазер на свободных электронах European XFEL (Шенефельд, Германия) на сегодняшний день является самым мощным источником рентгеновского излучения в мире [5–8]. В этом ключе становится особенно актуальным проект строительства синхротронных источников 4-го поколения в России, реализуемый в рамках национального проекта «Наука» в 2018–2024 году. Для синхротронов 4-ого поколения характерны свойства лазерного излучения. Новые источники способны производить высоко-когерентные, мощные рентгеновские пучки с малой расходимостью и высокой степенью монохроматизации.

Безусловно, такой переход к лазероподобным рентгеновским источникам сопровождается появлением принципиально новых технологий и методов исследований, потенциал. Современные подходы, способных полностью раскрыть их основанные преимущественно на когерентных свойствах излучения, предполагают необходимость гибкого управления волновым фронтом пучка, при этом высокая яркость синхротронного излучения позволяет эффективно выполнять даже самые сложные оптические преобразования. Растущий интерес синхротронного сообщества к разработке когерентных методов исследования явным образом демонстрирует современные тенденции развития рентгеновской оптики, подразумевающие создание оптики нового поколения, оптические свойства которой выходят далеко за рамки обычной фокусировки. Новая оптика позволит формировать заданный волновой фронт рентгеновского пучка, полноценно используя выдающиеся свойства синхротронного излучения.

В качестве примера стоит отметить важный для практического применения тип формирователей рентгеновского способны пучка, которые преобразовать падающее когерентное монохроматическое излучение в интерференционное поле, представляющее собой распределение интенсивности в пространстве. Такие периодическое оптические преобразователи называются рентгеновскими интерферометрами. Первый рентгеновский интерферометр, использующий явление дифракции рентгеновских лучей на кристаллических решетках трех монокристаллов для формирования периодической интерференционной картины, был описан в 1965 году в работах Бонзе и Харта [9], что послужило началом развития нового направления экспериментальной физики – рентгеновской интерферометрии. С появлением современных источников синхротронного излучения стали доступны классические интерферометрические эксперименты, такие как метод двойной щели Юнга [10–13] или Тальбо интерферометрия [14-16] на основе решеточных интерферометров. Сегодня такие интерферометры находят свое применение в фазово-контрастных методах исследования для изучения слабо-поглощающих образцов, однако в диапазоне жесткого рентгеновского

излучения рассматриваемые устройства сами становятся фазовыми объектами, неспособными поглощать рентгеновские лучи, и при этом они полностью теряют свою эффективность.

Также необходимо отметить существующие достижения в области разработки методов формирования рентгеновского пучка, основанные дифракционных на оптических элементах [17]. В зависимости от созданной дифракционной структуры, такие устройства, например, могут выполнять множественную фокусировку, в одной или нескольких фокальных плоскостях, или преобразовывать когерентное монохроматическое рентгеновское излучение в пучок с определенной геометрической формой [18, 19]. Однако рассматриваемые оптические преобразователи имеют ряд недостатков, связанных с дискретностью поверхностных структур, а также сложностью, и как следствие, высокой стоимостью их изготовления. Кроме того, дифракционные оптические элементы имеют низкую эффективность в жестком рентгеновском спектре и могут работать лишь в ограниченном узком диапазоне энергий, обусловленном структурой их поверхности, рассчитываемой для заранее определенной длины волны.

Некоторые оптические преобразования также могут быть выполнены при помощи элементов рентгеновской зеркальной оптики скользящего падения. Например, совсем недавно были продемонстрированы зеркала специальной формы, позволяющие фокусировать рентгеновское излучение в кольцо [20]. Однако изготовление подобных оптических элементов сегодня является очень сложным и трудоемким технологическим процессом. Эффективность работы таких зеркал определяется высокой точностью изготовления их формы и превосходным качеством отражающих поверхностей на большой площади, размер которой обусловлен малыми углами скользящего падения. Для выполнения более сложных преобразований волнового фронта пучка изготовление соответствующих форм отражающих поверхностей становится затруднительным, что, очевидно, не позволяет рассматривать элементы зеркальной оптики в качестве гибкого и доступного инструмента формирования рентгеновского пучка.

Формирователи пучка на основе рентгеновской преломляющей оптики ранее еще не были продемонстрированы, однако применение такой оптики для выполнения сложных преобразований представляется наиболее К оптических перспективным. основным преимуществам рентгеновской преломляющей оптики относятся многообразие рентгенооптических материалов, современных подходов и технологических решений изготовления, простота юстировки оптических систем на ее основе, отсутствие эффектов краевой дифракции, исключающее нежелательные искажения волнового фронта пучка, а также способность эффективно работать в жесткой области спектра синхротронного излучения. Сегодня преломляющая оптика используется практически на всех исследовательских станциях синхротронных источников излучения, при этом некоторые из них полностью на ней основаны. Очевидно, что наряду с предельными характеристиками источников синхротронного излучения

мощный потенциал и стремительно растущая популярность преломляющей оптики полностью определяют образ современного синхротронного эксперимента. Такой тип оптики может быть эффективно использован в методах рентгеновской интерферометрии, для формирования периодической пространственной структуры пучка, в новых когерентных методах исследования, требующих различных преобразований волнового фронта, например, для создания специального освещения, а также для задач диагностики источника, транспорта и подготовки рентгеновского пучка. Данная работа посвящена разработке методов формирования рентгеновского пучка на основе элементов преломляющей оптики.

### Цель работы и научные задачи

Целью настоящей работы является разработка методов и устройств формирования и управления волновым фронтом пучка жесткого рентгеновского излучения на основе элементов преломляющей оптики, а также демонстрация возможности их применения на источниках синхротронного излучения для реализации когерентных методов рентгеновских исследований.

Для достижения поставленной цели решаются следующие научные задачи:

- Теоретическое исследование возможности применения элементов преломляющей оптики для формирования сложного волнового фронта рентгеновского пучка. Разработка программного продукта, позволяющего моделировать процессы распространения рентгеновского излучения, рассеянного на элементах преломляющей оптики.
- Разработка и изготовление формирователей пучка на основе преломляющей оптики: рентгеновских параболических аксиконов и интерферометров на основе параболических преломляющих линз. Исследование изготовленных формирователей пучка: анализ формы и качества профиля их преломляющих поверхностей.
- Исследование оптических свойств и экспериментальная демонстрация эффективности работы новых оптических элементов с использованием источников синхротронного излучения.
- Разработка и экспериментальная реализация новых когерентных методов исследования, а также диагностики источника и подготовки рентгеновского пучка на основе рассматриваемых оптических формирователей.

### Научная новизна и практическая значимость

В настоящей работе впервые продемонстрирована возможность применения преломляющей оптики для формирования сложного волнового фронта рентгеновского пучка. Разработаны методы формирования пучка с использованием новых рентгенооптических

элементов на основе преломляющей оптики: рентгеновских параболических аксиконов и интерферометров на основе параболических преломляющих линз. Изучены оптические свойства формирователей пучка, а также экспериментально продемонстрирована эффективность их работы с использованием источников синхротронного излучения.

В работе предложены, разработаны и реализованы новые методы фазово-контрастной микроскопии и фазово-чувствительной визуализации с использованием рассматриваемых оптических элементов. Проведены эксперименты по диагностике источника и юстировке применением параболических оптической системы с аксиконов, продемонстрирован расширитель рентгеновского пучка на основе многолинзового интерферометра. Представленные результаты уже сегодня имеют важное практическое значение.

Выполненная работа демонстрирует возможности разработанных методов формирования рентгеновского пучка, полноценно использующих уникальные свойства современных источников синхротронного излучения. При этом рассматриваемые оптические элементы могут быть эффективно использованы в методах рентгеновской интерферометрии, для формирования периодического распределения интенсивности в пространстве, в новых когерентных методах исследования требующих сложных преобразований волнового фронта, а также для диагностики источника и подготовки рентгеновского пучка.

### Достоверность научных положений, результатов и выводов

Достоверность научных положений, результатов и выводов, представленных в настоящей работе, обусловлена применением широко используемых, общепризнанных, современных теоретических моделей и экспериментальных методов исследования. Все результаты, полученные в работе, обладают устойчивой воспроизводимостью, хорошо согласуются с современными теоретическими представлениями, а также не противоречат известным ранее литературным данным. Результаты работы неоднократно опубликованы в реферируемых международных журналах и апробированы на профильных международных научных конференциях, семинарах и школах. Некоторые из них также подтверждены патентами на полезную модель.

#### Основные положения, выносимые на защиту

 Демонстрация возможности применения преломляющей оптики для эффективного формирования сложного волнового фронта пучка синхротронного излучения. Результаты теоретических и экспериментальных исследований оптических свойств, разработанных формирователей пучка: рентгеновских аксиконов, способных формировать конический волновой фронт пучка, и интерферометров на основе

параболических преломляющих линз, способных создавать периодическое распределение интенсивности в пространстве.

- 2. Реализация новых методов фазово-контрастной микроскопии и фазово-чувствительной синхротронного излучения визуализации на источнике с использованием формирователей рентгеновского пучка: параболического аксикона и двухлинзового интерферометра. Результаты успешной экспериментальной демонстрации предложенных методов на примере исследования структур слабо-поглощающих объектов.
- 3. Реализация методов диагностики источника и подготовки рентгеновского пучка с использованием предложенных оптических элементов. Результаты экспериментов по измерению наклона рентгеновского источника и юстировке первичной щели при помощи параболических аксиконов. Теоретическое описание и экспериментальная демонстрация расширителя рентгеновского пучка на основе многолинзового интерферометра.
- 4. Результаты численного моделирования, расчетов и теоретических оценок, полученных в настоящей работе при помощи разработанного программного продукта, позволяющего моделировать оптические явления распространения рентгеновского излучения, рассеянного на элементах преломляющей оптики. Результаты численного эксперимента по субмикронной фокусировке с использованием эллиптического капилляра и параболических аксиконов. Результаты теоретических оценок и компьютерного моделирования интерферометрического подхода к визуализации тонких пленок, с нанометровым разрешением.

### Личный вклад автора

Соискатель самостоятельно провел анализ литературы по исследуемой тематике, принимал прямое участие в разработке методов формирования и управления волновым фронтом пучка на основе преломляющей оптики, был задействован в проектировании соответствующих рентгенооптических элементов, участвовал в постановке производственных задач, выборе технологий и методов для их решения. При определяющем участии автора были разработаны новые когерентные методы исследования, а также методы диагностики источника и подготовки рентгеновского пучка на основе рассматриваемых оптических формирователей. Соискатель сыграл важную роль в проведении всех экспериментов по исследованию оптических свойств формирователей пучка и тестированию методов на их основе на источниках синхротронного излучения, детально освоив методику проведения синхротронного эксперимента. Автор произвел систематизацию, анализ и интерпретацию полученных экспериментальных данных, выполнил соответствующие теоретические исследования, аналитические оценки, расчеты, а также численные эксперименты. Соискатель внес значительный вклад в подготовку научных публикаций, самостоятельно представлял результаты настоящей работы на профильных научных конференциях, семинарах и школах.

# Список работ по теме диссертации

Основные научные результаты диссертационной работы были отражены в 9 печатных работах, 7 из которых опубликованы в зарубежных научных изданиях и сборниках, входящих в международные базы данных Web of Science и Scopus, включенных в перечень ВАК:

- 1. Zverev, D., Barannikov, A., Snigireva, I., Snigirev, A. X-ray refractive parabolic axicon lens // *Opt. Express.* 2017. Vol. 25, No. 23. P. 28469–28477.
- 2. Zverev, D., Snigireva, I., Kohn, V., Kuznetsov, S., Yunkin, V., Snigirev, A. X-ray phasesensitive imaging using a bilens interferometer based on refractive optics // *Opt. Express.* – 2020. – Vol. 28, No. 15. – P. 21856–21868.
- Lyatun, S., Zverev, D., Ershov, P., Lyatun, I., Konovalov, O., Snigireva, I., Snigirev, A. X-ray reflecto-interferometer based on compound refractive lenses // J. Synchrotron Radiat. 2019. Vol. 26 P. 1572–1581.
- 4. Zverev D., Snigireva I., Snigirev A. Beam-shaping elements based on X-ray refractive optics: theory, modeling, and experiment // *Proceedings SPIE*. 2020. Vol. 11493 P. 114930K.
- 5. Zverev D., Snigireva I., Snigirev A. Peculiarities in the interference pattern obtained by X-ray bilens interferometer // *Proceedings SPIE*. 2020. Vol. 11493 P. 114930L.
- 6. Zverev, D., Snigireva, I., Snigirev, A. X-ray Phase Contrast Microscopy Based on Parabolic Refractive Axicon Lens. // *Microsc. Microanal.* 2018. Vol. 24, No. S2. P. 296–297.
- Zverev, D., Snigireva, I., Kohn, V., Kuznetsov, S., Yunkin, V., Snigirev, A. X-ray Phase Contrast Imaging Technique Using Bilens Interferometer // Microsc. Microanal. – 2018. – Vol. 24, No. S2. –P. 162–163.

а также 2 работы приняты к публикации в сборнике AIP Conference Proceedings:

- 8. Zverev, D., Snigireva, I., Kuznetsov, S., Yunkin, V., Snigirev, A. X-ray phase-contrast imaging technique based on a bilens interferometer *I/AIP Conference Proceedings*. принято к печати.
- 9. Zverev, D., Snigireva, I., Kuznetsov, S., Yunkin, V., Snigirev, A. Beam-shaping refractive optics for coherent X-ray sources *//AIP Conference Proceedings*. принято к печати.

Кроме того, по результатам настоящей работы было получено 5 патентов на полезную модель:

 Зверев Д.А., Кузнецов С.М., Юнкин В.А., Снигирев А.А. Устройство для расширения коллимированного рентгеновского пучка // патент № 191608 Российская Федерация, МПК G21K 1/06 – БФУ им И. Канта. – № 2018147639; заявл. 29.12.2018; опубл. 14.08.2019.

- Зверев Д.А., Баранников А.А., Климова Н.Б. Нарикович А.С., Хегай А.Г., Снигирев А.А. Рентгеновский фазово-контрастный микроскоп с объективом, содержащим аксикон // патент № 189629 Российская Федерация, МПК G01N 23/20 – БФУ им И. Канта. – № 2018147640; заявл. 29.12.2018; опубл. 29.05.2019.
- 3. Снигирев А.А., Снигирева И.И., Зверев Д.А., Климова Н.Б., Баранников А.А. Рентгеновский планарный аксикон // патент № 184726 Российская Федерация, МПК G21К 1/00 БФУ им И. Канта. № 2017145382; заявл. 22.12.2017; опубл. 07.11.2018.
- 4. Снигирев А.А., Снигирева И.И., Зверев Д.А., Климова Н.Б., Баранников А.А. Рентгеновский аксикон // патент № 184725 Российская Федерация, МПК G21К 1/00 БФУ им И. Канта. № 2017145381; заявл. 22.12.2017; опубл. 07.11.2018
- 5. Снигирев А.А., Снигирева И.И., Зверев Д.А., Климова Н.Б., Баранников А.А. Формирователь набора рентгеновских микропучков // патент № 181311 Российская Федерация, МПК G21K 1/02 БФУ им И. Канта. № 2017145380; заявл. 22.12.2017; опубл. 10.07.2018.

# Апробация работы

Основные результаты и положения диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих профильных российских и международных научных конференциях, семинарах и школах.

- Международная научная школа IWSN-2015 (Ростов-на-Дону, 2015)
- Международная конференция ХОРТ-2016 (Йокогама, Япония, 2016)
- Международная конференция SFR-2016 (Новосибирск, 2016)
- Международная конференция «Nanocarbon for optics and electronics» (Калининград, 2016)
- Международная конференция «SPIE: Optics and Photonics» (Сан-Диего, США, 2016)
- Международная конференция «Наука будущего. Наука молодых» (Казань, 2016)
- Международная научная школа IWSN-2016, (Калининград, 2016)
- ХХХ международная научная школа Симпозиум по Голографии, Когерентной оптике и Фотонике (Калининград, 2017)
- Международная конференция ICXOM-24 (Триест, Италия, 2017)
- Международная конференция ХОРТ-2018 (Йокогама, Япония, 2018)
- Международная конференция XRM-2018 (Саскатун, Канада, 2018)
- Международная конференция SFR-2018 (Новосибирск, 2018)
- Международная научная школа XFEL-2018 (Гданьск, Польша, 2018)
- Конференция «Рентгеновская оптика 2018» (Черноголовка, 2018)
- Международная конференция ХОРТ-2019 (Йокогама, Япония, 2019)
- Международная конференция ІСХОМ-25 (Чикаго, США, 2019)

- Международная научная школа RACIRI-2019 (Светлогорск, 2019)
- Международная научная школа IBS-2019 (Калининград, 2019)
- Международный научный семинар «Workshop on Coherence at ESRF-EBS» (Гренобль, Франция, 2019)
- Международная конференция SFR-2020 (Новосибирск, 2020)
- Международная конференция «SPIE: Optics and Photonics» (Сан Диего, США, 2020)

# Объем и структура работы

Диссертация состоит из введения, трех глав, заключения и списка литературы. Текст работы представлен на 118 страницах, включая 41 рисунок и 4 таблицы. Список литературы содержит 109 наименований.

# Глава 1. Теоретические основы

Первая глава представляет собой обзор литературы, содержащий общие сведения о свойствах рентгеновского излучения, принципах его генерации и особенностях использования, позволяющий полноценно раскрыть тему настоящей диссертационной работы. Здесь рассмотрены различные источники рентгеновского излучения, такие как рентгеновские трубки с вращающимся и жидким анодами, синхротронные источники излучения, в том числе новые источники 4-ого поколения, а также рентгеновские лазеры на свободных электронах. Описаны теоретические основы взаимодействия рентгеновского излучения с веществом: преломление рентгеновских волн и их зеркальное отражение, а также поглощение рентгеновского излучения в веществе. Дополнительно представлен подход численного моделирования процессов распространения рентгеновского излучения, рассеянного на элементах преломляющей оптики, применяемый в настоящей работе для анализа экспериментальных данных, а также проектирования оптических систем на основе формирователей рентгеновского пучка.

Также уделено внимание преломляющей фокусирующей рентгеновской оптике, принципы работы которой используются в разрабатываемых методах формирования рентгеновского пучка, описанных в следующих главах диссертации. Приведены аналитические оценки оптических характеристик составной преломляющей линзы, к которым относятся: эффективная апертура линзы, ее фокусное расстояние и размер формируемого фокусного пятна. Дополнительно рассмотрены принципы работы изображающей оптической системы на основе рентгеновских преломляющих линз.

В конце главы приведен обзор современных когерентных методов рентгеновской визуализации. Рассматриваются физические основы методов рентгеновской микроскопии и томографии. Кроме того, в обзор включены актуальные на сегодняшний день методы диагностики источника синхротронного излучения и мониторинга рентгеновского пучка. Стоит отметить, что далее в тексте диссертационной работы предложены различные модификации рассмотренных в обзоре методов, заключающиеся в использовании формирователей рентгеновского пучка на основе преломляющей оптики, позволяющих существенно упростить оптические схемы представленных методов или несколько расширить их аналитические возможности.

# 1.1. Принципы генерации рентгеновского излучения и его свойства

### 1.1.1. Лабораторные источники рентгеновского излучения

С момента своего открытия в 1895 году, ученые и общество признали исключительную важность рентгеновских излучения, а в 1901 году Вильгельм Конрад Рентген был удостоен первой Нобелевской премии по физике в знак признания его выдающихся заслуг, за открытие лучей, которые впоследствии были названы в его честь. Первым лабораторным источником рентгеновского излучения была разрядная трубка Ленарда, при помощи которой Рентген и сделал свое выдающееся открытие. Этот источник генерировал довольно жесткое рентгеновское излучение, потенциал которого был тут же реализован в медицинской диагностике и в изучении дифракции рентгеновских лучей на кристаллах.

Исторически рентгеновская трубка является одним из важнейших источников рентгеновских лучей. Сегодня такой источник позволяет реализовать большинство методов рентгенографических и рентгеноструктурных исследований. Рентгеновская трубка представляет собой вакуумный диод, содержащий в себе катод и анод, между которыми создается разность потенциалов, формирующая сильное электрическое поле. Электроны, испускаемые катодом вследствие термоэлектронной эмиссии, ускоряются электрическим полем и сталкиваются с анодом, вызывая излучение электромагнитных волн рентгеновского диапазона. Схематическое изображение рентгеновской трубки представлено на рис. 1.1.



Рис. 1.1. Схематическое изображение рентгеновской трубки.

С физической точки зрения, рентгеновское излучение в трубке возникает вследствие двух явлений: тормозного излучения и флуоресценции. Тормозное излучение связано с резким замедлением электронов в процессе их взаимодействия с атомами анода, что приводит к испусканию электромагнитного излучения, свойства которого зависят от напряжения, приложенного между электродами, и от количества электронов, сталкивающихся с анодом. Длина волны испускаемого рентгеновского излучения зависит от потери энергии электрона при столкновении. При этом существует минимальная длина волны  $\lambda_{min}$ , соответствующая потере электроном своей полной кинетической энергии  $E_{max}$ . Полная кинетическая энергия электрона связана с ускоряющим напряжением рентгеновской трубки *V*, следующим образом:

$$E_{max} = eV = \frac{hc}{\lambda_{min}}$$
, откуда (1.1)

$$\lambda_{\min} = \frac{hc}{eV},\tag{1.2}$$

где e – заряд электрона, h – постоянная Планка, c – скорость света. Однако вероятность сразу потерять полную энергию  $E_{max}$  довольно мала. Каждое отдельное взаимодействие электрона с атомами анода приводит к его замедлению и возникновению рентгеновского фотона. Спектр испускаемого таким образом излучения непрерывен и почти не меняется по интенсивности. Типичный спектр непрерывного излучения рентгеновской трубки показаны на рис. 1.2 (а). Такой спектр излучения применяется, например, для рентгеновской радиографии в медицине, где обычно используются вольфрамовые рентгеновские трубки.





В дополнение к рентгеновскому тормозному излучению может иметь место характеристическое рентгеновское излучение, зависящее от материала. Когда в материал анода попадают электроны с высокой энергией, существует вероятность ионизации его атомов. Поскольку испускаемый вследствие ионизации электрон формирует вакансию в электронной оболочке атома, электрон с более высокой электронной оболочки релаксирует в незанятое электронное состояние. Рекомбинация вакансии в атомной электронной конфигурации с электроном из верхней оболочки приводит к испусканию коротковолнового излучения. Это явление флуоресценции создает резкие пики в спектре излучения, характерные для материала анода. Длина волны характеристических линий зависит от атомного номера элемента, из которого изготовлен анод, и, чем выше атомный номер, тем короче длина волны. Схематическое изображение спектра характеристического излучения в дополнение к непрерывному спектру показан на рис. 1.2 (б).

Типичные напряжения, подаваемые на электроды рентгеновской трубки, составляют от 10 кВ до 100 кВ, при этом электронный ток может достигать значений до 0.5 А. Мощность рентгеновской трубки может быть определена как произведение электронного тока на ускоряющее напряжение. Чем больше мощность, тем больше плотность потока рентгеновского излучения. Таким образом формируемый поток испускаемого рентгеновского излучения пропорционален электронному току. При повышении тока в катоде, число испускаемых им электронов возрастает, что вызывает увеличение числа генерируемых анодом рентгеновских фотонов. Однако по мере увеличения тока, температура анода также увеличивается, а необходимость отвода тепла, выделяемого на аноде, которое составляет 99% энергии электронов, накладывает технические ограничения на максимальную интенсивность пучка, который может генерироваться рентгеновской трубкой. Современные рентгеновские трубки отличаются в основном своей системой охлаждения, а также материалом анода.

Типичная мощность отпаянных рентгеновских трубок составляет несколько киловатт, однако для повышения мощности и увеличения интенсивности излучения используются рентгеновские трубки с вращающимся анодом. При работе таких трубок массивный анод, изготовленный в виде цилиндра, вращается со скоростью несколько десятков тысяч оборотов в минуту, при этом сфокусированный на его поверхности электронный пучок, размер фокусного пятна которого обычно составляет несколько миллиметров, взаимодействует с большей площадью поверхности анода по сравнению с обычными трубками. Одновременно вращающийся анод охлаждается циркулирующей внутри него водой. Таким образом мощность трубки удается повысить на порядок, при этом ее значение может достигать 20 кВт.

Также следует обратить внимание на еще один тип рентгеновской трубки, в которой в качестве анода используется жидкая струя расплавленного металла. Такая трубка позволяет добиться более высокой интенсивности излучения при малом размере, порядка нескольких микрометров, генерируемого источника, обусловленного размером сфокусированного на струе электронного пучка. В настоящей работе предварительные исследования рассматриваемых в ней формирователей пучка и методов на их основе проводились на источнике подобного типа Excillium<sup>TM</sup> MetalJet. На данном источнике в качестве анода используется индий-галлиевая

смесь, а характерные размеры генерируемого источника рентгеновского излучения составляют от 5 до 80 мкм.



**Рис. 1.3.** Принцип действия источника рентгеновского излучения с жидким In-Ga анодом. Спектр источника рентгеновского излучения на жидком In-Ga аноде.

На рис. 1.3 представлена принципиальная схема рассматриваемого источника, а также спектр его излучения, полученный при ускоряющем напряжении 70 кВ. Основные характеристические линии излучения, генерируемые таким источником, составляют 9.25 кэВ и 24.21 кэВ для галлия и индия, соответственно. Максимальное значение спектральной яркости излучения B (от англ. Brilliance), определяемое как нормированный на энергетическую полосу пропускания (BW), шириной 0.1% от рассматриваемой энергии излучения, поток фотонов F, испускаемый с единицы площади источника  $s_0$ , с учетом угла расходимости  $\Omega$  генерируемого излучения:

$$B = \frac{F}{\Omega \cdot s_0 \cdot 0.1\% \Delta \lambda / \lambda} \left[ \frac{\phi omoh/ce\kappa}{mpa\partial^2 \cdot mm^2 \cdot 0.1\% BW} \right],$$
(1.3)

составляет 10<sup>11</sup> фотон / (сек×мм<sup>2</sup>×мрад<sup>2</sup>×0.1%BW), что на несколько порядков выше, чем на рентгеновской трубке с вращающимся анодом.

# 1.1.2. Источники синхротронного излучения и рентгеновские лазеры на свободных электронах

Источники синхротронного излучения, появившиеся сравнительно недавно (история их развития началась в 1950-х годах), стали важнейшим дополнением к рентгеновским трубкам, существенно расширяя область применения рентгеновского излучения, например, в исследовании быстропротекающих физических и химических процессов, или в изучении внутренней структуры микроскопических объектов. С помощью синхротронного излучения удалось расшифровать структуры белков, что было невозможно с использованием лабораторных источников излучения, стали доступны исследования веществ в экстремальных условиях (при высоких давлениях и температуре), анализ биологических и неорганических структур. Благодаря чрезвычайно высокой яркости синхротронного излучения фантастически возросла чувствительность и разрешающая способность большинства аналитических методов, использующих рентгеновское излучение. Открытие новых возможностей применения рентгеновского излучения, послужило стимулом к стремительному развитию источников излучения. На сегодняшний день, В мире активно синхротронного используются синхротронные источники третьего поколения. Одними из крупнейших синхротронов третьего поколения является Европейский Центр Синхротронного Излучения ESRF (European Synchrotron Radiation Facility, Гренобль, Франция). Стоит отметить, что исследования, представленные в настоящей работе, были выполнены на этом источнике.



**Рис. 1.4.** (а) Принципиальная схема устройства синхротрона. (б) Принципиальная схема устройства ондулятора.

В синхротроне генератором рентгеновского излучения являются ультрарелятивистские электроны, движущиеся по круговой орбите. На практике синхротрон представляет собой кольцо, состоящее из прямых секций, в узлах которых расположены поворотные магниты с постоянным магнитным полем рис. 1.4 (а). Изменение траектории движения электронов происходит с помощью них. Каждый раз пролетая через магнитное поле поворотных магнитов, электроны, движущиеся с околосветовой скоростью, испытывают центростремительное ускорение из-за силы Лоренса, при этом генерируют синхротронное излучение. Физический принцип механизма формирования синхротронного излучения, при котором излучению электромагнитного поля способствует ускорение заряженных частиц, очевидно эквивалентен принципу формирования тормозного излучения в рентгеновской трубке. Разница между тормозным и синхротронным излучением заключается в скорости ускоренных частиц. В то время как электроны в рентгеновской трубке ускоряются до энергии 100 кэВ, чтобы излучать изотропно (во всех направлениях), электроны, произведенные в синхротроне третьего поколения, имеют ультрарелятивистскую скорость с энергией в несколько ГэВ и излучают в узкий конус. Используя уравнения Лоренца, можно продемонстрировать, что угол расходимости синхротронного излучения обратно пропорционален энергии ускоренных электронов. Вертикальный угол расходимости формируемого пучка выражается как  $1/\gamma$ , где  $\gamma = E/m_0c^2$  — релятивистский лоренц-фактор ускоренного электрона, характеризующий отношение полной энергии частицы к ее энергии покоя. Следовательно, чем быстрее электроны, тем меньше будет рассеиваться излучаемый рентгеновский пучок, что делает синхротронный источник намного более ярким, чем источник, формируемый в рентгеновской трубке. Энергетический спектр, излучаемый поворотным магнитом, непрерывен, и охватывает диапазон от нескольких эВ до более сотни кэВ. Характеристическая (критическая) энергия  $E_c$  таких источников определяется свойствами накопителя и приблизительно соответствует пику излучаемой мощности в энергетическом спектре. Ее математическое определение [21] может быть представлено как:

$$E_c = \frac{3}{4}\hbar\gamma\omega_0, \qquad (1.4)$$

где  $\omega_0$  – круговая частота электронов внутри накопителя, а  $\hbar$  – постоянная Планка. Отсюда следует, что критическая энергия синхротронного излучения растет с увеличением энергии синхротрона. Поворотные магниты синхротронного источника ESRF позволяют генерировать рентгеновское излучение с характерной спектральной яркостью  $10^{14}$  –  $10^{16}$  фотон / (сек×мм<sup>2</sup>×мрад<sup>2</sup>×0.1%BW) [22]. Типичная характеристическая энергия излучения составляет около 20 кэВ (при энергии электронного пучка 6 ГэВ).

Более эффективная альтернатива поворотным магнитам для получения синхротронных рентгеновских лучей состоит в использовании ондулятора, размещенного в одной из прямых секций накопительного кольца [23]. В отличие от поворотного магнита, в магнитном поле которого электроны движутся по дуге, ондулятор заставляет электроны совершать колебания в горизонтальной плоскости (рис. 1.4(б)). Такая траектория формируется благодаря устройству ондулятора, представляющего собой массив постоянных магнитов с чередующейся полярностью. Внутри ондулятора пространственная частота магнитов настроена таким образом, чтобы электроны колебались в фазе вдоль его магнитной структуры. Результирующее излучение представляет собой суперпозицию волн, генерируемых на каждом изгибе траектории, формируемой ондулятором. Таким образом, пучок ондуляторного излучения является намного более ярким, чем пучок, создаваемый поворотным магнитов. Повышение спектральной яркости излучения пропорционально корню из числа магнитов  $N_u$  в

периодической структуре ондулятора. Энергия, излучаемая ондулятором, локализована в пиках спектра, первый наибольший пик которого (фундаментальная гармоника) находится около основной расчетной частоты, а остальные пики являются ее гармониками высших порядков. Выражение для основной длины волны (фундаментальной гармоники) генерируемого излучения, имеет следующий вид:

$$\lambda = \frac{\lambda_u}{2\gamma^2} \left( 1 + \frac{K^2}{2} \right), \text{ где } K = 0.934 \lambda_u [\text{см}] B_0[\text{T}]$$
(1.5)

– ондуляторный параметр, а  $\lambda_u$  – период магнитов в ондуляторе. Видно, что длина волны зависит от периода и приложенного в ондуляторе поля, которое регулируется путем изменения расстояния между полюсами магнитов. Выражение для длин волн  $\lambda_n$  гармоник высших порядков (n = 2, 3, 4...) можно записать следующим образом:

$$\lambda_n = \frac{\lambda_u}{2n\gamma^2} \left( 1 + \frac{K^2}{2} \right). \tag{1.6}$$

Однако формируемое излучение не является строго монохроматичным, так как определяется длительностью электронного сгустка, проходящего через ондулятор и, соответственно, числом магнитов (периодом ондулятора):

$$\frac{\Delta\lambda}{\lambda_n} = \frac{1}{nN_u},\tag{1.7}$$

что обычно составляет около 1%. Угловая расходимость излучения зависит от его энергии (длины волны), а также определяется параметрами магнитной структуры ондулятора:

$$\zeta = \sqrt{\frac{\lambda}{N_u \lambda_u}} \,. \tag{1.8}$$

Типичный размер и расходимость источника в ондуляторной секции ESRF составляет  $15 \times 900 \text{ мкm}^2$  (по вертикали × горизонтали) и  $14 \times 28 \text{ мкрад}^2$  (по вертикали × горизонтали) (при энергии излучения 12.4 кэВ) соответственно, а характерная величина спектральной яркости в ондуляторе ESRF составляет  $10^{20}$  фотон / (сек×мм<sup>2</sup>×мрад<sup>2</sup>×0.1%BW).

Стоит отметить, что, согласно программе развития ESRF [5], планируется модернизация синхротронного кольца, предполагающая уменьшение горизонтального и вертикального размера рентгеновского источника, а также расходимость формируемого им пучка до 10×60 мкм<sup>2</sup> и 14×28 мкрад<sup>2</sup> (при энергии излучения 12.4 кэВ), соответственно. Фактически это будет новый накопитель, использующий существующую инфраструктуру и позволяющий при той же энергии и длине орбиты (6 ГэВ и 844 м) уменьшить эмиттанс (произведение размера

источника на его расходимость) в 30 раз до 0.13 нм. Такое нововведение позволит существенно увеличить яркость источника и степень пространственной когерентности рентгеновского пучка, приближая параметры источника к характеристикам дифракционно-ограниченных источников рентгеновского излучения 4-го поколения. Для источников 4-го поколения характерны низкая расходимость генерируемого пучка, сравнимая со значением естественной дифракционной расходимости, а также высокая спектральная яркость источника не менее  $10^{22}$  фотон / (сек×мм<sup>2</sup>×мрад<sup>2</sup>×0.1%BW).

**Таблица 1.1.** Характерные значения спектральной яркости для разных типов рентгеновских источников.

Источники	Спектральная яркость, фотон / (сек×мм²×мрад²×0.1%BW)
Лазеры на свободных электронах	10 <sup>34</sup>
Синхротроны четвертого поколения	10 <sup>22</sup>
Синхротроны третьего поколения (ондуляторы)	$10^{20}$
Синхротроны второго поколения (поворотные магниты)	10 <sup>15</sup>
Рентгеновская трубка с жидким анодом	1011
Рентгеновская трубка с вращающимся анодом	109

Помимо ESRF программы перехода к новым источникам уже реализуются на синхротронных комплексах MAX IV (Лунд, Швеция) и Sirius (Кампинас, Бразилия), а запущенный в 2017 году Европейский рентгеновский лазер на свободных электронах European XFEL (Шенефельд, Германия) на базе линейного ускорителя с энергией электронов 17 ГэВ, на сегодняшний день является самым мощным источником рентгеновского излучения в мире [6– 8]. В заключение, в таблице 1.1 приведено сравнение всех вышеописанных рентгеновских источников по параметру их спектральной яркости.

# 1.2. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом

# 1.2.1. Преломление и зеркальное отражение рентгеновских лучей

Показатель преломления рентгеновских лучей в веществе можно записать как [24]:

$$n = 1 - \delta + i\beta \,, \tag{1.9}$$

где *δ* – декремент показателя преломления вещества, характеризующий его преломляющую способность. В рентгеновском диапазоне длин волн он имеет положительное значение порядка

10<sup>-6</sup> при энергии 12.4 кэВ (длина волны  $\lambda = 1$  Å). Мнимая часть  $\beta$  показателя преломления *n* описывает поглощение. Мнимая часть даже меньше, чем  $\delta$  на два-три порядка. Обе характеристики показателя преломления могут быть выражены через атомный фактор рассеяния рентгеновских лучей f = Z + f' + if'' в случае их рассеяния в прямом направлении (по ходу распространения первичного пучка), где Z – атомный номер, а f' + if'' – дисперсионные поправки:

$$n = 1 - C(Z + f' + f''),$$
 где (1.10)

$$\delta = \frac{N_A}{2\pi} r_0 \lambda^2 \frac{\rho}{A} (Z + f'), \qquad (1.11)$$

$$\beta = \frac{N_A}{2\pi} r_0 \lambda^2 \frac{\rho}{A} f'' = \frac{\mu \lambda}{4\pi}, \qquad (1.12)$$

$$C = \frac{N_A}{2\pi} r_0 \lambda^2 \frac{\rho}{A}, \qquad (1.13)$$

Здесь  $N_A$  – число Авогадро,  $\lambda$  – длина волны падающего рентгеновского излучения, параметр  $\rho$  – плотность вещества, а A – атомная масса. Из-за того, что практически для всех материалов отношение Z/A составляет от 0.3 до 0.5, значение плотности  $\rho$  является единственным параметром материала, который влияет на декремент показателя преломления. Член  $N_A\rho/A$  в выражении (1.11) представляет собой количество атомов в объеме, а значение  $r_0$  – классический радиус электрона. Рассеяние на ядре не учитывается, поскольку его масса на три порядка больше массы электрона.

Даже если пренебречь поглощением ( $\beta = 0$ ), можно заметить, что показатель преломления *n* для рентгеновских лучей в веществе меньше единицы. Следовательно, вещества для рентгеновских лучей являются оптически менее плотными по сравнению с вакуумом, в результате чего фазовая скорость рентгеновских лучей, распространяющихся в веществе больше, чем в вакууме. Согласно закону Снеллиуса [25], который также справедлив и в рентгеновском диапазоне длин волн:

$$n_1 \cos \theta_1 = n_2 \cos \theta_2, \qquad (1.14)$$

преломленный луч отклоняется от нормали к поверхности, так как показатель преломления меньше единицы. Здесь  $n_1$  и  $n_2$  – показатели преломления двух сред, в которых распространяются падающий и преломленный лучи,  $\theta_1$  и  $\theta_2$  – углы между поверхностью и падающим и преломленным лучом, соответственно (рис. 1.5).



**Рис. 1.5.** (а) Преломление видимого света. Показатель преломления  $n_2$  больше единицы. Угол преломления  $\theta_2$  больше угла падения  $\theta_1$ . (б) Преломление рентгеновских лучей. Показатель преломления  $n_2$  меньше единицы. Следовательно, угол преломления  $\theta_2$  меньше угла падения  $\theta_1$ . (в) Полное внешнее отражение. Если угол падения  $\theta_1$  меньше критического угла  $\theta_c$ , излучение полностью отражается.

Кроме того, отклонение луча от нормали к поверхности означает существование критического угла падения  $\theta_1 = \theta c$ , при котором  $\theta_2 = 0$ . Это приводит к полному внешнему отражению рентгеновских лучей, падающих под углами меньше критического угла  $\theta_c$ . Из выражения (1.9) и закона Снеллиуса (1.14) следует, что:

$$\cos \theta_{c} = 1 - \frac{1}{2} \theta_{c}^{2} + O(\theta_{c}^{4}) = n = 1 - \delta$$
(1.15)

при  $\beta = 0$ . Пренебрежение старшими членами ряда Тейлора, дает связь между  $\delta$  и критическим углом  $\theta_c$ :

$$\theta_c = \sqrt{2\delta} . \tag{1.16}$$

Это указывает на то, что полное внешнее отражение происходит только под очень маленькими углами. Зная, что декремент показателя преломления  $\delta$  порядка  $10^{-6}$ , критический угол обычно не превышает нескольких миллирадиан.

# 1.2.2. Поглощение рентгеновского излучения в веществе

Мнимая часть  $\beta$  показателя преломления *n* описывает поглощение рентгеновских лучей веществом (выражение 1.12). Однако на макроскопическом уровне поглощение рентгеновских лучей веществом также может быть описано простым эмпирическим законом, хотя лежащие в

его основе физические процессы более сложны. Поглощение в однородном слое материала толщиной *d* определяется законом Бугера-Ламберта- Бера:

$$I(E,d) = I_0(E)e^{-\mu(E)d}, \qquad (1.17)$$

где  $I_0(E)$  – интенсивность падающей волны, I(E) – интенсивность прошедшей волны, E – энергия рентгеновских лучей, а  $\mu(E)$  – линейный коэффициент поглощения. Коэффициент поглощения  $\mu$  связан с показателем поглощения  $\beta$  следующим соотношением:

$$\mu(E) = \frac{4\pi}{\lambda} \beta. \tag{1.18}$$

При более внимательном рассмотрении можно выделить различные эффекты поглощения, вносящие вклад в величину линейного коэффициента поглощения  $\mu$ . К ним относятся: фотопоглощение, сопровождающееся выбиванием фотоэлектрона и испусканием вторичного (флуоресцентного) фотона, упругое (рэлеевское) и неупругое (комптоновское) рассеяние, а также процесс образования электрон-позитронных пар.

### Фотопоглощение

При энергиях рентгеновского излучения от 10 кэВ до 40 кэВ вклад фотопоглощения в линейный коэффициент поглощения  $\mu$  является определяющим. Такой процесс поглощения подразумевает, что падающий рентгеновский фотон частотой  $\omega$  поглощается атомом. При этом фотон ионизирует атом, что сопровождается выбиванием фотоэлектрона из его внутренних оболочек. Этот процесс происходит, когда энергия фотона превышает энергию связи  $E_B$  электрона с атомом. При избыточной энергии фотона, фотоэлектрон получает оставшуюся энергию в виде кинетической:

$$E_e = \hbar \omega - E_B, \tag{1.19}$$

где а  $\hbar$  – постоянная Планка. В этом случае коэффициент поглощения пропорционален  $E^{-3}$ , а отношение  $\mu$  и плотности вещества  $\rho$  соотносится с атомным номером Z поглощающего элемента как:

$$\frac{\mu}{\rho} \sim \frac{Z^3}{E^3}.$$
(1.20)

Это простое приближение не действует вблизи краев поглощения, где поведение коэффициента поглощения становится более сложным (дополнительную информацию можно получить в работе [26]). Эффект фотопоглощения включает в себя некоторые последующие процессы, обусловленные необходимостью вернуть ионизированный атом в состояние с наименьшей возможной энергией. Вакансия, образованная при выбивании фотоэлектрона в одной из

внутренних электронных оболочек атома, занимается электроном с более высокой оболочки. При этом испускается излучение, называемое флюоресцентным. Поскольку этот электрон создал новую вакансию, она заполняется электроном с еще более высокой оболочки, также сопровождаясь испусканием фотона. Этот эффект повторяется до тех пор, пока все внутренние оболочки не будут заполнены, переводя ион в его основное состояние.

Другая возможность для атома потерять избыточную энергию, полученную в результате его ионизации рентгеновским фотоном – это испускание оже-электрона с более высокой оболочкой. В этом случае излучения не происходит. Процесс образования оже-электрона создает дополнительную электронную вакансию, в результате чего атом дважды ионизируется. Эта вакансия заполняется так же, как описано выше. Хотя рассматриваемый процесс сам по себе не приводит к флюоресцентному излучению, за ним могут следовать другие переходы, сопровождающиеся испусканием фотона.

### Рассеяние

Термин «рассеяние» относится к процессу, в котором падающие фотоны меняют свою энергию или направление, но не поглощаются. Однако это также ослабляет первичное излучение и, следовательно, способствует его ослаблению. Есть два разных процесса рассеяния: упругое и неупругое. Упругое рассеяние рентгеновских лучей на электронах атомов вещества описывается рассеянием Рэлея. В этом типе рассеяния энергия и величина импульса падающего рентгеновского фотона не меняются. Рассеянный фотон имеет ту же энергию, что и падающий, но, как правило, меняет свое направление движения. В физике рентгеновских лучей наиболее важным следствием рэлеевского рассеяния является брэгговское отражение, которое возникает в периодической атомарной структуре образца с периодом порядка длины падающей волны.

Второй тип рассеяния – это неупругое комптоновское рассеяние. Если рентгеновский фотон попадает в почти свободный электрон (находящийся во внешней оболочке атома), то он забирает часть энергии фотона. Для простоты предположим, что электрон полностью свободен. В этом случае фотон сталкивается с электроном, изменяя свою длину волны и направление, передавая электрону избыточный импульс и энергию. Из законов сохранения энергии и импульса, можно вычислить потерю энергии фотоном как функцию угла рассеяния  $\psi$ . Потеря энергии приводит к сдвигу длины волны, определяемому выражением:

$$\Delta \lambda = \lambda_{c} (1 - \cos \psi), \qquad (1.21)$$

где  $\lambda_C$  – длина волны комптоновского рассеяния, определяемая выражением:

$$\lambda_c = 2\pi \frac{\hbar}{m_e c} = 2.43 \cdot 10^{-12} \,\mathrm{M}\,, \tag{1.22}$$

где *m<sub>e</sub>* – масса покоя электрона, а *с* – скорость света. Влияние комптоновского рассеяния на поглощение рентгеновского излучения становится наиболее заметным по сравнению с другими механизмами поглощения при энергиях фотонов выше 50 кэВ.

### Образование электрон-позитронных пар

Если энергия фотона достаточно высока, то он, находясь в электрическом поле может создать электрон-позитронную пару:

$$\hbar\omega \to e^- + e^+ + E_{\nu}, \qquad (1.23)$$

где  $E_k$  – кинетическая энергия одной из созданных частиц. Для образования пар требуется сильное электрическое поле, подобное тому, что формируется атомным ядром. Однако такая реакция может происходить и вблизи электрона, хотя ее сечение примерно на порядок меньше. Очевидно, что энергия, необходимая для создания двух частиц, как минимум в два раза должна превышать энергетический эквивалент массы электрона или позитрона, то есть 511 кэВ. По этой причине образование пар не может происходить при энергиях *E* меньше 1 МэВ. Энергии излучения, используемые в настоящей работе в теоретических и экспериментальных исследованиях, не превышают 50 кэВ, поэтому процесс образования электрон-позитронных пар не играет роли в рассматриваемом диапазоне энергий.

# 1.2.3. Компьютерное моделирование процессов распространения рентгеновского излучения, рассеянного на элементах преломляющей оптики

Задача компьютерного моделирования процессов распространения рентгеновского пучка и его формирования элементами преломляющей оптики сводится к определению амплитуды и фазы волнового поля в пространстве путем последовательного использования принципа Гюйгенса-Френеля в форме интеграла Френеля-Кирхгофа [27, 28]:

$$E(P) = -\frac{i}{\lambda} \int_{\Upsilon} E_0(Q) \frac{e^{ikr}}{r} \cos(\theta) d\Upsilon, \qquad (1.24)$$

где E(P) – комплексная амплитуда искомого волнового поля в точке наблюдения  $P, \Upsilon$  – перпендикулярная оптической оси плоскость, в которую помещен оптический элемент,  $E_0(Q)$  – комплексная амплитуда волнового поля в некоторой точке Q, лежащей на плоскости  $\Upsilon$ , r – расстояние между точками Q и  $P, \theta$  – угол между нормалью к плоскости  $\Upsilon$  и прямой, соединяющей точки Q и  $P, \lambda$  – длина волны,  $k = 2\pi/\lambda$  – волновое число. Вводя координаты  $(x_0, y_0)$  точки Q в плоскости оптического элемента  $\Upsilon$  и координаты (x, y) точки P в параллельной плоскости наблюдения, расположенной на расстоянии z от оптического элемента, выражение (1.24) можно записать следующим образом:

$$E(x, y, z) = -\frac{i}{\lambda} \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} E_0(x_0, y_0) \frac{e^{ikr}}{r} \cos(\theta) dx_0 dy_0,$$
 где (1.25)  
$$r = \sqrt{z^2 + (x - x_0)^2 + (y - y_0)^2}.$$

Отметим, что в рентгеновской оптике часто применяется параксиальное приближение, математическим представлением которого является неравенство z >> x, y,  $x_0$ ,  $y_0$ , которое означает, что размеры оптического элемента и области наблюдения намного меньше расстояние между ними. В параксиальном приближении выражение (1.25) принимает вид:

$$E(x, y, z) = -\frac{i}{\lambda} \frac{e^{ikz}}{z} e^{\frac{ik}{2z}(x^2 + y^2)} \int_{-\infty}^{+\infty} E_0(x_0, y_0) e^{\frac{ik}{2z}(x_0^2 + y_0^2)} e^{-\frac{ik}{z}(xx_0 + yy_0)} dx_0 dy_0.$$
(1.26)

Полученное выражение представляет собой приближение Френеля для расчета амплитуднофазового распределения рентгеновской волны в плоскости наблюдения. Комплексную амплитуду волны, прошедшей через оптический элемент, можно представить как:

$$E_0(x_0, y_0) = u(x_0, y_0)\tau(x_0, y_0)$$
(1.27)

произведение поля в плоскости оптического элемента  $u(x_0, y_0)$ , например, созданного сферической волной с амплитудой  $u_0$ , излучаемой точечным источником, расположенным на расстоянии  $z_0$  от него:

$$u(x_0, y_0) = \frac{u_0}{\sqrt{x_0^2 + y_0^2 + z_0^2}} e^{ik\sqrt{x_0^2 + y_0^2 + z_0^2}}$$
(1.28)

и комплексной функции пропускания оптического элемента:

$$\tau(x_0, y_0) = e^{-ik[\delta - i\beta]t(x_0, y_0)}, \qquad (1.29)$$

где  $t(x_0, y_0)$  – переменная толщина материала оптического элемента вдоль оптической оси, рассчитанная для поперечных координат  $x_0$  и  $y_0$ .

Согласно приведенным выше выражениям, расчет распределений амплитуды и фазы волнового фронта пучка рентгеновского излучения, сформированного оптическим элементом, требует достаточно большого количества вычислений интеграла (1.26) по площади, равное числу точек, в которых необходимо знать функцию E(x,y,z). Однако, поскольку подынтегральная функция имеет специфический вид, становится возможным использовать

алгоритм быстрого преобразования Фурье, что значительно упрощает задачу [29]. Для того чтобы это стало очевидным, необходимо записать выражение (1.26) в виде:

$$E(x, y, z) = B(x, y, z) \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} A(x_0, y_0) e^{-i2\pi \left(\frac{x}{\lambda z} x_0 + \frac{y}{\lambda z} y_0\right)} dx_0 dy_0, \text{ где}$$
(1.30)  
$$A(x_0, y_0) = E_0(x_0, y_0) e^{\frac{ik}{2z} (x_0^2 + y_0^2)}, B(x, y, z) = -\frac{i}{\lambda} \frac{e^{ikz}}{z} e^{\frac{ik}{2z} (x^2 + y^2)}$$

что с точностью до множителя B(x,y,z) совпадает с интегральным преобразованием Фурье:

$$F(\mathbf{v}, \gamma) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x_0, y_0) e^{-i2\pi(\mathbf{v}x_0 + \gamma y_0)} dx_0 dy_0 , \qquad (1.31)$$

где  $v = x/\lambda z$  и  $\gamma = y/\lambda z$  – пространственные частоты. Использование алгоритма быстрого преобразования Фурье для численного решения интеграла (1.30) является эффективным способом определения распределения амплитуды и фазы волнового фронта сформированного рентгеновского пучка. Это позволяет получить результат за гораздо меньшее количество операций  $O(N \log N)$ , где N – размер данных, по сравнению с вычислительной сложностью  $O(N^2)$  прямого подхода.

Интенсивность в каждой точке, заданной координатами (x, y, z) в области наблюдения, можно рассчитать следующим образом:  $I(x,y,z) = |E(x,y,z)|^2$ . Поскольку интенсивность пропорциональна квадрату модуля амплитуды, для некоторых конкретных задач, где интересно только распределение интенсивности в плоскости наблюдения, экспонентами в множителе B(x,y,z) можно пренебречь. Если проблема не сводится только лишь к определению интенсивности, например, когда рентгеновский пучок проходит дальше через другие оптические элементы, то необходимо аккуратно проводить расчеты, с учетом всех фазовых множителей, при использовании быстрого преобразования Фурье.

Следует отметить, что конечный размер источника  $s_0$  можно учесть, используя сумму полученных распределений интенсивности, образованных точечными источниками, размещенными на излучающей поверхности. Этот подход также применим К немонохроматическим источникам, где результатом расчетов является сумма распределений интенсивности, полученных при различных энергиях рентгеновского излучения из заданного диапазона.

# 1.3. Преломляющая фокусирующая рентгеновская линза

### 1.3.1. О фокусирующих преломляющих линзах

Долгое время изготовление рентгеновских преломляющих линз считалось невозможным из-за малости значения декремента показателя преломления  $\delta$  для рентгеновских лучей. Однако поскольку значение  $\delta$  очень мало, было очевидно, что для достижения разумного фокусного расстояния следует использовать несколько линз. В 1996 году [4] была предложена и испытана первая составная преломляющая линза, состоящая из ряда цилиндрических отверстий (поскольку  $\delta$  для рентгеновских лучей немного больше ноля), просверленных в пластине алюминия. Большое количество отверстий позволило получить приемлемое фокусное расстояние в диапазоне энергий от 5 до 40 кэВ. Согласно теории волновой оптики подобная фокусирующая линза имеет сильные сферические аберрации, вызванные круглым профилем отверстий. Чтобы избежать сферических аберраций, профиль линзы должен быть параболическим.

Материал составной преломляющей линзы оказывает значительное влияние на ее оптические характеристики. Степень преломления описывается декрементом показателя преломления  $\delta$ , который обычно составляет порядка  $10^{-6}$  при энергиях 10 - 20 кэВ, при этом мнимая часть  $\beta$  показателя преломления описывает поглощение и составляет порядка  $10^{-9}$  в том же диапазоне энергий. Понятно, что все материалы имеют слабое преломление и относительно высокое поглощение, однако, для изготовления линз в большей степени подходят материалы с низким поглощением (состоящих из химических элементов с низким атомным номером Z). В настоящее время составные преломляющие линзы производятся из материалов на основе Ве, Al, Si, Ni и углерода.

С момента своего появления составные преломляющие линзы стали широко использоваться на исследовательских станциях источников синхротронного излучения [1, 4, 30, 31]. Составные преломляющие линзы обладают рядом преимуществ: они легко настраиваются, относительно нечувствительны к разориентации и механическим колебаниям, выдерживают термические и В белом пучке [32]. Использование радиационные нагрузки даже перестраиваемых систем, таких как трансфокаторы с переменным количеством линз, предполагает возможность гибкого изменения фокусного расстояния, что значительно расширяет область применения преломляющей оптики [33, 34]. Такие линзы могут быть адаптированы для очень высоких энергий рентгеновского излучения путем изменения состава и количества линз.

Применение преломляющей оптики не ограничивается только лишь фокусировкой пучка, и может быть расширена в область Фурье оптики, а также когерентной дифракции и методов визуализации [35]. Рентгеновские преломляющие линзы могут быть использованы в качестве Фурье преобразователя, или например, в высокоразрешающих методах когерентной дифракции, микроскопии и интерферометрии [36–38].

1.3.2. Оценка оптических характеристик составной преломляющей линзы



**Рис. 1.6.** Схематический чертеж. Фокусировка рентгеновского излучения составной преломляющей линзой.

Фокусное расстояние характеризует способность собирать все падающие на линзу параллельные лучи в одну точку, находящуюся на оптической оси. Фокусное расстояние одиночной двояковогнутой линзы может быть записано следующим образом:

$$f = \frac{R}{2\delta},\tag{1.32}$$

где R – радиус кривизны параболического профиля преломляющих поверхностей линзы в его апексе. Выводы, представленные в работе [39], показали, что составную преломляющую линзу можно рассматривать как тонкую линзу, в том случае, если общая длина составной преломляющей линзы более чем в 3 раза меньше ее фокусного расстояния. Таким образом, фокусное расстояние составной преломляющей линзы (рис. 1.6), состоящей из N одинарных двояковогнутых линз, определяется выражением [40]:

$$f = \frac{R}{2N\delta}.$$
(1.33)

Поскольку  $\delta$  зависит от энергии ( $\delta \sim E^{-2}$ ), фокусное расстояние изменяется пропорционально квадрату энергии, что говорит о хроматизме рентгеновских преломляющих линз. Однако на практике, при использовании монохроматического излучения на синхротронных источниках, хроматизм линз в изображающих и фокусирующих оптических системах не проявляется. Стоит

Для рентгеновских составных преломляющих линз характерны два типа апертуры (рис. 1.6): физическая апертура и эффективная апертура. Физическая апертура *A* представляет собой размер рабочей области линзы. Эффективная апертура *A*<sub>eff</sub> определяется как характеристика способности оптической системы к приему и передаче падающего на нее излучения. Эффективная апертура ограничена поглощением рентгеновских лучей в материале линзы и может быть рассчитана из равенства единице отношения интегральных интенсивностей излучения, прошедшего через линзу с бесконечной физической апертурой и линзу с апертурой, равной эффективной апертуре:

$$A_{eff} = \left(\frac{2}{\pi} \frac{\lambda \delta f}{\beta}\right)^{1/2}.$$
(1.34)

Исходя из определения эффективной апертуры, представленного выше, для случая планарной составной преломляющей линзы она составляет:

$$A_{eff} = \left(\frac{1}{2}\frac{\lambda\delta f}{\beta}\right)^{1/2},\tag{1.35}$$

что на 12% меньше эффективной апертуры двухмерной параболической линзы. Числовая апертура линзы *N.A.* (рис. 1.6) напрямую зависит от эффективной апертуры [40]:

$$N.A. = \frac{A_{eff}}{2f} \,. \tag{1.36}$$

Чем больше числовая апертура *N.А.*, тем лучше разрешающая способность линзы. Числовая апертура *N.А.* определяется максимальным эффективным углом, преломленного линзой луча, который еще вносит вклад в формирование фокусного пятна, при этом лучи с большим углом будут поглощаться материалом линзы. Пространственное разрешение линзы или ее дифракционный предел (рис. 1.6) определяется следующим образом:

$$\sigma_f \approx 0.75 \frac{\lambda}{2N.A.},\tag{1.37}$$

где  $\sigma_f$  – размер фокального пятна, сформированного линзой, определяемый как полная ширина на половине максимума (FWHM) профиля распределения интенсивности взятом в поперечном сечении фокального пятна.

### 1.3.3. Изображающие оптические системы на основе преломляющих линз



**Рис. 1.7.** Схематический чертеж. Изображающая оптическая система на основе составной преломляющей линзы.

Рентгеновская составная преломляющая линза, как и линза для видимого диапазона длин волн, позволяет получать изображения объекта (рис. 1.7). Если объект находится на оптической оси линзы на расстоянии  $L_1$  от нее, то расстояние  $L_2$  от линзы до плоскости изображения объекта определяется в соответствии с формулой тонкой линзы:

$$\frac{1}{L_1} + \frac{1}{L_2} = \frac{1}{f}.$$
(1.38)

В такой оптической схеме, составная преломляющая линза является изображающим прибором, позволяющим наблюдать полное соответствие между точками на плоскости объекта и точками в плоскости изображения, при этом размер формируемого изображения объекта зависит от расстояний  $L_1$  и  $L_2$ . Коэффициент увеличения рассматриваемой оптической системы может быть выражен из геометрических соображений следующим образом:

$$M = \frac{L_2}{L_1}.$$
 (1.39)

Видно, что если расстояние  $L_1$  меньше, чем  $L_2$ , то составная преломляющая линза создает увеличенное изображение объекта, а при расстоянии  $L_1$  больше  $L_2$  формируется его уменьшенное изображение. В случае равенства двух расстояний размер изображения соответствует размеру объекта, при этом рассматриваемая оптическая система приобретает самую компактную конфигурацию.

Стоит также отметить, что на практике при использовании изображающей оптической системы на основе составной преломляющей линзы необходимо учитывать конечный размер рентгеновского источника *s*<sub>0</sub>, расположенного на расстоянии *z*<sub>0</sub> от линзы. В этом случае лучи,

проходящие через центр составной преломляющей линзы, проецируют источник на плоскость изображения. Размер проекции источника

$$s^* = \frac{L_2}{z_0} s_0 \tag{1.40}$$

является одним из основных факторов, определяющих пространственное разрешение изображающей оптической системы, на ровне с ее дифракционным пределом и пространственным разрешением детектора  $\sigma_d$ , используемого для регистрации изображений объекта. Таким образом, пространственное разрешение оптической системы может быть оценено следующим образом:

$$\sigma = \sqrt{s^{*2} + \sigma_f^2 + \sigma_d^2} \tag{1.41}$$

С точки зрения пространственного разрешения, оптимальная конфигурация оптической системы может быть достигнута при условии, что значения пространственного разрешения детектора, дифракционный предел и проекция источника будут сравнимы друг с другом. Глубину фокуса оптической системы, определяющую расстояние, на которое можно сместить детектор вдоль оптической оси составной преломляющей линзы так, чтобы размер изображения и его резкость остались неизменными, можно также оценить, согласно данному определению, исходя из геометрических соображений:

$$DoF = \frac{2\sigma}{N.A.}.$$
(1.42)

Представленные в данном разделе 1.3 выражения позволяют провести теоретические оценки оптических свойств устройств и методов на их основе, рассмотренных в настоящей работе.

# 1.4. Обзор современных методов рентгеновских исследований

### 1.4.1. Методы рентгеновской визуализации: микроскопия и томография

Способность рентгеновского излучения проникать внутрь материалов позволяет рассматривать его в качестве великолепного инструмента неразрушающего контроля изучаемых объектов, при этом в некоторых случаях использование рентгеновского излучения, является единственным способом их исследования. Сегодня усилия большого количество научных групп во всем мире направлено на развитие методов рентгеновской микроскопии. Такой интерес вызван не только актуальностью метода рентгеновской микроскопии во многих областях науки, таких как медицина, геология, материаловедение, археология и биология, но другими факторами, повлиявшими на развитие этой области.

Прежде всего необходимо отметить стремительное развитие источников синхротронного излучения характеристики которых уже сегодня приближаются к предельным значениям. Яркое когерентное излучение, формируемое синхротронными источниками, используются во многих экспериментах на основе оптических схем рентгеновской микроскопии, позволяя получать информацию о внутренней структуре объекта с микронным и субмикронным разрешением за доли секунды. Кроме того, развитие современной микроэлектроники привело к созданию высокоразрешающих детекторов, позволяющих регистрировать рентгеновские изображения объектов в цифровом формате. Дополнительным стимулирующим фактором стало развитие рентгеновской оптики, среди которой следует выделить рентгеновскую преломляющую оптику позволяющую существенно повысить пространственное разрешение регистрируемых изображений. Рентгеновская оптика позволяет получать не только амплитудно-модулированные (теневые) изображения, но регистрировать фазовые изменения рентгеновской волны, прошедшей сквозь объект. Это делает возможным изображение слабоконтрастных (фазовых) образцов в рентгеновском диапазоне.

В рентгеновской микроскопии можно выделить следующие основные оптические схемы: проекционная микроскопия, микроскопия с применением фокусирующей оптики и сканирующая микроскопия. Все три оптические схемы способны формировать изображения объекта с высоким пространственным разрешением. Так, например, рентгеновская микроскопия на основе составных преломляющих линз позволяет получить увеличенное изображение исследуемого объекта. Принцип работы ее оптической схемы рассмотрен в параграфе 1.3.3. Как было отмечено, при правильной настройке линз пространственное разрешение рассматриваемого метода определяется только лишь дифракционным пределом оптической системы, и теоретически может достигать нескольких десятков нанометров. Сегодня рентгеновская микроскопия с использованием составных преломляющих линз является уникальным инструментом для исследования веществ, находящихся в экстремальных условиях (при высоком давлении температуре) или для наблюдения периодических мезоскопических структур, таких как фотонные кристаллы [41–44]. На основе традиционной оптической схемы микроскопии с использованием составных преломляющих линз был также предложен новый подход фазовоконтрастной микроскопии [45].

Сканирующая рентгеновская микроскопия позволяет получить высокоразрешающие изображения объекта путем его сканирования сфокусированным рентгеновским пучком. Пространственное разрешение метода зависит от размера сфокусированного пучка, и может составлять несколько десятков нанометров. Сканирующая микроскопия не требует

высокоразрешающего детектора, однако существенным недоставкам такого подхода визуализации является достаточно длительный интервал времени сканирования необходимого для формирования изображения.

Для проекционной микроскопии необходимо расходящееся рентгеновское излучение, при котором происходит увеличение изображения объекта, с коэффициентом увеличения описываемом в рамках обычной геометрической оптики:

$$M = \frac{L_1 + L_2}{L_1},$$
 (1.43)

где  $L_1$  – расстояние от источника до образца, а  $L_2$  – расстояние от образа до детектора. Для получения высокого пространственного разрешения образец располагают как можно ближе к источнику, при этом, как и в случае микроскопии с применением составных преломляющих линз, его можно оценить следующим образом:

$$\boldsymbol{\sigma} = \sqrt{s^{*2} + \boldsymbol{\sigma}_d^2}, \qquad (1.44)$$

где  $\sigma_d$  – пространственное разрешение детектора, а  $s^* = s_0 L_2 / L_1$  – размер проекции источника  $s_0$  на детекторе. Расстояние  $L_2$  необходимо выбирать таким образом, чтобы проекция источника была равна или меньше пространственного разрешения детектора. Сегодня проекционная микроскопия является наиболее востребованным методом визуализации для решения метрологических задач в промышленности, а также для рентгеновских исследований материалов в материаловедении.

Стоит отметить, что аналитические возможности рассматриваемых оптических схем микроскопии могут быть расширены в область рентгеновской томографии. Рентгеновская томография является неразрушающим методом исследования материалов и позволяет получить трехмерное изображение, содержащее в себе информацию как о внешней структуре материала, так и о внутренней. Современные системы высокоразрешающей томографии, основанные на проекционном подходе визуализации, обладают высоким пространственным разрешением на уровне 1 мкм. В качестве демонстрации возможностей таких томографических систем рассмотрим результаты исследования образца сварного шва полученного методом лазерной стыковой сварки листового материала из нержавеющих и жаропрочных сплавов. Исследования были выполнены с использованием системы рентгеновской тубки (размер источника излучения составлял около 1 мкм, при ускоряющем напряжении трубки равном 160 кВ) в проекционной схеме изображения образца с коэффициентом увеличения равным 50. В ходе эксперимента было получено 720 проекционных увеличенных изображений образца с

разрешением 2.5 мкм, пространственным около позволивших выполнить трехмерную реконструкцию сварного рис. 1.8 шва. Ha представлена трехмерная модель, реконструированного образца, а также ее поперечные срезы.



**Рис. 1.8.** (а) Трехмерная модель реконструированного образца. (б) Морфология поверхности сварного шва. (в) Боковой срез трехмерной модели в середине сварного шва.

В результате исследования удалось обнаружить скрытые дефекты внутри сварного шва, выраженные в виде присутствия пор размером более 10 мкм зоне сплавления, при этом наблюдаемая морфология поверхности образца отражает траекторию движения лазера. Использование метода проекционной рентгеновской томографии позволило полностью определить локализацию выявленных дефектов, без какой-либо предварительной подготовки исследуемого образца.

В заключении, стоит отметить, что альтернативные томографические системы с более высоким пространственным разрешением, как правило, имеют в своей конструкции зонные пластинки Френеля для формирования увеличенного изображения образца. Однако ввиду существенно низкой эффективности работы дифракционной оптики в области жесткого рентгеновского излучения (от 9 кэВ-100 кэВ) такие томографичекие системы абсолютно неприменимы для подборного типа задач.
#### 1.4.2. Методы диагностики источника синхротронного излучения

Точная диагностика и мониторинг источников синхротронного излучения является актуальной задачей для функционирования как существующих синхротронов, так и для синхротронов нового поколения, предъявляющих особые требования [5] к системам управления и фокусировки пучка рентгеновского излучения. Диагностика источников синхротронного излучения подразумевает измерения их параметров, а также свойств генерируемых ими пучков без какого-либо воздействия на них Знание таких параметров, как размер источника и его расходимость, обеспечивает оптимальную работу исследовательских станций и гарантирует высокую производительность пользователей пучка синхротронного излучения. На сегодняшний день диагностика синхротронного источника осуществляется с помощью различных рентгенооптических элементов, например камеры-обскуры, составных преломляющих линз или интерферометров. По принципу работы все оптические методы диагностики источника, можно разделить на два направления: прямой метод визуализации, позволяющий получить изображение источника, и косвенный (интерферометрический), дающий полное представление о фазовой структуре пучка.

При прямом методе изображения источника используют следующие оптические устройства: камеру-обскуры [46], зонную пластинку Френеля [47] и составную преломляющую линзу [48]. На большинстве синхротронов самым распространенным инструментом прямого изображения источника является камера-обскуры, более известная как пинхол (от англ. "pinhole"). Однако ввиду некоторых ограничений, связанных с естественным дифракционным рассеянием рентгеновского излучения, метод диагностики на основе камеры-обскуры способен лишь дать качественные представления о форме и размер синхротронного источника. Система диагностики и мониторинга источника на основе преломляющих параболических линз была впервые реализована на источнике синхротронного излучения PETRA III (DESY) [49]. Преимуществами использования составной преломляющей линзы являются ее высокая эффективность в жесткой области спектра рентгеновского излучения, а также возможность гибкой настройки оптической схемы для получения четкого изображения источника.

Фазовую диагностику источника синхротронного излучения, основанную на использовании эффектов интерференции и дифракции рентгеновских волн, возможно осуществить благодаря рентгенооптическим элементам, позволяющим формировать заметные искажения фазового фронта проходящего пучка, таким как щель или борное волокно [50]. Принцип работы такого интерферометрического подхода к диагностики источника основан на исследовании результата когерентного взаимодействия электромагнитных волн, выраженного в виде интерференционных полос, по которым можно определить размер источника, степень

пространственной когерентности генерируемого им пучка, оценить его расходимость, а также изучить фазовую структуру его волнового фронта.

Так, одним из основных методов фазовой диагностики источника является метод дифракции рентгеновских лучей на краю щели. Согласно теории волновой оптики при освещении края щели когерентным излучением, генерируемым точечным источником, формируемая интерференционная картина представляет собой набор быстро-затухающих дифракционных полос с максимумами расположенными на расстоянии  $x_m = ((2m-1)\lambda L_2)^{1/2}$ , отсчитываемых от края щели, где m – натуральное число (порядок дифракционного максимума),  $\lambda$  – длина волны рентгеновского излучения, а  $L_2$  – расстояние от края щели до плоскости наблюдения. Очевидно, что расстояние между соседними максимумами убывает с ростом номера m. С другой стороны, при освещении щели излучением генерируемым источником с конечным размером  $s_0$ , формируемая картина полос размывается его проекционным изображением, при этом размер крайней наблюдаемой полосы оказывается равным размеру проекции источника.

Аналогичный подход к измерению размера источника основанный на использовании борного волокна, дополнительно позволяет определять степень пространственной когерентности для жесткого рентгеновского излучения. Как и в случае дифракции на краю щели, интерференционная картина, формируемая борным волокном радиусом *R*, представляет собой набор интерференционных полос, ширина которых уменьшается с расстоянием у от края борного волокна  $\Delta y \approx \lambda L_2 / y$ , где y >> R. Данное выражение позволяет заключить, что наблюдаемая область формирования интерференционных полос соответствует длине когерентности  $l_{coh} = \lambda L_1 / s_0 \approx y$  в области расположения борного волокна. Таким образом размер источника можно определить, измерив ширину области наблюдения интерференционных полос. Стоит отметить, что видность интерференционных полос, формируемых борным волокном заметно выше, чем видность полос, формируемых в результате дифракции на краю щели.

### Глава 2. Формирование конического волнового фронта рентгеновского пучка

Методы формирования конического волнового фронта, разрабатываемые для видимого диапазона длин волн, сегодня являются классической демонстрацией теоретических, экспериментальных и прикладных достижений современной когерентной оптики. Конический волновой фронт пучка может быть получен при помощи аксиконов – оптических элементов специальной формы, использующих принципы отражения, дифракции или преломления электромагнитных волн для выполнения соответствующих оптических функций [51, 52]. Аксиконы способны преобразовывать падающий пучок с высокой пространственной когерентностью в узкий осевой отрезок, так называемый пучок Бесселя, обладающий «бездифракционными» свойствами. В дальнем поле они формируют кольцевое распределение интенсивности, фокусировка которого позволяет получить узкий кольцевой пучок.

Такие оптические преобразования находят широкое применение как в промышленности и медицине, так и в научной сфере, открывая новые возможности для исследований в области современной экспериментальной физики [53–57]. Сфокусированный в кольцо лазерный луч может быть использован для сверления отверстий или для создания специального освещения в микроскопии, а генерируемые аксиконами пучки Бесселя позволяют реализовать идею оптического пинцета для манипулирования атомами или молекулами, они могут быть использованы при лазерной обработке материалов, или для генерации протяженных нитевидных плазменных каналов. Стоит отметить, что развитие оптических изображающих систем на основе конических волн привело к созданию нового направления современной когерентной оптики называемого мезооптикой [58]. Предложенные мезооптические системы позволили радикально упростить процесс автоматического анализа трековой информации следов частиц при проведении исследований в области физики элементарных частиц [59].

В этой главе рассматривается новый рентгеновский преломляющий параболический аксикон, представляющий собой двояковогнутую линзу со специальным профилем преломляющих поверхностей, позволяющий не только преобразовать падающее на него излучение в пучок Бесселя, но и фокусировать его в кольцо. Поскольку ранее в области рентгеновского излучения аксиконы не были продемонстрированы, в настоящей работе представлены теоретические и экспериментальные исследования оптических свойств рассматриваемых линз, обсуждается возможность их применения, например, для диагностики рентгеновского источника или юстировки оптических систем. Кроме того, предложены методы фазово-контрастной микроскопии и субмикронной фокусировки на основе комбинации параболических аксиконов с другими оптическими элементами, составными преломляющими линзами, и эллиптическим капилляром соответственно.

### 2.1. Рентгеновский преломляющий параболический аксикон

### 2.1.1. Теоретическое описание оптических свойств параболического аксикона

Профиль сечения преломляющей поверхности параболического аксикона показан на рис. 2.1 (а). Он представляет собой две параболические ветви, вершины которых смещены относительно оптической оси на расстояние *b*. Обе параболические ветви имеют одинаковый радиус кривизны *R* в своих вершинах, определяемый как эффективный радиус кривизны аксикона.



Рис. 2.1. (а) Схематическое построение профиля сечения преломляющей поверхности параболического аксикона. (б) Поперечное сечение одного параболического аксикона представляющего собой двояковогнутую линзу. (в) Трехмерная модель рентгеновского параболического аксикона и модель составной преломляющей линзы, состоящей из четырех параболических аксиконов.

В цилиндрической системе координат (*z*, *r*, *φ*) уравнение преломляющей поверхности аксикона можно записать в виде:

$$z(r,\varphi) = \frac{1}{2R}r^2 + \frac{b}{R}r.$$
 (2.1)

Данное уравнение содержит квадратичный член, который описывает форму полости обычной параболической линзы с радиусом кривизны *R*, а также линейный член, который соответствует поверхности конуса. Очевидно, что преломляющая поверхность аксикона характеризует

преобразования падающего излучения, генерируемые как параболической, так и конической составляющей ее формы. Один рентгеновский параболический аксикон представляет собой двояковогнутую линзу с двумя полостями, имеющими рассматриваемую форму. Поперечное сечение такой линзы представлено на рис. 2.1 (б), где d – расстояние между вершинами полостей аксикона, а  $2R_0$  – его физическая апертура. На рис. 2.1 (в) изображена трехмерная модель рентгеновского параболического аксикона, часть преломляющей поверхности которого удалена для наглядного представления его внутренней структуры, а также модель составной преломляющей линзы, состоящей из четырех параболических аксиконов.



**Рис. 2.2.** (а) Ход лучей, прошедших через аксикон, и распределение интенсивности сформированного пучка на оптической оси. Параболический аксикон образует область интерференции в ближнем поле и область кольцевого распределения интенсивности в дальнем поле. (б) Сфокусированный кольцевой пучок и его поперечное сечение. (с) Типичное изображение пучка Бесселя, формируемого в области интерференции и его поперечное сечение.

Распространение рентгеновского пучка, прошедшего через параболический аксикон, показано на рис. 2.2 (а). Исходя из соображений геометрической оптики, параболический аксикон фокусирует падающие параллельные рентгеновские лучи в кольцевой пучок

диаметром 2*b* на расстоянии *f*. Значение *f* соответствует фокусному расстоянию параболической преломляющей линзы с радиусом кривизны в вершине параболы *R*. В положении фокусировки ширина кольца *w* ограничивается дифракционным пределом, а угловая зависимость в распределении интенсивности отсутствует, в силу осевой симметрии рассматриваемой оптической системы. Типичное изображение сфокусированного кольцевого пучка, а также его поперечное сечение представлены на рис. 2.2 (б). С увеличением расстояния *z* диаметр кольца линейно увеличивается, а его границы размываются.

Помимо кольцевого распределения интенсивности, при когерентном рентгеновском освещении параболический аксикон образует область интерференции, расположенную между центром его преломляющей поверхности и фокусом *f*. Анализ хода лучей, исходящих от края апертуры параболического аксикона, позволяет оценить максимальную протяженность области интерференции *l*, используя соответствующие геометрические построения:

$$l = \frac{R_0 f}{R_0 + b},$$
 (2.2)

Рассмотрим распределение интенсивности в этой области. Пусть на параболический аксикон падает плоский монохроматический пучок. Для описания распространения поля в свободном пространстве воспользуемся преобразованием Френеля для осесимметричных функций:

$$F(\rho, z) = \frac{k}{iz} \exp(ikz) \exp\left(\frac{ik\rho^2}{2z}\right) \cdot \int_0^\infty \tau(r) \exp\left(\frac{ikr^2}{2z}\right) J_0\left(\frac{kr\rho}{z}\right) r dr, \qquad (2.3)$$

где  $\rho$  – радиальная координата рассматриваемой точки в плоскости наблюдения, z – расстояние от линзы до плоскости наблюдения,  $k = 2\pi / \lambda$  – волновое число,  $\lambda$  – длина волны монохроматического излучения, а  $J_0(x)$  – функция Бесселя первого рода нулевого порядка. Множитель  $\tau(r)$  представляет собой функцию пропускания составной линзы, состоящей из нескольких отдельных аксиконов. В параксиальном приближении функцию пропускания можно записать следующим образом:

$$\tau(r) = \exp\left[-2N\left(\frac{\mu}{2} + ik\delta\right)\left(\frac{1}{2R}r^2 + \frac{b}{R}r\right)\right],\tag{2.4}$$

где N – количество одиночных параболических аксиконов,  $\delta$  – декремент показателя преломления материала, из которого они изготовлены, а  $\mu$  – коэффициент поглощения.

Приблизительное аналитическое решение интеграла (2.3) может быть найдено с использованием метода стационарной фазы, при этом распределение интенсивности в области интерференции примет вид:

$$I(\rho, z) \approx I_0(z) J_0^2 \left(\frac{kb}{f-z}\rho\right), \qquad (2.5)$$

$$I_{0}(z) = \frac{2\pi k f b^{2} z}{(f-z)^{3}} \exp\left[-\frac{\mu b^{2}}{f \delta} \left(\frac{z}{2} \frac{2f-z}{(f-z)^{2}}\right)\right],$$
(2.6)

где  $f = R / 2N\delta$  – фокусное расстояние составной линзы, состоящей из N отдельных аксиконов, а  $I_0(z)$  – распределение интенсивности вдоль оптической оси. Распределение интенсивности в плоскости наблюдения, перпендикулярной оптической оси, описывается квадратом функции Бесселя первого рода нулевого порядка, зависящей от координаты z. На рис. 2.2 (в) представлено типичное изображение пучка Бесселя, а также его поперечное сечение. Оценку размера центральной части пучка можно получить, приравняв аргумент функции Бесселя из выражения (2.5) к значению ее первого минимума, равному 2.4:

$$d_{\rho}(z) \approx \frac{2.4\lambda}{\pi} \frac{f-z}{b}, \qquad (2.7)$$

где  $d_{\rho}(z)$  – диаметр центральной части интерференционной картины, формируемой на расстоянии *z*. Таким образом, параболический аксикон создает масштабно уменьшающийся с расстоянием *z* пучок Бесселя, образуя яркий сходящийся осевой отрезок. Сходимость рассматриваемого пучка дает основание говорить о его «бездифракционных» свойствах, поскольку естественные дифракционные потери энергии из центральной части пучка компенсируются распределенным боковым подводом излучения.

Распределение интенсивности на оптической оси в области распространения пучка Бесселя описывается выражением (2.6) что очевидно следует из выражения (2.5), если принять радиальную координату  $\rho$  равной нулю. Типичный вид этой кривой показан на рис. 2.2 (а). Из выражения (2.6) можно найти расстояние  $z_m$ , при котором наблюдается максимум интенсивности на оси:

$$\begin{split} z_m &\approx \frac{f}{2} + f \sqrt{\left(\frac{2}{3}\xi + 1\right)} \sin \left[\frac{1}{3} \arctan\left(\frac{1}{3\sqrt{3}(\xi - 1)}\sqrt{\xi \left(8\xi^2 + 9\xi + 108\right)}\right) - \frac{\pi}{6}\right] & \text{ при } \xi > 1 \,, \\ z_m &\approx \frac{f}{2} + f \sqrt{\left(\frac{2}{3}\xi + 1\right)} \sin \left[\frac{1}{3} \operatorname{arctg}\left(\frac{1}{3\sqrt{3}(\xi - 1)}\sqrt{\xi \left(8\xi^2 + 9\xi + 108\right)}\right) + \frac{\pi}{6}\right] & \text{ при } \xi < 1 \,, \end{split}$$

$$z_m \approx \frac{f}{2}$$
 при  $\xi = 1$ , где  $\xi = \frac{\mu d^2}{f\delta}$ . (2.8)

Положение максимума интенсивности  $z_m$  зависит от значения  $\xi$ . Так, если оно равно единице, то позиция максимальной интенсивности, составляет половину фокусного расстояния f, если значение превышает единицу, тогда положение пика смещается к линзам, а если значение меньше единицы, положение максимума приближается к фокусу.

### 2.1.2. Изготовление рентгеновских параболических аксиконов

Четыре параболических аксикона были изготовлены из поликристаллического алюминия с применением технологии прессования. Для изготовления одного параболического аксикона использовалась алюминиевая заготовка диаметром 5 мм и толщиной 1 мм, которая плотно удерживалась в специальном центрирующем кольце. Формирование профиля линзы происходило в процессе одновременного сжатия алюминиевой заготовки с обеих сторон, двумя одинаковыми стальными пуансонами выпуклой формы, описываемой выражением (2.1). Параболические аксиконы, полученные в результате прессования представляют собой двояковогнутые линзы, форма преломляющих поверхностей которых соответствует форме используемых пуансонов.



**Рис. 2.3.** (а) Рентгенографическое изображение профиля преломляющих поверхностей одного из четырех параболических аксиконов с указанием измеренных величин его геометрических характеристик. (б) Изображения одного из двух пуансонов, используемых для формирования профиля параболического аксикона, а также его поверхности, полученные при помощи сканирующего электронного микроскопа.

Для измерения структурных параметров изготовленных параболических аксиконов, были исследованы их рентгенографические изображения, полученные на лабораторном микрофокусном источнике рентгеновского излучения Excillium «Metal Jet». На рис. 2.3 (a) представлено изображение профиля преломляющих поверхностей одного из четырех параболических аксиконов с указанием измеренных величин геометрических его характеристик. Анализ распределения интенсивности в поперечных сечениях профиля преломляющих поверхностей параболического аксикона позволил получить координаты точек, описывающих его форму. Для определения эффективного радиуса кривизны R аксикона, параметра *b* характеризующего коническую составляющую формы его преломляющих поверхностей, а также расстояния *d* между их вершинами, полученные точки профиля были аппроксимированы методом наименьших квадратов кривой заданной следующим выражением:

$$y(x) = \frac{1}{2R}(x - x_0)^2 + \frac{b}{R}|x - x_0| + y_0, \qquad (2.9)$$

где x и y(x) – пространственные координаты рассчитываемой кривой в системе координат изображения, а  $x_0$  и  $y_0$  – координаты ее вершины. Адекватность предложенной модели (2.9) описания формы профиля преломляющих поверхностей аксикона проверялась по критерию Фишера с доверительной вероятностью 0.95. В результате проведенного регрессионного анализа было определено, что эффективный радиус кривизны R преломляющих поверхностей исследуемых аксиконов составляет  $50\pm1$  мкм, а значение их параметра b равно  $23\pm1$  мкм. Измеренное расстояние между вершинами преломляющих поверхностей d не превышает 100 мкм, при этом физическая апертура линз  $2R_0$  составляет около 380 мкм. Полученные результаты хорошо согласуются с соответствующими измерениями, выполненными для двух пуансонов, при помощи которых были изготовлены аксиконы.

Стоит отметить, изготовления стальных пуансонов ЧТО ДЛЯ использовался технологический процесс, включающий в себя обработку на токарном станке, закаливание, шлифовку и полировку. На рис. 2.3 (б) представлено изображения одного из пуансонов, а также его поверхности, полученные при помощи сканирующего электронного микроскопа. Радиус кривизны в вершине пуансонов составил около 600 нм, а измеренная высота профиля шероховатости поверхности не превышает 100 нм, при этом среднее арифметическое из абсолютных значений отклонений профиля равна 32 нм ( $R_a$ ). Полученные малые значения радиуса кривизны и шероховатости поверхности пуансонов по сравнению с параметрами R и b параболических аксиконов, сформированных в процессе прессования, косвенно характеризуют высокое качество их преломляющих поверхностей.

### 2.1.3. Исследование оптических свойств рентгеновских параболических аксиконов

Экспериментальное исследование оптических свойств параболических аксиконов проводились на исследовательской станции ID06 источника синхротронного излучения ESRF (Гренобль, Франция) при энергии излучения от 10 до 15 кэВ. На данной станции рентгеновский источник формируется вакуумным ондулятором и имеет характерные размеры около 40 мкм по вертикали и 900 мкм по горизонтали. В ходе эксперимента желаемая энергия генерируемого пучка выбиралась при помощи двухкристального монохроматора Si (111), угловое положение которого настраивалось в соответствие Береговскому отражению излучения необходимой длины волны. Для уменьшения влияния третьей гармоники ондулятора второй кристалл монохроматора был слегка отстроен от Береговской позиции на угол 10 мкрад. Такой угол отстройки обеспечивает практически полное подавление третьей гармоники излучения, при этом оставшийся поток основной гармоники составляет около 80%.





Схема свойств эксперимента по исследованию оптических рентгеновских параболических аксиконов представлена на рис. 2.4. Исследования проводились С использованием двух аксиконов (4 преломляющие поверхности), установленных на расстоянии 58 метров от источника на моторизированной подвижке с четырьмя степенями свободы, обладающей возможностью осевых поворотов ( $\theta_x$ ,  $\theta_y$ ) и перемещений (x, y), необходимых для выравнивания линз вдоль оси *z* рассматриваемой оптической схемы. Для минимизации размытия изображения пучка, сформированного параболическими аксиконами, возникающего из-за большого горизонтального размера источника, на расстоянии 30 метров от линз была размещена первичная щель размером 30 мкм. Для регистрации изображений пучка Бесселя в области интерференции использовался рентгеновский высокоразрешающий детектор РСО 2000, флуоресцентным оснащенный оптическим объективом с экраном (сцинтиллятором), обеспечивающим пространственное разрешение около 1.5 мкм (эффективный размер пикселя 0.73 мкм). Для наблюдения кольцевого распределения интенсивности использовался

чувствительный детектор FReLoN с эффективным размером пикселя около 1.5 мкм. В ходе эксперимента, при перемещении детекторов вдоль оптической оси, были зарегистрированы изображения поперечного распределения интенсивности пучка, сформированного аксиконами, на различных расстояниях от них.

Серия изображений пучка Бесселя была получена на расстоянии от 0.5 до 1.7 м от линз при энергии падающего рентгеновского излучения 10 кэВ, при этом длина области распространения пучка Бесселя *l* рассчитанная по формуле (2.2) не превышала 2 м. Таким энергия наблюдать образом выбранная позволила наиболее интересную область распространения пучка Бесселя, принимая во внимание сравнительно малый диапазон оптической возможного перемещения детектора вдоль оси (1.2 м), ограниченный конструктивными особенностями исследовательской станции ID06.



**Рис. 2.5.** Пучок Бесселя, формируемый двумя параболическими аксиконами на расстоянии 1.4 м от них при энергии рентгеновского излучения 10 кэВ. (а) Зарегистрированное изображение пучка Бесселя. (б) Радиальный профиль интенсивности, полученный в вертикальном сечении пучка Бесселя.

На рис. 2.5 представлено изображение пучка Бесселя, полученное на расстоянии 1.4 м от аксиконов. Поперечное распределение интенсивности пучка представляет собой набор концентрических колец (рис. 2.5 (а)) при этом радиальный профиль интенсивности (рис. 2.5 (б)) полученный в его вертикальном сечении, может быть описан выражением (2.5), которое с учетом расстояния *z*<sup>0</sup> от источника до линз принимает вид:

$$I(\rho, z) \sim J_0^2 \left( \frac{1}{A} \frac{kb}{f - z} \rho \right); \quad A = 1 + \frac{z}{z_0} \frac{f}{f - z},$$
(2.10)

где *А* – поправочный коэффициент, определяющий масштабное увеличение интерференционной картины, возникающее при приближении линз к источнику. Рассчитанный радиальный профиль интенсивности пучка Бесселя (рис. 2.5 (б)) хорошо согласуется с

экспериментальным результатом. С учетом поправочного коэффициента *A* теоретический размер центральной части пучка Бесселя *d*<sub>ρ</sub>, вычисленный с использованием выражения (2.7) составляет 3.9 мкм.

Остальные изображения пучка Бесселя, полученные в области интерференции также соответствуют теоретическому описанию (2.5). Так, при увеличении расстояния *z* между параболическими аксиконами и детектором наблюдалось масштабное уменьшение (сжатие) интерференционных колец пучка Бесселя, при этом максимальная интенсивность его центральной части была зарегистрирована на расстоянии 1.6 м от линз, близком к теоретическому значению  $z_m = 1.62$  м рассчитанному по формуле (2.8). Размер центральной части пучка Бесселя на этом расстоянии составил 3 мкм, и не превышал 8 мкм во всем диапазоне наблюдения.



**Рис. 2.6.** Кольцевой пучок, формируемый двумя параболическими аксиконами на расстоянии 4 м от них при энергии рентгеновского излучения 12.4 кэВ. (а) Зарегистрированное изображение кольцевого пучка. (б) Радиальный профиль интенсивности, полученный в вертикальном сечении кольцевого пучка.

Для наблюдения кольцевого распределения интенсивности была выбрана энергия падающего рентгеновского излучения 12.4 кэВ. Первичная щель, расположенная на расстоянии 30 м от параболических аксиконов, была закрыта до 30 мкм как в вертикальном, так и в горизонтальном направлениях, что позволило сформировать симметричный вторичный источник, необходимый для соблюдения аксиальной симметрии рассматриваемой оптической системы. Изображение сфокусированного кольца (рис. 2.6 (а)) было получено на расстоянии *z*, равном 4 м от параболических аксиконов, что соответствует теоретическому значению, рассчитанному по формуле тонкой линзы. Радиальный профиль распределения интенсивности, полученный в вертикальном поперечном сечении кольцевого пучка показан на рис. 2.6 (б). Измеренный диаметр сформированного кольца составил 51±2.5 мкм, что полностью совпадает с расчетным результатом 52.1 мкм, полученным с учетом коэффициента увеличения:

$$M = 1 + \frac{f}{z_0 - f},$$
(2.11)

определяемого в рамках теории геометрической оптики. Ширина сфокусированного кольца *w* на уровне половины максимума интенсивности (FWHM) составила 5.1±1 мкм, что в 1.3 раза больше теоретического значения. Такое уширение можно объяснить влиянием пространственного разрешения используемого детектора FReLoN которое составляет около 3 мкм.

# 2.2. Применение оптических свойств параболических аксиконов для подготовки и мониторинга рентгеновского пучка

#### 2.2.1. Диагностика рентгеновского источника и юстировка оптической системы

B разделе 2.1 настояшей главы было теоретически И экспериментально продемонстрировано что благодаря осевой симметрии рассматриваемых оптических систем, кольцевой пучок, формируемый параболическими аксиконами, не имеет существенной угловой зависимости в распределении интенсивности. Однако очевидно, что нарушение симметрии может привести к значительным искажениям формы преобразованного пучка. Эта особенность позволяет рассматривать аксиконы в качестве чувствительного инструмента для юстировки оптических систем, а также для диагностики синхротронного источника. Так, например, однородность распределения интенсивности в кольце определяется размером источника рентгеновского излучения, а его симметрия сильно зависит от положения и размера щели, используемой для формирования вторичного источника.

Для демонстрации подобных эффектов, на исследовательской станции ID06 источника синхротронного излучения ESRF (Гренобль, Франция) была собрана оптическая схема эксперимента, аналогичная схеме, используемой для исследования оптических свойств рентгеновских параболических аксиконов (параграф 2.1.3 рис. 2.4). Эксперимент проводился при энергии рентгеновского излучения равной 12.4 кэВ. Два параболических аксикона были установлены на расстоянии 58 метров от источника ондуляторного излучения. Астигматизм источника, нарушающий осевую симметрию рассматриваемой оптической схемы, был смоделирован при помощи горизонтальной первичной щели размером 30 мкм, образующей вторичный источник на расстоянии 30 м от параболических аксиконов.



**Рис. 2.7.** (а) Зарегистрированное изображение пучка эллиптической формы, полученное при закрытии горизонтальной щели до 30 мкм. (б) Профили интенсивности, полученные в вертикальном и горизонтальном сечениях пучка.

Кольцевой пучок наблюдался на расстоянии 3.76 м, соответствующем расстоянию фокусировки рентгеновского пучка, формируемого исходным источником. Полученный кольцевой пучок, изображение которого представлено на рис. 2.7 (а), сфокусирован в вертикальном направлении и имеет эллиптическую форму. Очевидно, что расположенные на разных расстояниях, исходный и вторичный источники, оказывающие индивидуальное влияние на формирование сфокусированного кольцевого пучка в вертикальном и горизонтальном направлениях, соответственно, приводят к существенному искажению наблюдаемого кольца, выраженному в его расфокусировке в горизонтальном направлений, а также в неравномерном угловом распределении интенсивности. Распределение интенсивности в вертикальном и горизонтальном поперечных сечениях пучка показано на рис. 2.7 (б). Размер эллипса по вертикальной оси составил 48.5  $\pm$  2.5 мкм, что согласуется с соответствующим теоретическим значение 49 мкм.



**Рис 2.8.** Численное моделирование зависимости наклона пучка эллиптической формы, сформированного параболическими аксиконами, от наклона источника.

Наблюдаемый наклон эллипса, равный примерно 4°, явным образом характеризует наклон электронного пучка в накопительном кольце. Это также подтверждается результатами компьютерного моделирования рассматриваемой оптической схемы, выполненного для различных углов наклона источника (рис. 2.8). Согласно результатам численного эксперимента угол наклона эллипса равный 4° соответствует углу наклона источника равному 8°. Стоит отметить, что сегодня применение подобных методов мониторинга и диагностики синхротронного источника является необходимым условием для проведения рентгеновских исследований, результат которых чувствителен к размеру и положению источника. Например, вызванное наклоном синхротронного источника эффективное увеличение его вертикального размера, может существенно снизить разрешающую способность изображающих оптических систем, используемых в методах рентгеновской визуализации. Предварительное выявление особенностей источника и их корректировка очевидно способствует достижению наилучшего результата эксперимента.





Влияние положения шели симметрию формируемого пучка было на продемонстрировано с использованием первичной горизонтальной щели размером 500 мкм (вертикальная щель, как и прежде, была полностью открыта). Серия изображений пучка, показанная на рис. 2.9, была получена при перемещении щели в горизонтальном направлении поперек оптической оси с шагом 100 мкм. Наблюдаемое размытие колец в горизонтальном направлении возникает из-за большого горизонтального размера источника, ограниченного щелью, при этом горизонтальное смещение щели относительно оптической оси определяет симметрию сформированного пучка. Очевидно, что симметричное распределение интенсивности соответствует центральному положению первичной щели.

Таким образом, было экспериментально продемонстрировано, что из-за собственной осевой симметрии параболических аксиконов, результат производимых ими оптических преобразований очень чувствителен к симметрии оптической системы в целом, что позволяет

не только корректировать положение используемых оптических элементов, но и наблюдать особенности структуры и формы источников синхротронного излучения.

## 2.2.2. Оптическая система формирования сфокусированного кольцевого пучка с переменным диаметром

Комбинация параболического аксикона с другими рентгенооптическими элементами может значительно упростить некоторые существующие экспериментальные схемы, а также привести к совершенно новым. Так, например, сочетание параболического аксикона и набора параболических преломляющих линз позволяет формировать сфокусированный кольцевой пучок с возможностью гибкого изменения его диаметра при помощи варьирования количества линз в оптической системе. Такая система линз может быть использована для формирования специального освещения эллиптического капилляра в методе субмикронной фокусировки, который теоретически рассмотрен в следующем параграфе 2.2.3, или в качестве изображающей (объективной) линзы в методе фазово-контрастной микроскопии, предложенном в разделе 2.3 настоящей главы. Однако для более детального понимания возможностей оптической системы на основе комбинации линз и аксикона следует уделить отдельное внимание исследованию ее оптических свойств.

Рассмотрим оптическую систему, состоящую из параболического аксикона и *N* параболических преломляющих линз. Как уже было отмечено в параграфе 2.1.1 одиночный параболический аксикон представляет собой двояковогнутую преломляющую линзу, форма преломляющих поверхностей которой может быть описана следующим выражением в цилиндрической системе координат:

$$z(r,\varphi) = \frac{1}{2R}r^2 + \frac{b}{R}r.$$

Согласно этому определению, параметр b параболического аксикона представляет собой величину смещения относительно оси симметрии двух ветвей парабол, формирующих каждый профиль его преломляющих поверхностей, а параметр R численно равен радиусу кривизны в апексе этих парабол. Что касается формы преломляющей поверхности параболической двояковогнутой линзы, то она может быть выражена в цилиндрической системе координат следующим выражением:

$$z(r,\varphi)=\frac{1}{2R_{lens}}r^2,$$

где *R*<sub>lens</sub> – радиус кривизны в вершине параболического профиля каждой преломляющей поверхности линзы. Оптическую систему, состоящую из параболического аксикона и *N* 

параболических преломляющих линз, можно описать эффективной поверхностью параболического аксикона:

$$z(r,\varphi) = \left(\frac{N}{R_{lens}}\frac{\delta_{lens}}{\delta} + \frac{1}{R}\right) \cdot r^2 + \frac{2b}{R} \cdot r = \frac{1}{2R_{eff}}r^2 + \frac{b_{eff}}{R_{eff}}r, \qquad (2.12)$$

где квадратичный член характеризует форму преломляющей поверхности обычной параболической линзы с эффективным радиусом кривизны  $R_{eff}$ , а линейный член соответствует конусной поверхности с эффективным параметром аксикона  $b_{eff}$ . Это уравнение также учитывает возможное различие материалов параболических линз и аксикона, где  $\delta_{lens}$  и  $\delta$  – соответствующие декременты их показателей преломления.

В рамках приближения геометрической оптики рассматриваемая система линз фокусирует падающие параллельные рентгеновские лучи в кольцевой пучок диаметром  $2b_{eff}$  на расстоянии  $f = R_{eff}/\delta$ . С учетом источника рентгеновского излучения конечного размера  $s_0$ , расположенного на расстоянии  $z_0$  от системы линз, кольцевой пучок формируется на расстоянии  $z_f$ , которое может быть определено из формулы тонкой линзы  $1/z_0 + 1/z_f = 1/f$ . При этом диаметр кольца увеличивается в M раз (выражение (2.11)). Ширина кольца главным образом определяется размером проекции рентгеновского источника  $s_0^* = s_0 z_f/z_0$ . Стоит отметить, что, согласно выражению (2.12), параметр  $b_{eff}$ , а, следовательно, и диаметр сформированного кольца обратно пропорциональны количеству параболических линз N. Максимальный диаметр кольца, равный 2Mb, может наблюдаться при использовании только одного параболического аксикона (N = 0), при этом добавление параболических линз в оптическую систему приводит к уменьшению размера формируемого ей кольцевого пучка.



**Рис. 2.10.** Экспериментальная схема для тестирования оптической системы формирования сфокусированного кольцевого пучка с переменным диаметром на основе параболического аксикона и набора параболических преломляющих линз.

Экспериментальная демонстрация работы предложенной системы формирования сфокусированного кольцевого пучка с переменным диаметром была выполнена на

исследовательской станции ID06 источника синхротронного излучения ESRF (Гренобль, Франция). В эксперименте использовалось 7 бериллиевых параболических линз с радиусом кривизны  $R_{lens} = 50$  мкм и один алюминиевый параболический аксикон с радиусом кривизны R = 50 мкм и параметром b = 23 мкм. Система линз располагалась на расстоянии 53 м от источника (рис. 2.10). На исследовательской станции ID06 характерный горизонтальный размер источника ондуляторного излучения, равный около 900 мкм, почти в 23 раза больше вертикального размера, который составляет около 40 мкм. Для формирования небольшого симметричного вторичного источника, на расстоянии 25 м перед линзами была установлена вертикальная и горизонтальная первичная щель с равным размером 15 мкм. Формируемые пучка изображения сфокусированного кольцевого регистрировались при помощи высокоразрешающего детектора Rigaku XSight Micron LC, оснащенного оптическим объективом с флуоресцентным экраном, обеспечивающим пространственное разрешение около 1.3 мкм (размер пикселя 0.55 мкм).



Рис. 2.11. Результат тестирования оптической системы, состояшей ИЗ параболического аксикона и одной, двух, и пяти параболических линз. (а) Экспериментальные изображения сфокусированного кольцевого пучка, полученные на источнике синхротронного излучения. (б) Угловая зависимость в распределении интенсивности кольцевого пучка, полученного при помощи оптической системы, состоящей из линзы и аксикона. (с) Изображения пучка, полученные в результате численного эксперимента. (d) Профиль интенсивности кольцевого пучка, сформированного в результате численного эксперимента для оптической системы, состоящей из линзы и аксикона.

На рис. 2.11 (а) представлены типичные изображения сфокусированных кольцевых пучков, полученные при помощи рассматриваемой системы линз, включающей в себя одну, две, и пять параболических линз соответственно. Как и ожидалось, с увеличением количества линз диаметр кольцевого пучка уменьшается, однако наблюдаемое угловое распределение интенсивности в формируемых пучках неоднородно. Для примера, на рис. 2.11 (б) представлено угловое распределение интенсивности кольцевого пучка, сформированного системой линз, состоящей из одной параболической линзы и аксикона. Очевидно, это связано с астигматизмом исходного источника, который влияет на формирование изображения кольцевого пучка даже при использовании небольшой первичной щели. Этот вывод подтверждается также результатом соответствующего компьютерного моделирования, реализованного с учетом параметров рассматриваемой оптической схемы (рис. 2.11 (в)). Стоит еще раз отметить, что искажения кольцевой формы пучка и наблюдаемая угловая зависимость распределения интенсивности в также связаны с высокой чувствительностью рассматриваемого нем оптического преобразования к осевой симметрии оптической системы в целом.

**Таблица 2.1.** Измерения диаметра и ширины кольцевого пучка, полученные при обработке экспериментальных данных и анализе результатов компьютерного моделирования для разного количества линз *N* в оптической системе.

Число линз N	Расстояние фокусировки <i>z<sub>f</sub></i> , м		Диаметр кольцевого пучка, мкм			Ширина кольцевого пучка, мкм		
	Эксп. ±0.05 м	Оценка	Эксп. ±0.6 мкм	Модел. ±0.3 мкм	Оценка	Эксп. ±0.3 мкм	Модел. ±0.1 мкм	Оценка
1	4.9	4.86	33.6	33.8	33.8	3.9	3.1	2.9
2	3.4	3.33	22.9	23.1	23.2	2.9	2.5	2.0
3	2.6	2.53	17.2	17.5	17.6	2.4	2.0	1.5
4	2.1	2.04	13.8	14.0	14.2	2.0	1.6	1.2
5	1.7	1.71	11.5	11.7	11.9	1.9	1.4	1.0
6	1.5	1.47	9.7	10.0	10.3	1.8	1.2	0.9
7	1.3	1.29	8.5	8.7	9.0	1.8	1.1	0.8

В качестве примера измерения параметров кольцевого пучка, на рис. 2.11 (г) представлен профиль распределения интенсивности моделируемого кольца, формируемого параболическим аксиконом и одной линзой, полученный в его горизонтальном сечении. Измерения диаметра И ширины кольцевого пучка, выполненные при обработке экспериментальных данных и анализе результатов компьютерного моделирования для разного количества линз N в рассматриваемой оптической системе, а также соответствующие аналитические оценки представлены в таблице 2.1. Измеренные диаметры кольцевых пучков полностью совпадают с результатами численного эксперимента и теоретическими оценками всех исследуемых конфигураций оптической системы. Однако, из-за для влияния

пространственного разрешения используемого детектора, экспериментально измеренная ширина кольца значительно превышает значения, полученные в расчетах. Следует отметить, что аналитическая оценка ширины кольцевого пучка производилась только с учетом проекции размера источника, тогда как результаты компьютерного моделирования дополнительно учитывали уширение кольца, связанное с дифракционным пределом оптической системы.

## 2.2.3. Субмикронная фокусировка при помощи эллиптического капилляра и преломляющего аксикона

В настоящее время классические оптические схемы фокусировки, основанные на отражающей, преломляющей и дифракционной оптике, способны формировать фокусное пятно размером менее 100 нм. В качестве примера стоит отметить зеркала Киркпатрика-Баеза [60], преломляющие линзы [61-65] и зонные пластинки Френеля [66]. Способность капилляров, отражающей субмикронной фокусировке являющихся частью оптики, к была продемонстрирована более двадцати лет назад [67], однако с тех пор не было достигнуто заметного прогресса в использовании таких простых устройств для формирования нано-пучков. Проблема заключается в значительных потерях проходящего излучения в процессе многократного отражения и практически нулевом рабочем расстоянии. Это существенно ограничивает практическое применение капилляров в рентгеновской микроскопии. Однако эллиптические капилляры, предложенные в работе [68] демонстрируют большой потенциал для разработки методов субмикронной фокусировки.

Эллиптический капилляр представляет собой микрозеркало, изготовленное методом стационарного вытягивания, при котором эллиптическая форма достигается за счет прохождения пузырька воздуха внутри стекловолокна с постоянной скоростью [68]. Такие капилляры обладают оптическими свойствами эллиптического зеркала, имеют большое фокусное расстояние, а также превосходное качество поверхности, обеспечивающее высокую отражательную способность. Известно, что, если источник излучения поместить в один из фокусов эллиптического зеркала, то все световые лучи, отраженные от его поверхности, соберутся во втором фокусе. Очевидно, что для наилучшей работы эллиптического капилляра необходима предварительная фокусировка рентгеновского излучения в первом фокусе эллипса. В этом случае расходящийся из фокуса пучок освещает только небольшой краевой участок внутренней поверхности капилляра вблизи его выходной апертуры. Уменьшенное изображение фокального пятна формируется во втором фокусе, при этом коэффициент уменьшения зависит от положения освещенной области капилляра. Однако не следует исключать того, что рассеянное на краю выходной апертуры капилляра излучение может привести к значительному расширению фокального пятна. Кроме того, прямой пучок, исходящий из первого фокуса

56

капилляра и проходящий без отражения через его выходную апертуру, существенно увеличивает общий уровень фонового излучения.

Сочетание параболического аксикона с эллиптическим капилляром способно значительно повысить эффективность рассматриваемой оптической схемы фокусировки. Так, кольцевой пучок, освещающий лишь внутреннюю поверхность капилляра вблизи его выходной апертуры, позволяет исключить влияние на фокусирующие свойства капилляра как прямого пучка, так и краевых эффектов рассеяния. Предложенный подход может оказаться полезным в рентгеновских методах визуализации или в иных приложениях, требующих острой фокусировки рентгеновского пучка. Соответствующая оптическая схема представлена на рис. 2.12 (а).





Эллиптический капилляр, освещенный кольцевым пучком, отражает его, формируя небольшое фокальное пятно. Диаметр кольцевого пучка должен быть меньше входной апертуры капилляра, определяемой малой осью его эллиптического профиля, и больше выходной апертуры, образованной срезом края капилляра вблизи его фокуса. Комбинация параболического аксикона с рентгеновскими параболическими преломляющими линзами позволяет гибко изменять диаметр формируемого кольца, что дает возможность регулировать положение области отражения на поверхности капилляра. Более подробно возможность изменения размера сфокусированного кольцевого пучка была рассмотрена в предыдущем параграфе 2.2.2. Стоит отметить, что на практике фокусное пятно, создаваемое капилляром, можно измерить методом ножевого сканирования.

Компьютерное моделирование, основанное на методе трассировки лучей, показало, что при энергии 12.4 кэВ капилляр с малой и большой осями 50 мкм и 95 мм соответственно,

освещенный кольцевым пучком диаметром 20 мкм, позволяет сфокусировать рентгеновские лучи в пятно размером 200 нм (FWHM). В численном эксперименте кольцевой пучок был сформирован при помощи двух алюминиевых параболических линз (с радиусом кривизны R = 50 мкм) в комбинации с одним алюминиевым параболическим аксиконом (R = 50 мкм, b = 23 мкм). Распределение интенсивности в вертикальном сечении фокального пятна, представленное на рис. 2.12 (б) хорошо описывается функцией распределения Лоренца с параметром масштаба  $\gamma = 97.3$  нм. В расчетах учитывается размер источника равный 30 мкм, расположенный на расстоянии 60 м от параболических аксиконов.

Следует отметить. что предварительное тестирование метода фокусировки рентгеновского излучения при помощи эллиптического капилляра было выполнено на исследовательской станции BM5 источника синхротронного излучения ESRF (Гренобль, Франция). В результате эксперимента удалось получить фокусное пятно размером около 2 мкм (FWHM) для случая плоского параллельного пучка, освещающего капилляр, а также зарегистрировать изображение пятна размером около 1 мкм (FWHM) в схеме с использованием предварительной фокусировки, выполненной при помощи зонной пластинки Френеля [69]. Кроме того, было экспериментально продемонстрировано, что в случае внеосевого освещения эллиптического капилляра пучком, сформированным зонной пластинкой Френеля, размер сфокусированного капилляром пучка составил около 250 нм. Из-за внеосевого освещения отражение рентгеновского пучка происходило только от небольшой области внутренней поверхности капилляра, что полностью исключило рассеяние на краю его выходной апертуры, а также влияние прямого пучка на формируемое фокусное пятно. Как было отмечено, эти преимущества также присущи предложенному в настоящем параграфе методу субмикронной фокусировки с использованием параболического аксикона для освещения эллиптического капилляра. Однако рассматриваемый подход позволяет сохранить осевую симметрию оптической системы, упрощая ее настройку и использование в методах рентгеновской визуализации, а также в задачах, требующих острой фокусировки рентгеновского пучка.

# 2.3. Метод фазово-контрастной микроскопии на основе параболического аксикона

Сегодня рентгеновская микроскопия на основе составных преломляющих линз является одним из наиболее привлекательных высокоразрешающих методов визуализации исследуемых объектов, особенно в жесткой области энергий рентгеновского излучения [38, 70–73]. Метод рентгеновской микроскопии используется для изучения особенностей внутреннего строения

58

образцов в материаловедении, биологии и медицине. Однако основной вклад в формирование контраста изображений объектов, полученных рассматриваемым методом, обусловлен поглощением рентгеновского излучения в веществе, что создает некоторые ограничения для наблюдения образцов, состоящих из материалов с низкой плотностью. Такие образцы практически полностью прозрачны для жесткого рентгеновского излучения и фактически являются слабо-поглощающими (фазовыми) объектами. Для их исследования, необходимо использовать другой – фазовый механизм формирования контраста изображения, основанный на интерференционном взаимодействии рентгеновских лучей.

Контраст изображений фазового объекта можно повысить с помощью специальных оптических схем, которые позволяют преобразовывать сдвиги фаз электромагнитных волн, вызванные образцом, в модуляцию интенсивности в плоскости изображения. В оптике хорошо известен метод фазово-контрастной микроскопии, предложенный Цернике [74–76]. Для получения фазово-контрастного изображения свет от источника излучения разбивается на два когерентных пучка, один из которых называют опорным, а другой предметным. В этом случае фазово-контрастное изображение формируется за счет интерференции между опорным пучком, волновой фронт которого сдвинут по фазе при помощи фазовой пластинки, и предметным пучком, рассеянном на образце. Сегодня метод фазово-контрастной микроскопии видимого диапазона длин волн является незаменимым инструментом в биологических и медицинских исследованиях живых структур, поскольку не требует предварительного окрашивания клеток, из-за которого они могут погибнуть. Однако рассматриваемый подход уже был реализован и в области жесткого рентгеновского излучения, что позволило значительно расширить возможности традиционного метода рентгеновской микроскопии [45, 77].

Обычно конфигурация экспериментальной оптической схемы рентгеновской фазовоконтрастной микроскопии Цернике довольно сложна. Например, для разделения интерферирующих пучков применяется специальная кольцевая подсветка образца, полученная с помощью набора ограничителей пучка или кольцевой апертуры, что требует трудоемкой настройки и юстировки оптической системы. Кроме того, конструкция фазовой пластинки подразумевает ее использование только для определенной длины волны излучения, так как формируемый ей фазовый сдвиг волнового фронта опорного пучка должен быть равен  $\pi$  рад. В некоторых случаях возникают дополнительные трудности, связанные с техническими ограничениями производства таких пластин.

Использование параболического аксикона в качестве фазосдвигающего устройства позволяет полностью преодолеть недостатки существующих оптических систем рентгеновской фазово-контрастной микроскопии. В этом случае параболический аксикон обеспечивает плавный фазовый сдвиг волнового фронта предметного пучка, рассеянного на образце, тогда

59

как опорный пучок не испытывает каких-либо дополнительных преобразований [78]. На рис. 2.13 представлена экспериментальная схема метода фазово-контрастной микроскопии на основе параболического аксикона, реализованная на исследовательской станции ID06 источника синхротронного излучения ESRF (Гренобль, Франция) при энергии рентгеновского излучения равной 12 кэВ.



**Рис. 2.13.** Экспериментальная схема метода фазово-контрастной микроскопии на основе параболического аксикона.

Без параболического аксикона рассматриваемая оптическая система представляет собой традиционную схему микроскопии, где конденсорная линза освещает образец, а объективная линза формирует его изображение в фокальной плоскости. Добавление аксикона в объективную линзу приводит к фазовой задержке волнового фронта пучка, рассеянного на образце, при этом опорный пучок, сформированный конденсорной линзой, проходя через центр объективной линзы, не модулируется аксиконом. Разность фаз между предметным (рассеянным на образце) и опорным пучками обеспечивает существенное увеличение контраста изображения по сравнению с традиционным подходом рентгеновской микроскопии.

В эксперименте в качестве конденсорной линзы использовалось 26 бериллиевых параболических линз (с радиусом кривизны R = 50 мкм) для фокусировки рентгеновского пучка на расстоянии 0.4 м от них. В фокусе конденсорной линзы была размещена объективная линза, состоящая из 30 бериллиевых линз (R = 50 мкм) и одного алюминиевого параболического аксикона (R = 50 мкм и b = 23 мкм), при этом теоретическое фокусное расстояние объективной линзы составило 0.34 м. Образец, представляющий собой кремниевую зонную пластинку Френеля толщиной 2.4 мкм, был установлен перед объективной линзой на расстоянии 0.38 м от нее. Для наблюдения увеличенных изображений образца использовался высокоразрешающий рентгеновский детектор Rigaku XSight Micron LC с пространственным разрешением около 1.3 мкм (эффективный размер пикселя 0.55 мкм). Рентгеновский детектор был расположен на соответствующем расстоянии от объективной линзы, равном 3.2 м. Взаимное расположение линз, детектора и образца подразумевает работу рассматриваемой изображающей системы в

режиме 8-кратного увеличения. Следует отметить, что из-за малой толщины образца его коэффициент пропускания при выбранной энергии 12 кэВ составляет 99%, что очевидно позволяет считать его слабо-поглощающим (фазовым) объектом.



**Рис. 2.14.** Изображения зонной пластинки Френеля, полученные в результате сравнительного эксперимента по тестированию традиционного метода рентгеновской микроскопии (верхний ряд изображений) и метода фазовоконтрастной микроскопии на основе параболического аксикона (нижний ряд изображений). Левый столбец– экспериментальный результат, правый столбец – результат компьютерного моделирования

На рис. 2.14 в левом столбце представлены экспериментальные результаты, полученные в ходе тестирования метода фазово-контрастной микроскопии на основе параболического аксикона. Верхнее изображение зонной пластинки Френеля соответствует традиционному методу рентгеновской микроскопии, в котором параболический аксикон в объективной линзе был заменен обычной алюминиевой фокусирующей линзой с радиусом кривизны 50 мкм. Наблюдаемый фазовый контраст в 10%, выраженный в подчеркивании краев структуры зонной пластинки, вызван некоторой расфокусировкой рассматриваемой изображающей оптической системы. Нижнее изображение, имеющее значительно более высокий контраст 40%, было получено с использованием предложенного подхода фазово-контрастной микроскопии на основе параболического аксикона. Для наглядности ниже на рис. 2.14 показаны профили интенсивности, полученные в поперечном сечении изображений, где оранжевая кривая приведена для случая традиционной микроскопии, а синяя соответствует предложенному фазово-контрастному подходу. Результаты компьютерного моделирования, реализованного с учетом параметров рассматриваемой оптической схемы, представлены справа на рис. 2.14. Видно, что они полностью соответствуют экспериментальным наблюдениям.

Следует отметить, что функция точечного рассеяния, описывающая реакцию рассматриваемой системы визуализации на точечный источник излучения, представляет собой кольцевой пучок диаметром 20 мкм. Такой отклик оптической системы определяет ее пространственное разрешение, которое с учетом 8-кратного увеличения составляет около 2.5 мкм. Несмотря на высокую разрешающую способность используемой схемы традиционного метода рентгеновской микроскопии, пространственное разрешение которой составило около 0.6 мкм, все же очевидно, что рентгеновская фазово-контрастная микроскопия на основе параболического аксикона является более эффективным инструментом для визуализации слабопоглощающих образцов.

### 2.4. Заключение к главе 2

В настоящей главе предложен новый метод формирования конического волнового фронта рентгеновского пучка на основе преломляющего параболического аксикона, представляющего собой двояковогнутую линзу со специальным профилем преломляющих поверхностей. Оптические свойства параболического аксикона были теоретически изучены. Полученные в ходе теоретического анализа аналитические выражения, описывающие структуру формируемого аксиконом пучка, а также соответствующие результаты параболический аксикон компьютерного моделирования показывают, ЧТО способен преобразовать падающее на него когерентное рентгеновское излучение в узкий сходящийся осевой отрезок, так называемый пучок Бесселя, распространяющийся вдоль оптической оси. В дальнем поле параболический аксикон формирует кольцевое распределение интенсивности, при этом на некотором расстоянии от него происходит фокусировка рентгеновского излучения в узкий кольцевой пучок.

Рентгеновские параболические аксиконы, были изготовлены из поликристаллического алюминия с использованием технологии прессования. Экспериментальное тестирование линз проводилось при энергии от 10 до 15 кэВ на исследовательской станции ID06 источника синхротронного излучения ESRF (Гренобль, Франция), где в полном объеме удалось изучить их оптические свойства. Наблюдаемые изображения пучка Бесселя и сфокусированного

62

кольцевого пучка хорошо согласуются с соответствующими теоретическим оценкам. Полученные результаты впервые продемонстрировали возможность применения элементов преломляющей оптики для формирования сложного волнового фронта рентгеновского пучка.

Распределение интенсивности в поперечном сечении пучка Бесселя, генерируемого параболическим аксиконом представляет собой набор концентрических колец, размер которых масштабно уменьшается по мере распространения пучка. Такой сходящиеся пучок обладает уникальными «бездифракционными» свойствами, поскольку естественные дифракционные потери энергии из его центральной части компенсируются распределенным боковым подводом излучения. По той же причине пучок Бесселя обладает способностью к самовосстановлению, что подразумевает его дальнейшее формирование после столкновения с препятствием. Стоит отметить, что теоретический поперечный размер центральной части пучка Бесселя примерно в 1.6 раз меньше диаметра пятна в фокальной плоскости, образованного рентгеновской параболической линзой с соответствующей числовой апертурой. Это позволяет рассматривать параболический аксикон как фокусирующий оптический элемент, обладающий намного более протяженной глубиной фокуса по сравнению с рентгеновской параболической линзой. Однако энергетическая эффективность такой фокусировки может быть несколько ниже, что очевидно, не исключает возможность использования аксиконов в задачах требующих протяженных сфокусированных пучков. Например, пучки Бесселя могут оказаться полезны в задачах микроскопии при исследовании волокнистых структур или биологических объектов, в некоторых метрологических и медицинских приложениях.

Из-за собственной осевой симметрии рассматриваемых линз, результат производимых ими преобразований, оказался очень чувствительным к симметрии оптической системы в целом. Данная особенность позволила рассмотреть параболические аксиконы в качестве инструмента для юстировки оптических систем, а также диагностики синхротронного источника. Так, например, наблюдая за формой и симметрией кольцевого пучка сформированного аксиконами, удалось скорректировать центральное положение первичной щели, используемой для создания вторичного источника в предыдущих экспериментах по тестированию рассматриваемых линз, а более детальный анализ искажений кольцевого пучка, вызванных астигматизмом источника синхротронного излучения, позволил измерить его наклон, который составил около 8 градусов. Дополнительно в настоящей главе был представлен численный эксперимент, демонстрирующий возможность субмикронной фокусировки синхротронного излучения с использованием эллиптического капилляра и параболического аксикона. Соответствующее компьютерное моделирование показало, что эллиптический капилляр в сочетании с параболическим аксиконом позволяет фокусировать рентгеновские лучи в пятно размером в несколько сотен нанометров.

Также рассмотрена оптическая система, состоящая из рентгеновского параболического аксикона и традиционных параболических преломляющих линз. Такая комбинация линз позволяет гибко регулировать размер сфокусированного кольцевого пучка, создаваемого аксиконом, путем изменения количества параболических линз в оптической системе. Оптические свойства представленной системы были теоретически изучены и экспериментально продемонстрированы на исследовательской станции ID06 ESRF. Было показано, что диаметр формируемого кольцевого пучка уменьшается с увеличением количества линз в составе оптической системы, что полностью согласуется с теоретическими результатам.

Возможность настройки размера кольцевого пучка, генерируемого оптической системой на основе параболического аксикона и фокусирующих преломляющих линз, может оказаться полезной в приложениях, требующих специального освещения. Например, такая система способна существенно упростить манипуляции с ограничителями пучка в экспериментах по малоугловому рассеянию рентгеновских лучей или в методе темнопольной микроскопии. В настоящей главе был предложен новый подход к фазово-контрастной микроскопии на основе объективной линзы, состоящей из параболического аксикона и набора фокусирующих преломляющих линз, который использует преимущества традиционной рентгеновской микроскопии, и уникальные оптические свойства параболического аксикона. Предложенный метод фазово-контрастной микроскопии был экспериментально продемонстрирован на исследовательской станции ID06 ESRF, где на примере исследования структуры зонной пластинки Френеля удалось значительно увеличить контраст ее изображения с 10 до 40%, по сравнению с традиционным методом рентгеновской микроскопии. Благодаря оптическим свойствам параболического аксикона новый метод фазово-контрастной микроскопии является более эффективным инструментом для визуализации слабо-поглощающих образцов по сравнению с традиционным подходом рентгеновской микроскопии. Он имеет высокое разрешение и позволяет проводить качественные исследования биомедицинских И органических образцов без использования каких-либо дополнительных методов их подготовки.

Рассмотренный в настоящей главе параболический аксикон, является яркой демонстрацией формирователей рентгеновского пучка на основе элементов преломляющий оптики. Аксикон способен работать в жесткой обрасти рентгеновского спектра, используя самые выдающиеся свойства синхротронного излучения, такие как яркость, монохроматичность и когерентность. Сегодня разработка таких формирователей пучка с уникальными оптическими свойствами, а также развитие новых когерентных рентгеновских методов исследования на их основе приобретает особое значение в связи с появлением современных источников синхротронного излучения 4-ого поколения, а также рентгеновских лазеров на свободных электронах.

64

### Глава 3. Формирование периодической пространственной структуры пучка при помощи элементов преломляющей оптики

Еще один важный для практического применения тип формирователей рентгеновского пучка относится к устройствам, преобразующим падающее когерентное монохроматическое излучение в интерференционное поле, представляющее собой периодическое распределение интенсивности в пространстве. Такие устройства называются рентгеновскими интерферометрами. Рентгеновская интерферометрия является относительно новым направлением в современной экспериментальной физике. Первый рентгеновский интерферометр, использующий явление дифракции рентгеновских лучей на кристаллических решетках трех монокристаллов для формирования периодической интерференционной картины, был описан в 1965 году в работах Бонзе и Харта [9] С появлением современных источников синхротронного излучения стали доступны классические интерферометрические эксперименты на основе элементов дифракционной оптики, такие как метод двойной щели Юнга [10–13] или Тальбо интерферометрия [14–16]. Со дня своего возникновения рентгеновская интерферометрия продемонстрировала поистине уникальные возможности в различных областях изучения конденсированных сред: при измерении фундаментальных физических констант, параметров кристаллической решетки, изучении структурных дефектов в почти совершенных монокристаллах. Сегодня рентгеновские интерферометры используются в исследованиях, требующих время-разрешающей диагностики объектов, для определения параметров жесткого рентгеновского излучения, а также при исследовании слабопоглощающих (фазовых) объектов [79-82].

Настоящая глава посвящена методам формирования периодической пространственной структуры пучка при помощи элементов преломляющей оптики. В качестве такой оптики подробно рассмотрены рентгеновские интерферометры на основе системы планарных преломляющих линз – двухлинзовый интерферометр, предложенный ранее в работе [83], а также 100-линзовый интерферометр, продемонстрированный впервые в настоящей работе. Здесь представлены теоретические и экспериментальные исследования оптических свойств интерферометров, обсуждается возможность их применения в методах подготовки пучка и диагностики рентгеновского источника. Предложен новый метод фазово-чувствительной визуализации на основе двухлинзового интерферометра, позволяющий измерять абсолютные значения фазового сдвига волны, создаваемого образцом, а также представлен расширитель рентгеновского пучка на основе 100-линзового интерферометра, позволяющий гибко регулировать размер пучка синхротронного излучения в широком диапазоне энергий. Дополнительно, теоретически рассмотрен новый интерферометрический подход К визуализации тонких пленок.

# **3.1.** Интерферометры на основе системы рентгеновских преломляющих линз

### 3.1.1. Теоретическое описание оптических свойств двухлинзового интерферометра

Рассмотрим оптическую схему, включающую в себя точечный рентгеновский источник, формирующий монохроматическое излучение с длиной волны  $\lambda$ , и двухлинзовый интерферометр. Двухлинзовый интерферометр состоит из двух идентичных планарных составных преломляющих линз, оптические оси которых разделены расстоянием d. Каждая составная преломляющая линза имеет физическую апертуру A и состоит из N отдельных двояковогнутых параболических линз с радиусом кривизны в вершине образующих их парабол R. При когерентном освещении двухлинзовый интерферометр формирует два взаимно когерентных пучка, сфокусированных на некотором расстоянии  $z_f$ , которое в приближении тонкой линзы может быть вычислено как  $z_f = f z_0 / (z_0 - f)$ , где  $f = R / 2N\delta$  – фокусное расстояние каждой составной линзы, а  $z_0 > f$  – расстояние от источника до двухлинзового интерферометра,  $\delta$  – декремент показателя преломления n материала интерферометра. Формируемые фокусы разнесены в поперечном направлении на расстояние  $d_f = d z_0 / (z_0 - f)$ , которое стремится к значению d, при условии, что расстояние между источником и интерферометром  $z_0$  намного больше, чем фокусное расстояние f.

Согласно теории волновой оптики, размер каждого фокального пятна ограничен дифракционным пределом и может быть оценен как  $\sigma_f = \lambda z_f / 2A_{eff}$ , где  $A_{eff} - 9$ ффективная апертура одной составной преломляющей линзы. Эффективная апертура  $A_{eff} \approx (\lambda f \delta / 2\beta)^{1/2}$  зависит от поглощения рентгеновского излучения в материале двухлинзового интерферометра, которое описывается мнимой частью *i* $\beta$  его показателя преломления  $n = 1 - \delta + i\beta$  [4, 84]. Здесь предполагается, что физическая апертура A каждой составной линзы больше ее эффективной апертуры  $A_{eff}$  и меньше либо равна расстоянию d. Следует отметить, что в случаях, когда эффективная апертура меньше или сравнима с физической апертурой, отношение  $\sigma_f / d_f = A_{eff} \gamma / d$  меньше, чем  $\gamma = \beta / \delta$ . В режиме жесткого рентгеновского излучения значение  $\gamma$  составляет 10<sup>-2</sup>–10<sup>-5</sup> для материалов, которые часто используются для создания преломляющей оптики. В этом случае, размер фокальных пятен  $\sigma_f$  на несколько порядков меньше расстояния  $d_f$  между ними. Таким образом, исходя из вышеизложенного, рассматриваемую систему можно описать в рамках классической теории интерферометрии так как формируемые фокальные изтер врана вастоянию  $d_f$ . Согласно этой теории,

расходящиеся от малых вторичных источников пучки создают периодическую картину интерференционных полос в области, где они перекрываются.

Для определенности рассмотрим схему интерферометрии, реализованную на источнике синхротронного излучения, что соответствует случаю когда источник излучения отдален от интерферометра расстояние, значительно превышающее фокусное расстояние на рассматриваемой системы линз z<sub>0</sub> » f. Расходящиеся пучки начинают перекрываться на расстоянии  $l \approx d/\alpha$  от фокусов, где  $\alpha = A_{eff}/f$  – угловой размер расходящегося пучка, определяемый угловым размером каждого пучка, сфокусированного ЛВVXЛИНЗОВЫМ интерферометром. Поскольку угол α для типичной рентгеновской составной преломляющей линзы невелик, расстояние l всегда намного больше, чем расстояние d между фокусными пятнами. Поэтому результат интерференции рассматриваемых пучков может быть описан с использованием условий параксиального приближения. Таким образом, в любой точке с поперечной координатой *х* в плоскости интерференционной картины, наблюдаемой на некотором расстоянии z от фокусов, таком что  $z > l \gg d$  и x, формируемая интенсивность излучения выражается следующим образом:

$$I(x,z) = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cos\left(\frac{2\pi d}{\lambda z}x + \Delta\varphi\right).$$
(3.1)

где  $I_1$  и  $I_2$  – интенсивности в точке (x, z), создаваемые каждой из двух волн, исходящих из соответствующих им фокусов, а  $\Delta \varphi$  – начальная разность фаз этих волн, равная нулю для рассматриваемой оптической системы. В общем случае,  $I_1$  и  $I_2$  различаются из-за гауссовой формы распределения интенсивности обоих расходящихся пучков, формируемой в результате неравномерного по апертуре поглощения рентгеновских лучей в составных преломляющих линзах интерферометра. Однако эти интенсивности практически идентичны на больших расстояниях  $z \gg l$ , там, где расходящиеся пучки полностью перекрываются. Таким образом, распределение интенсивности каждого пучка можно описать одним и тем же выражением:

$$I_0(x,z) \sim \exp\left(-\frac{x^2}{2c^2}\right)$$
, где  $c = \frac{A_{eff}}{(2\pi)^{1/2}} \frac{z}{f}$ . (3.2)

Поперечный размер пучков  $\omega$  равен  $(8\ln 2)^{1/2}c$  и определяется как полная ширина на полувысоте (FWHM) от максимального уровня их интенсивности. Учитывая вышеизложенное, уравнение (3.1) можно записать в следующем виде:

$$I(x,z) = 2I_0(x,z) \left[ 1 + \cos\left(\frac{2\pi d}{\lambda z} x\right) \right].$$
(3.3)

В соответствии с этим уравнением положение интерференционных полос определяется условием  $x_m = m \lambda z / d$ , где *m* принимает целые значения, а расстояние между последовательными максимумами или, что тоже самое, период интерференционных полос выражается как:

$$\Lambda = \frac{\lambda}{d} z \,. \tag{3.4}$$

Как распределение интенсивности расходящихся пучков, огибающая И интерференционных полос имеет гауссову форму с тем же параметром c (выражение (3.2)), что интерференционной также определяет поперечный размер картины Число ω. интерференционных полос В интерференционной картине можно оценить как  $M \approx \omega / \Lambda = (4 \ln 2 / \pi)^{1/2} d / (2 \gamma A_{eff})$ . Таким образом, в случае, если эффективная апертура  $A_{eff}$ составных преломляющих линз в интерферометре сравнима с расстоянием *d* между их оптическими осями, то в формируемой интерференционной картине можно наблюдать количество полос, равное примерно  $(2\gamma)^{-1}$ . Для меньшего размера эффективной апертуры количество полос увеличивается. В области жесткого рентгеновского излучения это значение довольно велико и может составлять от  $10^2$  до  $10^5$  в зависимости от материала интерферометра.

Следует отметить, что приведенное выше рассуждения также справедливы и для случая использования источника рентгеновского излучения с конечным размером *s*<sub>0</sub>. Однако протяженный источник способен существенно повлиять на качество интерференционной картины, уменьшая видность (контраст) интерференционных полос. Видность интерференционной картины может быть оценена из результата свертки профиля интенсивности, выраженного формулой (3.3) с гауссовым распределением интенсивности проекции источника в плоскости наблюдения [83]:

$$V = \exp\left[-\frac{\pi^2}{4\ln 2} \left(\frac{s_0}{\Lambda} \frac{z}{z_0}\right)^2\right].$$
(3.5)

Данное выражение получено в приближении, что интенсивность  $I_0$  постоянна для нескольких последовательных максимумов, что справедливо, поскольку  $\omega \gg \Lambda$ . Заметим, что видность, являющаяся функцией размера источника, равна единице для точечного источника и стремится к нулю, в случае, когда размер проекции источника  $s_0 z / z_0$  больше периода интерференционной картины  $\Lambda$ . Таким образом, двухлинзовый интерферометр можно рассматривать в качестве высокочувствительного инструмента для диагностики источников синхротронного излучения.

### 3.1.2. Теоретическое описание оптических свойств многолинзового интерферометра

Рентгеновский многолинзовый интерферометр представляет собой массив из M параллельных идентичных плоских составных преломляющих линз, установленных на одинаковом расстоянии d друг от друга. Каждый составная линза имеет физическую апертуру A и состоит из N отдельных двояковогнутых параболических линз с радиусом кривизны R в вершине образующих их парабол. Такая система линз способна преобразовывать плоский монохроматический рентгеновский пучок с длиной волны  $\lambda$  в набор из M взаимно когерентных пучков, каждый из которых фокусируется на расстоянии  $f = R/2N\delta$ , где  $\delta$  – декремент показателя преломления n материала интерферометра. Сформированные фокусы разнесены в поперечном направлении на расстояние d относительно друг друга, а их размер ограничен дифракционным пределом и на несколько порядков меньше расстояния между ними. Эта особенность подробно рассматривалась в параграфе 3.1.1 на примере двухлинзового интерферометра (M = 2), что позволило описать дальнейшее распространение и взаимодействие пучков за его фокусами в рамках классической теории интерферометрии.

Таким образом, для рассматриваемого случая многолинзового интерферометра (M > 2), соответствующее оптическое преобразование может быть представлено как результат интерференции M расходящихся от предельно малых фокусов пучков в области, где они перекрываются. Полное перекрытие всех M пучков происходит на расстоянии l = (M - 1) d / a от фокусов, где  $a = A_{eff} / f$  – угловой размер каждого сфокусированного пучка, а  $A_{eff}$  – эффективная апертура одной составной преломляющей линзы. Эффективная апертура  $A_{eff} \approx (\lambda f \delta / 2\beta)^{1/2}$ зависит от поглощения рентгеновского излучения в материале интерферометра, которое описывается мнимой частью  $i\beta$  показателя преломления  $n = 1 - \delta + i\beta$ . Поскольку эффективная апертура  $A_{eff}$  типичной рентгеновской составной преломляющей линзы мала по сравнению с ее фокусным расстоянием f, расстояние l всегда намного больше, чем полная апертура многолинзового интерферометра  $A_{full} = AM = (M - 1) d + A$ . Следовательно, также как и в случае двухлинзового интерферометра, для описания интерференции пучков формируемых многолинзовым интерферометром может быть использовано параксиальное приближение.

Учитывая вышеизложенное, рассмотрим систему взаимно когерентных линейных источников, генерирующих M расходящихся пучков, разделенных расстоянием d в поперечном направлении. В параксиальном приближении амплитуда волнового поля в точке с поперечной координатой x в плоскости наблюдения, расположенной на расстоянии z от источников, таком, что  $z > l \gg x$  и  $A_{full}$ , пропорциональна сумме волн, приходящих от каждого источника в рассматриваемую точку:

$$E(x,z) \sim \sum_{m=0}^{M-1} E_0(x,z) \cdot \exp(ikr_m) \approx$$
$$\approx E_0(x,z) \cdot \exp\left[ik\left(z + \frac{x^2}{2z}\right)\right] \cdot \sum_{m=0}^{M-1} \exp\left(-ik\frac{xdm}{z}\right) \exp\left(ik\frac{d^2m^2}{2z}\right), \tag{3.6}$$

где  $E_0(x,z)$  – амплитуда волны, приходящей в точку наблюдения от одного источника,  $k = 2\pi / \lambda$  – волновое число, *m* принимает целые значения, соответствующие индексам составных преломляющих линз в интерферометре, а  $r_m = [z^2 + (x - dm)^2]^{1/2}$  – расстояние между *m*-м источником и точкой наблюдения (*x*, *z*). Здесь предполагается, что из-за небольшой разницы между *z* и  $r_m$  амплитуда волнового поля  $E_0(x,z)$ , формируемого каждым источником в точке наблюдения, одинакова.

В общем случае на произвольном расстоянии z от интерферометра интерференционное поле, описываемое выражением 3.6, имеет сложную пространственную структуру. Однако для некоторых расстояний *z* выполняется условие конструктивной интерференции, при котором последний экспоненциальный член с аргументом, не зависящим от *x*, принимает последовательно повторяющиеся значения с изменением индекса т. Результирующая сумма волн представляет собой периодическое распределение амплитуды волнового поля в плоскости наблюдения. Например, периодическая система линейных источников воспроизводится в виде интерференционных полос, наблюдаемых расстоянии Тальбота  $z = Z_T = 2d^2 / \lambda$ . на Соответствующая последовательность значений экспоненты для данного расстояния равна  $\{1, i, 1, i, ...\}$ , при этом рассматриваемое выражение может быть представлено в виде двух сумм геометрических прогрессий, соответствующих подпоследовательности единиц и мнимых единиц, заданных четным и нечетным т. Следовательно, распределение интенсивности на расстоянии Талбота можно записать следующим образом:

$$I(x, Z_T) \sim \left| E(x, Z_T) \right|^2 = \frac{I_0(x, Z_T)}{\sin^2 \left(\frac{\pi x}{d}\right)} \cdot \begin{cases} 4\sin^2 \left(\frac{\pi x}{2d}M\right) \cos^2 \left(\frac{\pi x}{2d} - \frac{\pi}{4}\right) & \text{для четных } M \\ 1 - \cos \left(\frac{\pi x}{d}M\right) \cos \left(\frac{\pi x}{d}\right) & \text{для нечеиных } M \end{cases}, \quad (3.7)$$

где  $I_0(x,z)$  – распределение интенсивности формируемое одним источником. Представленное решение описывает периодическую структуру полос формируемой интерференционной картины, положение которых может быть выражено как  $x_j = dj$  из условия обращения в нуль знаменателя, где j – целое число. Таким образом, на расстоянии Тальбота период интерференционных полос  $\Lambda$  точно соответствует расстоянию d между источниками.

На половине расстояния Тальбота формируется аналогичное изображение, но смещенное в пространстве на половину периода полос. Также стоит отметить бесконечное семейство

дробных изображений Тальбота, которые наблюдаются на соответствующих расстояниях  $z_n = Z_T/2n$ , где n > 1 принимает целые значения. Распределение интенсивности на этих расстояниях, а также на половинном расстоянии Тальбота (при n = 1) описывается следующим выражением:

$$I(x,z_n) \sim I_0(x,z_n) \cdot 4\sin^2 \left[ Mn \left( \frac{\pi x}{d} - \frac{\pi}{2} \right) \right] \cos^2 \left[ n \left( \frac{\pi x}{d} - \frac{\pi}{2} \right) \right] / \sin^2 \left( 2n \frac{\pi x}{d} \right), \tag{3.8}$$

Тщательный анализ данного выражения показывает, что период интерференционных полос составляет  $\Lambda = d/n$ , в то время как интенсивность в их максимуме пропорциональна  $M^2$ . Ширина полосы, определяемая как полная ширина на полувысоте (FWHM), не превышает  $\Lambda/M$ , однако, согласно выражению 3.7, это значение вдвое больше для изображения наблюдаемого на расстоянии Тальбота.

В случае многолинзового интерферометра, освещаемого точечным источником, находящимся на расстоянии *z*<sup>0</sup> от него, интерференционная картина от *M* вторичных источников, представляющая собой интерференционные полосы, масштабно увеличивается с коэффициентом:

$$C_n = \frac{z_f + z_n^* + z_0}{z_f + z_0}, \qquad (3.9)$$

и наблюдается на расстоянии  $z_n^*$  от них. Данное расстояние может быть выражено из следующего выражения:

$$\frac{1}{z_f + z_n^*} + \frac{1}{z_0} = \frac{1}{f + z_n}.$$
(3.10)

При использовании источника рентгеновского излучения с конечным размером  $s_0$ , только часть расходящихся пучков участвует в формировании интерференционной картины. Количество таких пучков можно оценить как  $M_{coh} = l_{coh} / d < M$ , где  $l_{coh} = \lambda z_0 / s_0 - д$ лина пространственной когерентности рентгеновского пучка, формируемого источником. При этом ширина формируемых интерференционных полос увеличивается  $\Lambda / M_{coh} > \Lambda / M$ . Очевидно, что наблюдение интерференционных полос будет невозможно при размере источника  $s_0 \gg \lambda z_0 / d$ , при котором длина когерентности меньше расстояния между соседними составными преломляющими линзами, входящими в состав интерферометра.

Что касается распределения интенсивности, формируемого линейным источником  $I_0(x,z)$ , в оптической системе на основе многолинзового интерферометра следует учитывать распределение интенсивности гауссова пучка, расходящегося от фокуса, создаваемого одной составной преломляющей линзой интерферометра:

$$I_0(x,z) \sim \exp\left(-\frac{x^2}{2c^2}\right)$$
, где  $c = \frac{A_{eff}}{(2\pi)^{1/2}} \frac{z}{f}$ . (3.11)

Как и в случае двухлинзового интерферометра, данное выражение описывает огибающую максимумов интенсивности структуры интерференционной картины, в том числе и за пределами расстояний Тальбота. Поперечный размер  $\omega$  огибающей равен  $(8\ln 2)^{1/2}c \approx \alpha \cdot z$  (FWHM). Как можно видеть, он линейно увеличивается с расстоянием z. Это позволяет предложить новый метод расширения рентгеновского пучка на основе многолинзового интерферометра, являющийся более эффективным по сравнению с аналогичным подходом, в котором используется лишь одна составная преломляющая линза. Действительно, угловой размер пучка  $\alpha$  в обоих случаях одинаков, однако коэффициент пропускания рентгеновского излучения для многолинзовой системы определяемый как:

$$T = \frac{A_{eff}}{A} \cdot \operatorname{erf}\left(\frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{A}{A_{eff}}\right),\tag{3.12}$$

всегда выше, чем коэффициент пропускания одиночной линзы с физической апертурой, равной полной апертуре интерферометра *A*<sub>full</sub>. Экспериментальная демонстрация метода расширения рентгеновского пучка на основе многолинзового интерферометра представлена в разделе 3.3 настоящей главы.

### 3.1.3. Исследование оптических свойств двухлинзового интерферометра

Планарные двухлинзовые интерферометры были изготовлены с использованием процесса электронно-лучевой литографии и глубокого анизотропного плазменного травления кремния [85, 86]. Одиночный интерферометр представляет собой структуру с глубиной протрава около 70 мкм, состоящую из двух параллельных рядов отдельных двояковогнутых параболических линз, оптические оси которых разделены в поперечном направлении расстоянием *d*, равным 60 мкм. Каждая линза имеет физическую апертуру *A*, равную 50 мкм, и радиус кривизны *R*, равный 6.25 мкм. Следует отметить, что измеренная шероховатость поверхности линзы составляет около 20 нм, что не оказывает существенного влияния на формирование интерференционной картины.

Полученное при помощи сканирующего электронного микроскопа изображение двухлинзового интерферометра, с указанием его основных геометрических параметров показано на рис. 3.1. На одном кремниевом кристалле расположены пять двухлинзовых интерферометров. Они различаются количеством отдельных параболических линз *N* и, как следствие, имеют разные фокусные расстояния. Более того, выбирая подходящий
интерферометр, становится возможным подобрать как желаемую эффективную апертуру, так и необходимое фокусное расстояние при различных энергиях рентгеновского излучения. Следует подчеркнуть, что пять представленных двухлинзовых интерферометров позволяют охватить диапазон энергий рентгеновского излучения от 10 до 50 кэВ.



Рис. 3.1. Изображения двухлинзового интерферометра полученные при помощи с сканирующего электронного микроскопа, указанием его основных геометрических параметров, таких как радиус кривизны R, физическая апертура Aрасстояние между преломляющими И d двумя составными линзами интерферометра.

Согласно изложенным в параграфе 3.1.1 теоретическим рассуждениям, длина волны  $\lambda$  оказывает существенное влияние на основные оптические характеристики двухлинзового интерферометра и, как следствие, на качество формируемой им интерференционной картины. Прежде всего это относится к значению видности интерференционной картины *V* и периоду интерференционных полос  $\Lambda$ . С учетом этого для экспериментальной демонстрации оптических свойств двухлинзового интерферометра была выбрана оптимальная энергия рентгеновского излучения 12 кэВ.

**Таблица 3.1.** Основные оптические характеристики двухлинзового интерферометра. Фокусные расстояния f, эффективная апертура  $A_{eff}$  и размер фокальных пятен  $\sigma_f$ , рассчитаны для энергии рентгеновского излучения 12 кэВ.

Номер интерферометра	Число линз N	Фокусное расстояние <i>f</i> , мм	Эффективная апертура A <sub>eff</sub> , мкм	Размер фокального пятна <i>б</i> <sub>f</sub> , нм
1	6	154.0	27.5	290
2	26	35.5	13.2	140
3	58	16.0	8.8	90
4	104	8.9	7.0	70
5	162	5.7	5.3	60

В таблице 3.1 приведены основные параметры пяти интерферометров, рассчитанные для выбранной энергии. В эксперименте использовался второй двухлинзовый интерферометр, каждый ряд линз которого состоит из 26 отдельных линз. При энергии 12 кэВ теоретическое фокусное расстояние f линз интерферометра составляет 35.5 мм, эффективная апертура  $A_{eff}$  равна 13.2 мкм, а ожидаемый размер фокальных пятен  $\sigma_f$ , ограниченный дифракционным пределом, составляет 140 нм.

Экспериментальное исследование оптических свойств двухлинзового интерферометра проводились на исследовательской станции ID06 источника синхротронного излучения ESRF (Гренобль, Франция). Оптическая схема эксперимента представлена на рис. 3.2. Двухлинзовый интерферометр был установлен на расстоянии 58 м от источника, на моторизированной подвижке с четырьмя степенями свободы, обладающей возможностью осевых поворотов ( $\theta_x$ ,  $\theta_y$ ) и перемещений (x, y) необходимых для его выравнивания вдоль оптической оси z рассматриваемой схемы эксперимента. Учитывая существенную отдаленность интерферометра от источника, теоретическое расстояние  $z_f$ , на котором фокусировались формируемые интерферометром пучки, и расстояние  $d_f$  между двумя фокусами практически не отличаются от значений f и d соответственно.



Рис. 3.2. Схема эксперимента по исследованию оптических свойств двухлинзового интерферометра.

Интерференционные картины полос регистрировались на расстоянии 3.9 м от фокусов при помощи рентгеновского детектора FReLoN. Данный детектор на основе ПЭС-матрицы AMTEL (2048 x 2048 пикселей, размер пикселя 14 мм, 16 бит), был оснащен сцинтиллятором GGG: Еu толщиной 10 мкм и оптической системой с 50-ти кратным увеличением. Таким образом, поле зрения детектора составляло 0.573 x 0.573 мм, при этом его эффективный размер пикселя был равен 0.28 мкм. Пространственное разрешение системы формирования изображения детектора, определяемое сцинтиллятором и используемой оптикой, составляло

около 0.9 мкм (3 пикселя). Типичное время экспозиции для регистрации изображений сформированного пучка составляло 10 сек.

Стоит отметить, что из-за небольшого поля зрения детектора, для наблюдения всей интерференционной картины было выполнено ее сканирование в вертикальном направлении в диапазоне нескольких миллиметров. Вертикальный размер интерференционной картины составил около 1.5 мм (FWHM), что соответствует ожидаемому результату, рассчитанному с использованием выражения (3.2) для огибающей интерференционных полос. Фрагмент наблюдаемой интерференционной картины, а также профиль распределения интенсивности, полученный в ее вертикальном поперечном сечении показаны на рис. 3.3 (а) и (б) соответственно.



**Рис. 3.3.** Экспериментальные результаты тестирования двухлинзового интерферометра. (а) Фрагмент наблюдаемой интерференционной картины и (б) профиль распределения интенсивности, полученный в ее вертикальном поперечном сечении.

Измеренное расстояние между полосами  $\Lambda$  (период интерференционной картины) составило 6.7±0.1 мкм, что полностью совпадает с оценкой, выполненной по формуле (3.4). Качество интерференционной картины, можно количественно описать с помощью параметра видности, вычислив отношение разности к сумме максимального, и соседнего минимального значений интенсивности полос:  $V = (I_{max} - I_{min}) / (I_{max} + I_{min})$ . Таким образом, как видно из рис. 3.3 (б), видность наблюдаемых полос составляла около 42%. Теоретические расчеты, выполнение с использованием выражения (3.5) показывают, что вертикальный размер источника составляет около 46 мкм, что хорошо согласуется с размером источника, экспериментально измеренным с использованием борного волокна или при помощи метода прямой визуализации источника на основе составной преломляющей линзы [48, 50].

#### 3.1.4. Исследование оптических свойств многолинзового интерферометра

Многолинзовые интерферометры были изготовлены с использованием процесса электронно-лучевой литографии и глубокого анизотропного плазменного травления кремния [85, 86]. Один интерферометр представляет собой структуру с глубиной протрава около 40 мкм, состоящую из 100 параллельных планарных составных преломляющих линз, разделенных в поперечном направлении расстоянием *d* равным 10 мкм. Каждая составная преломляющая линза состоит из двояковогнутых параболических элементов, имеющих физическую апертуру А, равную 10 мкм, и радиус кривизны в вершинах их параболических преломляющих поверхностей *R*, равный 1.25 мкм. В отличие от двухлинзового интерферометра равенства между расстоянием d и физической апертурой A составных преломляющих линз 100линзового интерферометра удалось достичь при помощи специально разработанной конструкции его структуры, при которой соседние составные преломляющие линзы смещены друг относительно друга на половину продольного размера двояковогнутых элементов, из которых они состоят. На рис. 3.4 показаны соответствующие изображения 100-линзового интерферометра, полученные при помощи сканирующего электронного микроскопа. Расстояние b между двумя соседними двояковогнутых элементами в каждой составной преломляющей линзе интерферометра составляет 2 мкм. Полная физическая апертура интерферометра составляет 1 мм (10 мкм × 100), что для большинства источников ондуляторного излучения синхротронов 3-го поколения соответствует размеру пучка, наблюдаемому на расстоянии равном 100 м от источника. Следует отметить, что измеренная шероховатость преломляющих поверхностей 100-линзового интерферометра составляет около 20 нм, что, очевидно, не оказывает существенного влияния на формирование интерференционной картины.



Рис. 3.4. Изображения 100-линзового интерферометра, полученные при помощи сканирующего электронного микроскопа.

Чтобы расширить область применения 100-линзовых интерферометров, подразумевая возможность их использования в широком диапазоне энергий рентгеновского излучения, на

одном кремниевом кристалле были изготовлены пять 100-линзовых интерферометров с разным количеством N двояковогнутых элементов в составе их составных преломляющих линз. Формально они были рассчитаны на диапазон энергий от 10 до 50 кэВ с шагом 10 кэВ, при этом, фокусное расстояние интерферометров f для каждой энергии фиксировано, и составляет 40 мм, что обусловлено соответствующим количеством N двояковогнутых элементов. В таблице 3.2 приведены основные параметры пяти рассматриваемых интерферометров.

Номер интерферометра	Энергия <i>Е</i> , кэВ	Число линз N	Фокусное расстояние <i>f</i> , мм
1	10	3	43
2	20	13	40
3	30	29	40
4	40	52	40
5	50	81	40

Таблица 3.2. Основные оптические параметры 100-линзового интерферометра

Экспериментальное исследование оптических свойств 100-линзового интерферометра проводилось на исследовательской станции ID13В источника синхротронного излучения ESRF (Гренобль, Франция) при энергии излучения 12.4 кэВ. На данной станции рентгеновский источник формируется вакуумным ондулятором и имеет характерные размеры около 30 мкм по вертикали и 150 мкм по горизонтали. Для тестирования был использован третий интерферометр каждая составная преломляющая линза которого состояла из N = 29 двояковогнутых параболических элементов. Стоит отметить, что для выбранной энергии 12 кэВ теоретическое значение эффективной апертуры  $A_{eff}$  составных преломляющих линз интерферометра, составляющее около 6 мкм, сравнимо с их физической апертурой A, равной 10 мкм. Это, очевидно, минимизирует влияние возможных дифракционных эффектов, возникающих на краях эффективной апертуры линз интерферометра, на формирование интерференционной картины полос.

Экспериментальная схема исследования оптических свойств 100-линзового интерферометра представлена на рис. 3.5. Интерферометр был установлен на расстоянии  $z_0 = 96$  м от источника. Перед интерферометром на расстоянии 30 мм от него была установлена щель, ограничивающая его апертуру. В такой оптической системе 100-линзовый интерферометр фокусировал падающее на него рентгеновское излучение на расстоянии  $z_f$ , равном 6.9 мм, при этом расстояние между формируемыми фокусными пятнами составляло около 10 мкм. Интерференционные картины полос регистрировались на расстояниях, соответствующих различным изображениям Тальбота при помощи высокоразрешающего рентгеновского детектора Rigaku XSight Micron LC с пространственным разрешением около 1.3 мкм

(эффективный размер пикселя 0.55 мкм). Теоретическое расстояние Тальбота *Z<sub>T</sub>* при выбранной энергии излучения 12.4 кэВ составляло 2.04 м с учетом конечного расстояния между источником и интерферометром.



**Рис. 3.5.** Схема эксперимента по исследованию оптических свойств 100-линзового интерферометра.

На рис. 3.6 (а) показаны экспериментальные интерференционные картины (верхний ряд изображений), наблюдаемые на половине расстояния Тальбота 1/2 Z<sub>T</sub>, а также на двух расстояниях  $z_2 = 1/4 Z_T$  и  $z_3 = 1/6 Z_T$  соответствующих второму и третьему дробному изображению Тальбота. Как и следовало ожидать, периоды интерференционных полос, полученные на расстояниях z<sub>2</sub> и z<sub>3</sub>, в 2 и 3 раза меньше периода интерференционной картины, регистрируемой на половине расстояния Тальбота соответственно, что для наглядности показано пунктирными линиями. Наблюдаемое искажение распределения интенсивности полос в горизонтальном направлении связано с дифракцией рентгеновских лучей на краях входной щели, ограничивающих апертуру интерферометра. Интерференционные картины, полученные в результате компьютерного моделирования (нижний ряд изображений на рис. 3.6 (a)), выполненного с использованием параметров рассматриваемой оптической схемы, с учетом размера источника и щели шириной 20 мкм, ограничивающей горизонтальную апертуру интерферометра, качественно соответствуют экспериментальными изображениями. Профиль распределения интенсивности, взятый в вертикальном поперечном сечении интерференционной картины, полученной на половине расстояния Тальбота, показан на рис. 3.6 (б). Измеренный период интерференционных полос, равный 10.1±0.1 мкм, хорошо согласуется с теоретическим результатом.



**Рис. 3.6.** Экспериментальные результаты тестирования 100-линзового интерферометра. (а) Экспериментальные и смоделированные интерференционные картины, полученные на различных расстояниях Талбота, и (б) профиль распределения интенсивности, взятый в вертикальном поперечном сечении интерференционной картины, полученной на половине расстояния Тальбота.

Измеренная ширина полосы. равная 1.4±0.1 мкм, значительно превышает соответствующее расчетное значение, составляющее около 0.4 мкм, полученное в ходе компьютерного моделирования с учетом конечного размера источника 30 мкм. Столь сильное различие связано с пространственным разрешением используемого высокоразрешающего детектора Rigaku XSight Micron LC, которое составляло около 1.3 мкм. Однако, зная величину пространственного разрешения детектора, легко оценить истинную ширину полосы, которая составила 0.52 мкм. Это становится возможным благодаря тому, что измеренное значение является результатом свертки пространственного разрешения детектора и истиной ширины полосы. Очевидно, что погрешность такого измерения довольно велика, однако полученный результат позволяет грубо оценить эффективный размер источника рентгеновского излучения, который составил около 50 мкм. Стоит отметить, что более точное измерение размера источника можно провести в только в том случае, когда пространственное разрешение детектора будет сравнимо или меньше истиной ширины полосы.

# **3.2.** Метод фазово-чувствительной визуализации на основе двухлинзового интерферометра

Сегодня традиционные методы радиографии, томографии, и микроскопии [38, 87–89] находят широкое применение в материаловедении, биологии и медицине. Такие методы способны обнаружить изменения в поглощении рентгеновских лучей различными участками исследуемого объекта вследствие изменения его плотности, состава и толщины. Однако при исследовании объектов, состоящих из слабо-поглощающих материалов возможности этих методов существенно ограничены. Хотя рентгеновские лучи проникают глубоко в такие материалы, из-за малого градиента коэффициента поглощения контраст формируемых изображений может быть достаточно слабым. Современные источники синхротронного излучения с высокой пространственной когерентностью позволяют изучать такие объекты методами интерферометрии. В основе этих методов лежит использование интерферометров, формирующих интерференционное поле, чувствительное к фазовым искажениям прошедшей через образец волны.

Естественным способом получения такого интерференционного поля является экспериментальная модель двойной щели Юнга [10–13]. В этом подходе при прохождении через пару небольших отверстий падающий рентгеновский пучок разделяется на два когерентных пучка. За интерферометром оба пучка перекрываются, образуя устойчивую интерференционную картину. Однако концептуально трудно реализовать идеальный двухщелевой интерферометр для жесткого рентгеновского излучения. Так, его отверстия должны быть небольшого размера (~1 мкм), при этом они должны быть выполнены в достаточно толстом слое рентгенопоглощающего материала (~100 мкм), чтобы поглотить все фотоны, не проходящие через отверстия. Кроме того, такой интерферометр является неэффективным, так как использует лишь малую часть падающего на него рентгеновского излучения для создания интерференционной картины. Однако некоторые конструкции интерферометров, основанных на принципиальной схеме Юнга, позволяют частично сократить потери рентгеновского пучка [90–94].

Предложенный двухлинзовый интерферометр является одним из таких аналогов классического интерферометра Юнга. Как было отмечено в разделе 3.1, он представляет собой систему из двух параллельных рядов рентгеновских преломляющих линз, каждый из которых формирует два пучка, сфокусированных на некотором расстоянии. Распространяясь вдоль оптической оси интерферометра, два сформированных пучка расходятся и начинают интерферировать в области, где они перекрываются. Размеры двух получившихся фокусов могут достигать значений в несколько десятков нанометров (в десятки раз меньше апертуры

отверстий в классической схеме Юнга), при этом интенсивность рентгеновского излучения, сосредоточенная в них определяется апертурой каждой составной рентгеновской преломляющей линзы. Это позволяет рассматривать двухлинзовый интерферометр в качестве намного более эффективного аналога двухщелевого интерферометра Юнга, способного работать в диапазоне жесткого спектра рентгеновского излучения.

помощи Такой простой способ создания интерференционной картины при двухлинзового интерферометра открывает новые возможности для развития методов рентгеновской фазово-чувствительной визуализации. Например, как и в случае классической интерферометрии, можно легко поместить образец перед одной из составных преломляющих линз двухлинзового интерферометра. При этом образец приводит к некоторому фазовому сдвигу (задержке) волнового фронта проходящего через него пучка, что выражается в интерференционных полос. смешении формируемых интерферометром. Высокая чувствительность интерференционной картины к фазовым искажениям волнового фронта пучка, создаваемых образцом, позволяет извлекать исчерпывающую информацию о его структуре. Для восстановления фазового профиля образца необходимо лишь проанализировать сдвиги интерференционных полос, регистрируемых при сканировании образца в направлении, перпендикулярном оптической оси.

Напомним, что рассмотренный в параграфе 3.1.1 теоретический анализ оптических свойств двухлинзового интерферометра показал, что в параксиальном приближении в любой точке с поперечной координатой x в плоскости интерференционной картины, формируемой интерферометром на некотором расстоянии z от его фокусов, интенсивность излучения выражается следующим образом:

$$I(x,z) = 2I_0(x,z) \left[ 1 + \cos\left(\frac{2\pi d}{\lambda z} x + \Delta\varphi\right) \right], \qquad (3.13)$$

где  $\lambda$  – длина волны монохроматического излучения, d – расстояние между фокусными пятнами, формируемыми двухлинзовым интерферометром,  $I_0$  – интенсивность в точке (x, z), создаваемая каждой из двух волн, исходящих из фокусов, а  $\Delta \varphi$  – начальная разность фаз этих волн. Разница в начальной фазе двух волн  $\Delta \varphi$  оказывает значительное влияние на формируемую интерференционную картину. Как отмечалось ранее, эта разность фаз равна нулю для рассматриваемой оптической схемы. Однако если поместить образец перед апертурой одной из составных преломляющих линз двухлинзого интерферометра, то разность фаз  $\Delta \varphi$  принимает значение равное фазовой задержке волны, проходящей через образец. Это приводит к смещению интерференционных полос, формируемых интерферометром в вертикальном направлении на расстояние, равное:

$$\Delta x = \frac{\Delta \varphi}{2\pi} \Lambda \,. \tag{3.14}$$

Отслеживание смещения интерференционных полос в процессе сканирования образца двухлинзовым интерферометром позволяет восстановить абсолютные значения его фазового профиля. На практике пространственное разрешение реконструкции фазового профиля образца определяется шагом сканирования, при этом фазовое разрешение определяется расстоянием между полосами Λ (выражение (3.4)) И размером пикселя  $\Delta p$ используемого высокоразрешающего детектора. Поскольку расстояние соседними между полосами соответствует разности фаз  $\Delta \varphi$ , равной  $2\pi$  рад (согласно уравнению (3.14)), то соответствующее фазовое разрешение можно оценить как  $2\pi \Delta p / \Lambda$ .

Стоит отметить, что фазовая чувствительность метода зависит от эффективной апертуры составных преломляющих линз интерферометра. Из-за внутренней структуры образца начальная разность фаз  $\Delta \varphi$  изменяется в пределах эффективной апертуры, что приводит к апериодическому распределению полос в интерференционной картине. Более того, в некоторых случаях разные части образца оказывают коллективное влияние на сдвиг каждой полосы, что отражается в искажениях при восстановлении его фазового профиля. Становится очевидным, что предлагаемый метод визуализации более чувствителен к образцам, у которых характерные размеры внутренней структуры больше или сопоставимы с размером эффективной апертуры. Это было экспериментально продемонстрировано с использованием волокон разных размеров в качестве тестовых образцов.





Экспериментальная демонстрация метода фазово-чувствительной визуализации на основе двухлинзового интерферометра была выполнена на исследовательской станции ID06 источника синхротронного излучения ESRF (Гренобль, Франция) при энергии 12 кэВ. Оптическая схема эксперимента представлена на рис. 3.7. Двухлинзовый интерферометр,

каждый ряд линз которого состоял из N = 26 отдельных линз, был установлен на расстоянии 58 м от источника. Исследуемые образцы располагались перед интерферометром на расстоянии 27 мм. Интерференционные картины полос регистрировались при помощи рентгеновского детектора FReLoN с пространственным разрешением около 0.9 мкм (эффективный размер пикселя 0.28 мкм). Детектор был установлен на расстоянии 3.9 м от фокусов, сформированных интерферометром на расстоянии около 36 мм.

Для демонстрации возможностей метода фазово-чувствительной визуализации были выбраны следующие образцы: углеродное волокно диаметром 9 мкм, вольфрамовое волокно диаметром 4 мкм и борное волокно, представляющее собой коаксиальную структуру, состоящую из борной оболочки диаметром 100 мкм и находящегося внутри вольфрамового стержня диаметром 15 мкм. Следует отметить, что углеродное волокно является слабопоглощающим образцом, а вольфрамовое волокно способно сильно поглощать рентгеновское излучение. Слабо-поглощающее борное волокно с вольфрамовым стержнем, совмещает в себе свойства двух материалов, кроме того, его размер сопоставим с полной апертурой двухлинзового интерферометра.

Процесс сканирования образцов выполнялся следующим образом. Волокно, перпендикулярно оптической оси интерферометра, расположенное перемещалось В вертикальном направлении вдоль его апертуры, при этом на каждом шаге перемещения регистрировалась соответствующая интерференционная картина. В зависимости от образца шаг сканирования варьировался от 200 нм до 1 мкм, а область сканирования – от 20 до 100 мкм. Затем для каждого положения волокна были получены профили распределения интенсивности, взятые в поперечных сечениях соответствующих изображений интерференционных полос. Путем их объединения в единое изображение было сформировано экспериментальное изображение сканирования. На этом изображении представлены сдвиги интерференционных полос, наблюдаемые в процессе сканирования, которые являются результатом фазовых задержек волнового фронта пучка, вызванных образцом. Абсолютные значения фазовой задержки  $\Delta \phi$  измерялись по соответствующим значениям сдвига полос  $\Delta x$  (выражение (3.14)). Стоит отметить, что пространственное разрешение реконструированного фазового профиля образца определяется выбранным шагом сканирования, при этом фазовое разрешение предлагаемого метода визуализации составляет около 263 мрад (~ 0,08 драд) ЛЛЯ рассматриваемой экспериментальной схемы.

Сканирование углеродного волокна выполнялось с шагом 200 нм, при этом область сканирования составляла 20 мкм. Экспериментальное изображение сканирования углеродного волокна представлено на рис. 3.8 (а). Наблюдаемые сдвиги интерференционных полос, возникающие при перемещении образца, для наглядности показаны на изображении

пунктирной линией. Изображение сканирования, полученное в результате численного эксперимента, выполненного с учетом параметров рассматриваемой оптической схемы, показано на рис. 3.8 (б). Полученные экспериментальные и расчетные результаты хорошо согласуются друг с другом.



**Рис. 3.8.** Результат экспериментальной демонстрации фазово-чувствительного метода визуализации на основе двухлинзового интерферометра, представленный для исследования структуры углеродного волокна диаметром 9 мкм. (а) Экспериментальное и (б) смоделированное изображения сканирования (сдвиг полос отмечен пунктирной линией). (с) Восстановленный фазовый профиль углеродного волокна.

Анализ экспериментального изображения сканирования позволил восстановить фазовый профиль углеродного волокна, который показан на рис. 3.8 (в). Измеренное максимальное значение фазового сдвига составило  $0.46\pi$ , при этом диаметр волокна составил 9 мкм. Таким образом, сочетание обеих измеренных характеристик волокна соответствует теоретическому значению декремента показателя преломления углерода плотностью  $1.84 \text{ г/см}^3$ , равному  $2.65 \cdot 10^{-6}$  для энергии рентгеновского излучения 12 кэВ. Стоит отметить, что полученная форма фазового профиля углеродного волокна полностью совпадает с теоретической кривой, отмеченной пунктирной линией на рис. 3.8 (в) и описываемой следующим выражением:

$$\Delta \varphi = \frac{2\delta_0 (r_0^2 - r^2)^{1/2}}{\lambda} 2\pi, \text{ при } |r| \le r_0, \qquad (3.15)$$

где  $\delta_0$  – декремент показателя преломления материала волокна,  $r_0$  – радиус волокна, r – радиальная координата.

Превосходная чувствительность предложенного метода к фазовым задержкам волнового фронта пучка, прошедшего через углеродное волокно, связана, прежде всего, с его размерами, которые сопоставимы с эффективной апертурой составных преломляющих линз интерферометра. Однако точная фазовая реконструкция образцов меньшего размера может быть затруднительна, из-за ограничений чувствительности метода к резкому изменению фазы. Для демонстрации этого было исследовано вольфрамовое волокно с малым диаметром 4 мкм.

Сканирование вольфрамового волокна проводилось с теми же параметрами, что и при исследовании углеродного волокна, то есть с шагом сканирования 200 нм и областью сканирования 20 мкм. Экспериментальное и смоделированное изображение сканирования вольфрамового волокна показаны на рис. 3.9 (а) и (б) соответственно. Видно, что оба изображения качественно соответствуют друг другу. Однако результат реконструкции фазового профиля образца, представленный на рис. 3.9 (в), немного не согласуется с теоретической кривой, рассчитанной по формуле (3.15). Как уже упоминалось, разные части образца коллективно влияют на сдвиг каждой полосы. Этот эффект становится заметным при достаточно сильном изменении фазовой задержки волны, создаваемой образцом. Таким образом, значительные изменения разности фаз, вносимые небольшим вольфрамовым волокном, расположенным перед большей эффективной апертурой составной преломляющей линзы интерферометра, привели к наблюдаемому искажению фазового профиля образца. Несмотря на это, измеренный максимальный фазовый сдвиг  $1.58\pi$  и диаметр волокна, равный 4 мкм, позволили оценить декремент показателя преломления вольфрама, который совпал с теоретическим значением  $2\cdot 10^{-5}$  для энергии 12 кэВ.



**Рис. 3.9.** Результат экспериментальной демонстрации фазово-чувствительного метода визуализации на основе двухлинзового интерферометра, представленный для исследования структуры вольфрамового волокна диаметром 4 мкм. (а) Экспериментальное и (б) смоделированное изображения сканирования. (с) Восстановленный фазовый профиль вольфрамового волокна.

Выше были рассмотрены относительно небольшие волокна, размеры которых не превышают расстояния *d* между двумя составными преломляющими линзами интерферометра. Это позволило выполнить сканирование каждого образца в пучке, проходящем только через

одну составную преломляющую линзу, в то время как вторая линза обеспечивала опорный пучок. При этом наблюдаемый сдвиг интерференционных полос прямо соответствовал абсолютному значению фазовой задержки волнового фронта пучка, вносимой образцом. Следующие испытание проводилось с использованием борного волокна диаметром 100 мкм с вольфрамовым стержнем диаметром 15 мкм. В отличие от исследованных образцов, большое борное волокно может перекрывать сразу оба пучка. Тем не менее, по-прежнему можно восстановить абсолютные значения фазового профиля борного волокна, используя относительные сдвиги полос, полученные при его сканировании.



**Рис. 3.10.** Результат экспериментальной демонстрации фазово-чувствительного метода визуализации на основе двухлинзового интерферометра, представленный для исследования структуры борного волокна диаметром 100 мкм с вольфрамовым стержнем 15 мкм (а) Экспериментальное и (б) смоделированное изображения сканирования (сдвиг полос отмечен пунктирной линией). (с) Восстановленный фазовый профиль борного волокна.

Экспериментальное изображение сканирования борного волокна с вольфрамовым стержнем показано на рис. 3.10 (а). Сканирование образца было выполнено с шагом 1 мкм, в диапазоне сканирования  $\pm 100$  мкм относительно центра интерферометра. В диапазоне от -20 до  $\pm 20$  мкм на изображении сканирования смещение полос является совместным результатом фазовых задержек волнового фронта пучка, вызванных борным волокном, находящимся одновременно перед обеими составными преломляющими линзами. Следует отметить, что в этом случае смещения полос являются относительными, но, как и раньше, могут быть определены с помощью уравнения (3.15). Однако, принимая во внимание расстояние *d* между линзами интерферометра, можно восстановить абсолютные значения фазового профиля образца. Остальные области соответствуют сканированию образца пучком, проходящим только

через одну из составных преломляющих линз. Две темные области в положениях сканирования около –30 и +30 мкм в основном определяются вольфрамовым стержнем, формирующем фазовые задержки волнового фронта проходящего пучка в тот момент процесса сканирования, когда стержень находился напротив апертуры каждой составной преломляющей линзы интерферометра. Из-за сильного поглощения рентгеновских лучей вольфрамовым стержнем контраст полос внутри этих областей немного ниже, чем вне, однако интерференционные полосы все еще остаются видны.

Наблюдаемые сдвиги полос показаны пунктирной линией. Во время сканирования полосы сначала сдвигались в одном направлении более чем на пять периодов относительно полос, формируемых интерферометром без образца, а затем симметрично в другом направлении. Это связано с осевой симметрией исследуемого волокна. Таким образом, в когда вольфрамовый нулевом положении сканирования, стержень борного волокна располагался напротив центра полной апертуры интерферометра, смещения интерференционных полос не наблюдалось. Смоделированное изображение сканирования, показанное на рис. 3.10 (б), полностью соответствует наблюдаемому экспериментальному результату.

Реконструкция абсолютных значений фазового профиля борного волокна, выполненная с учетом его большого размера представлена на рис. 3.10 (в). Теоретическая кривая, рассчитанная для ожидаемой коаксиальной структуры образца, состоящего из вольфрамового стержня диаметром 15 мкм и борной оболочки диаметром 100 мкм, хорошо описывает экспериментальный результат реконструкции фазового профиля. Таким образом, измеренное максимальное значение фазового сдвига, равное  $11.04\pi$ , соответствует совместному вкладу в фазовую задержку бора толщиной 100 - 15 = 75 мкм с декрементом показателя преломления  $2 \cdot 10^{-5}$ . Стоит отметить, что для бора толщиной 100 мкм соответствующий фазовый сдвиг равен  $5.98\pi$ , что для наглядности отмечено на фазовом профиле образца.

Для корректного определения абсолютных значений фазового сдвига, формируемого образцом, необходимо выбрать такой шаг сканирования, при котором относительный сдвиг интерференционных полос на изображении сканирования не превышает половины их периода. В этом случае однозначно определяется направление и величина сдвига полос. Например, для борного волокна максимальный градиент фазы формируется около края его вольфрамового стержня. Согласно формуле (3.15) для исследования борного волокна в существующей экспериментальной схеме шаг сканирования должен быть более 100 нм. Таким образом, используемого в эксперименте пространственного разрешения равного 1 мкм недостаточно для непосредственного наблюдения скачка фазы на краю вольфрамового стержня. Теоретическая

величина сдвига полос в области 1 мкм от края вольфрамового стержня составляет около 2.5π рад или 1.25 периода полос (более половины периода), что приводит к некоторой неоднозначности определения фазы при восстановлении фазового профиля. Однако логический анализ сдвигов полос позволяет решить эту проблему.



Рис. 3.11. Нормированные по интенсивности изображения сканирования, полученные для борного волокна В области вольфрамового стержня. (а) Экспериментальное изображение сканирования, полученное с шагом сканирования 1 мкм. Максимумы интерференционных полос обозначены круглыми маркерами. Неопределенность в обнаружении фазового сдвига, формируемого борным волокном, заключается в выборе между ДВУМЯ возможными направлениями сдвига, отмеченные сплошной и пунктирной линиями. (б) Изображение сканирования, полученное в результате численного эксперимента с шагом сканирования 50 нм.

На рис. 3.11 (а) показано изображение сканирования борного волокна в области вольфрамового стержня, где максимальная и минимальная интенсивности полос, образующихся на каждом шаге сканирования, нормированы. Кроме того, полосы на изображении выделены пороговым методом сегментации изображений (Thresholding) [95], а пики полос обозначены круглыми маркерами. Внимательное рассмотрение изображения сканирования дает два способа определения сдвига полос, которые показаны сплошной и пунктирной линией. Зная структуру исследуемого образца, логично предположить, что градиент смещения полос в области края вольфрамового стержня должен изменяться монотонно. Сплошная линия имеет максимум производной в области нескольких шагов сканирования от края, а производная пунктирной линией, является истинным. Кроме того, в этом случае наблюдаемый сдвиг полосы на краю вольфрамового стержня составляет около  $2.6\pi$  рад (1.3 периода), что соответствует теоретическому ожиданию. Численное моделирование соответствующего изображения сканирования, выполненное с шагом 50 нм, также подтверждает правильность этого выбора (Рис. 3.11 (б)).



**Рис. 3.12.** Смоделированные изображения сканирования борного волокна, выполненные для 50 кэВ (а) и 12 кэВ (б). (в) Соответствующая реконструкция фазового профиля борного волокна.

Дополнительно, подтверждения применимости предложенного метода фазовочувствительной визуализации на основе двухлинзового интерферометра при более высоких энергиях рентгеновского излучения (> 30 кэВ), было выполнено сравнение результатов компьютерного моделирования для борного волокна с использованием параметров рассматриваемой оптической схемы, но при разных энергиях. На рис. 3.12 (а) и (б) представлены изображения сканирования борного волокна, полученные при энергии 50 и 12 кэВ, а на рис. 3.12 (в) соответствующие им реконструкции фазовых профилей образца. Видно, что максимальный фазовый сдвиг, формируемый борным волокном при 50 кэВ, составляет 2.76*π*, что в 4 раза меньше результата 11.04*π*, полученного при 12 кэВ. Стоит отметить, что сканирование образца при высокой энергии позволило напрямую восстановить фазовый профиль борного волокна без точного знания его структуры из-за уменьшенного максимального сдвига полосы 0.6 $\pi$  (меньше половины периода) приходящегося на шаг сканирования равный 1 мкм.



Рис. 3.13. Компьютерное моделирование процесса двумерного сканирования и реконструкции распределения фазового сдвига для кремниевого шарика диаметром 30 мкм, имеющего сферическую полость диаметром 8 мкм, смещенную относительно центра образца. Численно смоделированные изображения сканирования, полученные при сканированиях Б. А И соответствующих положениям центра полости (а) и шара (б), соответственно. (в) Реконструкция двумерного фазового распределения образца.

Подчеркнем, что предлагаемый подход не ограничивается только исследованием одномерных объектов, но и позволяет изучать двумерные образцы, используя дополнительное поперечное сканирование образца интерферометром. Чтобы продемонстрировать эту возможность, было проведен численный эксперимент по исследованию кремниевой сферы диаметром 30 мкм, имеющей сферическую полость диаметром 8 мкм, расположенную вне центра образца. Параметры смоделированной оптической схемы полностью совпадают с условиями эксперимента, рассмотренными в настоящем разделе. Выбранный шаг сканирования в обоих направлениях вдоль и поперек двухлинзового интерферометра равен 200 нм. Численно смоделированные изображения сканирования, полученные в различных положениях образца, которые соответствуют горизонтальным положениям центров полости и шарика, показаны на рис. 3.13 (а) и (б) соответственно. Анализ изображений сканирования позволяет восстановить двумерное распределение фазового сдвига, формируемого образцом (рис. 3.13 (в)). Результат численных расчетов демонстрирует расширенные возможности предложенного фазово-

чувствительного метода визуализации. Кроме того, не исключена возможность томографического исследования фазовых образцов.

Следует отметить, что возможность прямого наблюдения абсолютных значений фазового сдвига волнового фронта пучка вызванного образцом является главным преимуществом рассмотренного подхода фазово-чувствительной визуализации с использованием двухлинзового интерферометра среди других фазово-контрастных методов, способных обнаружить только лишь пространственный градиент фазовых сдвигов [96–99]. Кроме того, отслеживая изменение формы, огибающей интерференционные полосы, и их видность во время сканирования образца, можно получить соответствующие профили поглощения и рассеяния. В результате этих преимуществ предлагаемый подход позволяет проводить точные исследования структуры биомедицинских и органических образцов без использования каких-либо дополнительных методов их подготовки.

## 3.3. Расширитель рентгеновского пучка на основе многолинзового интерферометра

Предварительная подготовка и формирование пучка позволяет полноценно реализовать возможности современных рентгеновских методов исследования, к которым относятся, например, методы Фурье оптики, малоуглового рассеяния, дифракции, фазово-контрастной микроскопии или интерферометрии [15, 100–103], создавая необходимые условия для их эффективного использования. При этом обеспечение возможности регулирования поперечного размера пучка, а также управления плотностью потока фотонов, является одной из наиболее востребованных задач подготовки и формирования пучка.

Так, например, широкие пучки позволяют наблюдать крупные объекты, исследуемые методами фазово-контрастной визуализации и проекционной рентгенографии. Они применимы в методах спектроскопии и микроскопии, позволяя получить информацию об объекте, без процесса его сканирования, а возможность управления плотностью потока фотонов дает возможность проводить исследования объектов чувствительных к радиационным нагрузкам, например, различных полимеров или биологических образцов. Кроме того, немаловажным является возможность сохранения когерентных свойств формируемого пучка, а также эффективность его преобразования.

В рентгеновском диапазоне, широкий пучок может быть сформирован при помощи различных пористых материалов или полидисперсных структур [104]. Рентгеновское излучение, проходя через такие материалы, практически не поглощается, при этом

рассеивается, формируя расходящийся пучок. Углы рассеяния рентгеновских лучей определяются, в основном, размерами частиц или пор, формирующих внутреннюю структуру материала. Часто они имеют достаточно крупные размеры (от 0.1 до 100 мкм), из-за чего сформированный расходящийся пучок обладает сравнительно малым угловым размером до нескольких десятков микрорадиан. Кроме того, такие структуры значительно снижают степень пространственной когерентности преобразуемого излучения, а в некоторых случаях и вовсе формируют полностью некогерентный пучок.

Расширяющийся пучок с большим угловым размером может быть сформирован при помощи различных элементов фокусирующей оптики. К ним относятся фокусирующие зеркала, дифракционные элементы (зонные пластинки), а также рентгеновские преломляющие параболические линзы [4, 105]. Фокусирующая оптика формирует расходящийся пучок за фокусом, при этом сохраняя когерентные свойства исходного, преобразуемого пучка. Однако рассматриваемые виды фокусирующей оптики имеют некоторые недостатки. Так, например дифракционная оптика и фокусирующие зеркала, сложны в изготовлении, нуждаются в точной настройке, что значительно усложняет оптическую схему, при этом они не могут работать при высоких энергиях (более 20 кэВ) рентгеновского излучения.

Преломляющие параболические линзы способны работать в жестком рентгеновском диапазоне энергий, однако угловой размер формируемого пучка зависит от их эффективной апертуры, размер которой связан с поглощением рентгеновского излучения в материале линз. Так, например, для короткофокусных кремниевых линз угловой размер формируемого ими пучка может достигать 2 мрад, однако при этом апертура такой линзы будет составлять всего лишь несколько микрометров.

Для большинства приложений требующих расширенных пучков эффективная апертура одной составной линзы оказывается слишком мала, что выражается в значительной потере интенсивности проходящего пучка. Это происходит из-за того, что размер падающего пучка обычно превышает эффективную апертуру линзы, то есть, лишь часть падающего пучка, попадающего в апертуру линзы, преобразуется в расширяющийся пучок. Использование нескольких составных преломляющих линз расположенных параллельно друг другу позволяет полностью решить эту проблему, существенно повысив интенсивность проходящего пучка, увеличивая при этом эффективность его преобразования. Предложенный в настоящей главе 100-линзовый интерферометр может быть использован для эффективного формирования расширенного рентгеновского пучка, с возможностью управления его угловым размером, а также плотностью потока фотонов. Интерферометр способно работать в широком диапазоне энергий рентгеновского излучения (от 2 до 200 кэВ), что делает его гибким и универсальным

инструментом подготовки и формирования пучка для современных методов рентгеновских исследований.



**Рис. 3.14.** Экспериментальная оптическая схема метода формирования расширенного пучка на основе 100-линзового интерферометра.

Испытание метода формирования расширенного пучка на основе 100-линзового интерферометра проводилось на исследовательской станции ID13В источника синхротронного излучения ESRF (Гренобль, Франция). Экспериментальная схема рассматриваемого метода формирования расширенного пучка представлена на рис. 3.14. Интерферометр, используемый в качестве расширителя пучка, был установлен на расстоянии z<sub>0</sub> равном 96 м от источника излучения. Энергия рентгеновского излучения составляла 12.4 кэВ, при этом вертикальный размер источника был равен 30 мкм. Таким образом, длина пространственной когерентности составила около 320 мкм, что позволило когерентно освещать 32 ряда составных преломляющих линз интерферометра, входящих в состав устройства. Непосредственно перед расширителем пучка на расстоянии 30 мм от него была установлена двухкоординатная щель, ограничивающая апертуру падающего на него пучка. Используемый для расширения пучка 100линзовый интерферометр содержал N = 29 двояковогнутых элементов в каждой составной преломляющей линзе интерферометра. Интерференционная картина записывалась на рентгеновской высокоразрешающий детектор Rigaku XSight Micron LC с пространственным разрешением около 3.5 мкм (размер пикселя 2.11 мкм).

Изображения расширенного пучка были получены на расстоянии 3.9 метра от 100линзового интерферометра, при различных размерах вертикальной щели (от 0.1 до 1 мм), ограничивающей входную апертуру интерферометра. На рис. 3.15 (а) представлено изображение расширенного пучка, сформированного интерферометром при использовании вертикальной щели размером 0.5 мм, а также изображение прямого пучка, прошедшего через апертурную щель. Для измерения эффективности преобразования T было вычислено отношение интегральных интенсивностей, зарегистрированных на детекторе, соответствующих расширенному и прямому пучку, которое составило  $62\pm9\%$ . Полученный результат соответствует расчетному теоретическому значению 58% (выражение (3.12)).





Профили распределения интенсивности, взятые в вертикальном поперечном сечении изображений расширенного пучка при различных размерах вертикальной щели. ограничивающей апертуру интерферометра, равных 0.2, 0.5 и 1 мм представлены на рис. 3.15 (б). Видно, что интенсивность расширенного пучка прямо пропорциональна размеру ограничивающей его щели, что полностью соответствует теоретическим представлениям. При этом измеренный вертикальный размер преобразованных пучков одинаков, и составляет 2.9±0.2 мм (FWHM), что соответствует угловому размеру расширенного пучка равному 740±40 мкрад. Полученный результат согласуется с теоретическим значением 730 мкрад. Таким образом, путем изменения размера щели становится возможным управлять плотностью потока фотонного пучка при неизменном его размере.

Стоит отметить, что на изображениях расширенного пучка наблюдается тонкая интерференционная структура, обусловленная высокой степенью пространственной когерентности пучка исходного рентгеновского излучения. Для наглядности на рис. 3.15 (в) представлено изображение фрагмента расширенного пучка, полученное с использованием щели с вертикальным размером равным 0.5 мм, демонстрирующее характер наблюдаемых возмущений. При использовании декогирера, представляющего собой хорошо рассеивающий пористый материал, расположенного перед интерферометром, тонкая интерференционная структура преобразованного пучка будет отсутствовать на любом расстоянии в области перекрытия расширяющихся пучков, сформированных составными преломляющими линзами Это обусловлено резким интерферометра. уменьшением степени пространственной когерентности излучения, при прохождении через пористую структуру декогирера. При этом сформированный расширенный пучок будет имеет гауссово распределение интенсивности, описываемое выражением (3.11).

Для экспериментальной демонстрации этого эффекта перед интерферометром был расположен декогирер [104], представляющий собой пластину толщиной 10 мм, выполненную из полидисперсного пористого бериллия с величиной пор от 0.1 мкм до 50 мкм (со средней величиной пор около 1 мкм), испытывающую линейные колебания с частотой 10 кГц в направлении поперечном оси рассматриваемой оптической системы (рис. 3.14). В качестве пучка был выбран второй 100-линзовый интерферометр, содержащий расширителя 13 двояковогнутых элементов в каждой его составной преломляющей линзе. Это позволило наблюдать большую часть сформированного расширенного пучка на детекторе без его сканирования. Для регистрации преобразованного пучка был использован высокоразрешающий детектор Rigaku XSight Micron LC, оснащенный оптическим объективом с флуоресцентным экраном, обеспечивающим пространственное разрешение около 1.3 мкм (размер пикселя 0.55 мкм). Вертикальный размер щели, ограничивающей апертуру интерферометра, составлял 200 мкм.

Без использования декогирера изображение расширенного пучка, представляющее собой периодическую картину интерференционных полос. наблюдалась на расстоянии, соответствующем половине расстояния Тальбота  $1/2 Z_T$ , равном 1 м. Наблюдаемая интерференционная картина и профиль распределения интенсивности взятый в ее вертикальном поперечном сечении, показаны на рис. 3.16 (а) и (в), соответственно. Измеренная ширина интерференционных полос составила около 1.4±0.1 мкм. Однако полученное значение является результатом свертки пространственного разрешения детектора и истиной ширины полосы, теоретическая оценка которой составляет 0.5 мкм. Период интерференционных полос  $\Lambda$  составил 10±0.1 мкм, что полностью совпадает с теоретически рассчитанным значением.



**Рис. 3.16.** (а) Интерференционная картина, формируемая расширителем пучка на половине расстояния Тальбота без использования декогирера. (б) Изображение расширенного пучка, сформированного интерферометром с применением декогирера. Профили распределения интенсивности пучка, взятые в его вертикальном поперечном сечении – (в) без декогирера и (г) с декогирером.

При использовании декогирера в составе расширителя пучка интерференционные полосы полностью исчезают, а распределение интенсивности расширенного пучка становится очевидно свидетельствует об отсутствии когерентных однородным, что свойств преобразованного пучка. Наблюдаемый расширенный пучок, полученный при использовании декогирера и профиль распределения интенсивности в его вертикальном поперечном сечении, показаны на рис. 3.16 (б) и (г), соответственно. Рассеяние рентгеновского излучения на пористой структуре декогирера, за счет которого формируется некогерентное излучение, приводит к расширению пучка как в вертикальном, так и в горизонтальном направлении. Этот эффект выражается в формировании гало на изображении расширенного пучка, при этом основное рассеяние излучения происходит внутри угла, не превышающего 50 мкрад (оценка произведена в горизонтальном направлении, в котором расширение пучка происходит только за счет рассеяния на декогирере). В вертикальном направлении расширение происходит в основном за счет формирования расходящегося пучка преломляющими линзами интерферометра. Экспериментальная оценка соответствующего углового размера пучка составила 500±50 мкрад, что соответствует теоретическому значению 530 мкрад.

Стоит отметить, что в центре сформированного пучка теоретическое распределение интенсивности в его поперечном сечении несколько отличается от экспериментального

(рис. 3.16 (г)). Это связано с влиянием третьей гармоники ондуляторного излучения, прошедшего через щель размером 200 мкм, используемой для ограничения апертуры интерферометра.

#### 3.4. Интерферометрический подход к визуализации тонких пленок

В этом разделе представлен новый интерферометрический подход к визуализации тонких пленок толщиной несколько нанометров, нанесенных на поверхность мембраны, где в качестве диагностического инструмента выступает интерференционное поле, формируемое при отражении от ее поверхностей пучка, сфокусированного составной преломляющей линзой. Рассматриваемый подход обладает превосходной чувствительностью к слабым изменениям толщины пленки, а также высоким пространственным разрешением.

В рамках теории классической волновой оптики плоские электромагнитные волны, включая излучение видимого диапазона длин волн, падающие на идеальную плоскую поверхность границы раздела двух прозрачных сред, как правило, частично отражаются и частично проходят внутрь второй среды в виде преломленных волн. Связь между амплитудами падающей, отраженной и преломленной (прошедшей) волн описывается уравнениями Френеля, при этом направление преломленных волн в материале с показателем преломления *n* определяется законом Снеллиуса [106].

В рентгеновской области спектра излучения комплексный показатель преломления *n* немного меньше единицы и может быть выражен как  $n = 1 - \delta + i\beta$ , где  $\delta$  и  $\beta$  - декремент показателя преломления и показатель поглощения, соответственно. Это означает, что рентгеновские лучи, падающие на плоскую поверхность, могут полностью от нее отражаться с коэффициентом отражения  $R_I = 1$ , при этом наблюдение полного внешнего отражения возможно только при условии, что угол падения  $\theta$  (определяемый как угол между падающим лучом и поверхностью) будет меньше критического угла  $\theta_c$ . Поскольку типичный декремент показателя преломления рентгенооптических материалов  $\delta$  составляет  $10^{-5} - 10^{-6}$ , что намного меньше единицы, критический угол чрезвычайно мал (порядка нескольких миллирадиан) и может быть оценен используя закон Снеллиуса как  $\theta_c \approx (2\delta)^{1/2}$ , где  $\theta_c$  выражается в радианах. Это заключение справедливо для отражения от границы раздела двух сред, в том числе между воздухом с показателем преломления  $n = 1 - \delta$ . Выше критического угла  $\theta_c$  коэффициент отражения  $R_I$  очень быстро уменьшается пропорционально  $\theta^{-4}$ , что может быть получено из уравнений Френеля с использованием приближения малых углов.

Классический метод рентгеновской рефлектометрии основан на измерениях интенсивности рентгеновского излучения, отраженного от тонкослойных структур, в зависимости от угла падения рентгеновских лучей. Так, например, результат интерференции рентгеновских лучей отраженных от верхней и нижней поверхностей тонкой пленки постоянной толщины, выраженный в колебании интенсивности регистрируемого излучения, с изменением угла их падения, предоставляет информацию о толщине, шероховатости и плотности пленки. Из оптики видимого света известно, что такая рефлекто-интерферограмма может быть получена без углового сканирования тонкой пленки в случае ее освещения сходящимся пучком монохроматического света. В рентгеновском диапазоне длин волн это также становится возможным при использовании составной преломляющей линзы для фокусировки излучения на поверхности образца, поскольку формируемый ей сходящийся рентгеновский пучок, обеспечивает достаточный диапазон углов падения лучей для наблюдения репрезентативной части рефлекто-интерферограммы.

Рассмотрим тонкую пленку постоянной толщины d, находящуюся в воздушной среде и освещаемую сходящимся пучком монохроматического рентгеновского излучения, формируемого фокусирующей составной преломляющей линзой. При углах падения, превышающих критический угол  $\theta_c$ , из-за проникновения рентгеновских лучей внутрь пленки отражения возникают как от верхней, так и от нижней ее поверхности. Стоит отметить, что вкладом многократного отражения внутри пленки можно пренебречь при углах падения выше нескольких критических углов. В результате тонкая пленка формирует два расходящихся рентгеновских пучка, отраженных от обеих поверхностей, которые интерферируют в области, перекрываются. Результатом интерференции является формируемое где они интерференционное поле, распределение интенсивности в котором зависит от угла и определяется соответствующими вкладами отраженных лучей в интерференцию в каждой точке области наблюдения.

Интерференция в любой точке характеризуется разностью фаз только двух волн, отраженных от верхней и нижней поверхностей, и приходящих в эту точку. С учетом фазового сдвига на  $\pi$ , возникающего при отражении от оптически более плотной воздушной среды на нижней поверхности пленки, величина разности фаз  $\varphi$  в нулевом приближении определяется выражением:

$$\varphi(\theta) \approx \frac{4\pi d}{\lambda} \sqrt{\theta^2 - \theta_c^2} - \pi \,, \tag{3.16}$$

где  $\theta > \theta_c$  – угол падения луча, отраженного от верхней поверхности, а  $\lambda$  – длина волны рентгеновского излучения. Это выражение верно для отражения от тонкой пленки, удовлетворяющего условию  $2d/\theta_c \ll L$ , где L – расстояние от пленки до точки наблюдения.

Левая часть условия есть не что иное, как максимальный продольной размер области пленки, освещенной сфокусированным пучком. На практике это условие всегда выполняется, поскольку интерференция наблюдается на расстояниях в несколько десятков сантиметров, а типичный размер освещаемой области составляет несколько десятков микрометров.

Таким образом, при освещении тонкой пленки сфокусированным рентгеновским пучком формируется интерференционное поле, полностью описываемое в контексте классического подхода, в котором рассматривается отражение коллимированного пучка. В тако случае, условие конструктивной интерференции  $\varphi = 2m\pi$  может быть выражено следующим образом:

$$\frac{1}{2}(2m+1)\lambda = 2d\sqrt{\theta_m^2 - \theta_c^2}, \qquad (3.17)$$

где m – неотрицательное целое число, а  $\theta_m$  – угол, под которым наблюдается m-й интерференционный максимум. Следует отметить, что представленное распределение полос зависит от толщины пленки d, которую можно легко определить, рассмотрев два соседних интерференционных максимума:

$$\frac{\lambda}{2d} = \sqrt{\theta_{m+1}^2 - \theta_c^2} - \sqrt{\theta_m^2 - \theta_c^2} . \qquad (3.18)$$

Используя эту формулу, наибольшее угловое расстояние  $\Delta \theta = \theta_{m+1} - \theta_m$  между двумя соседними интерференционными максимумами, наблюдаемыми под большими углами  $\theta_m \gg \theta_c$ , можно выразить как  $\Delta \theta \sim \lambda / 2d$ . Полученная формула позволяет оценить минимальную и максимальную толщину пленки, при помощи которой можно сформировать рассматриваемую интерференционную картину полос.

Как уже упоминалось, сфокусированный рентгеновский пучок позволяет наблюдать часть рефлекто-интерферограммы без процедуры ее сканирования. Диапазон углов падения определяется угловым размером сфокусированного пучка, который можно оценить как  $\alpha = A_{eff}/f$ , где  $A_{eff}$  и f – эффективная апертура и фокусное расстояние составной преломляющей линзы, соответственно. Из этого следует, что минимальное количество полос, наблюдаемых на рефлекто-интерферограмме, можно выразить как  $\alpha / \Delta \theta$ . Очевидно, что минимальная толщина пленки, формирующей интерференционную картину полос, определяется из условия равенства этого отношения числу полос необходимому для наблюдения. Учитывая, что типичный угловой размер пучка, сфокусированного составной преломляющей линзой, может составлять несколько милирадиан, для наблюдения нескольких интерференционных полос достаточно использовать пленку толщиной в несколько сотен нанометров. Что касается максимальной толщины пленки, формирующей интерференционную картину полос, то она ограничена только поглощением рентгеновских лучей в ee материале. Ha практике формирование

интерференционной картины возможно, например от мембраны, выпаленной из нитрида кремния Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, толщина которой не превышает нескольких микрометров.





В качестве примера рассмотрим мембрану, выполненную из нитрида кремния Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> толщиной 1000 нм, находящуюся в воздушной среде и освещенную сходящимся пучком монохроматического рентгеновского излучения (E = 12 кэВ,  $\lambda = 1.033$  Å), формируемого линейной (одномерной) фокусирующей составной преломляющей линзой состоящей из 36 бериллиевых двояковогнутых линз с радиусом кривизны R = 200 мкм. Принципиальная схема рассматриваемой оптической системы представлена на рис. 3.17. При энергии падающего рентгеновского излучения E = 12 кэВ, рассматриваемая составная фокусирующая линза формирует фокусное пятно на расстоянии f = 1.2 м, при этом, ее эффективная апертура составляет  $A_{eff} = 630$  мкм. Таким образом, угловой размер пучка, формируемый составной преломляющей линзой, составляет  $\alpha = 520$  мкрад. При заданной энергии критический угол, при котором происходит полное внешнее отражение от мембраны составляет  $\theta_c = 3.16$  мрад, при этом наибольшее угловое расстояние между двумя соседними интерференционными полосами, наблюдаемыми под углами много большими чем критический угол, составляет  $\Delta \theta = 52$  мкрад. Таким образом, рассматриваемая оптическая система позволяет формировать рефлекто-интерфереграмму, состоящею не менее чем из 10 интерференционных максимумов.

Полученные оценки полностью подтверждаются результатом компьютерного моделирования, выполненного в соответствии с параметрами рассматриваемой оптической системы при использовании программы LEPTOS 7, а также представленного в настоящей работе подхода компьютерного моделирования процессов распространения рентгеновского излучения, рассеянного на элементах преломляющей оптики. На рис. 3.18 представлено изображение рефлекто-интерферограммы смоделированное при угле наклона мембраны  $\theta = 8.7$  мрад, относительно оптической оси составной преломляющей линзы. Для лучшего

представления, смоделированное изображение рефлекто-интерферограммы представлено в логарифмической шкале интенсивности. Измеренное расстояния  $\Delta \theta = 48$  мкрад между соседними интерференционными максимумами хорошо согласуется с соответствующим результатом аналитических оценок, полученных при помощи выражения (3.18).



**Рис. 3.18.** Изображение рефлекто-интерферограммы смоделированное при угле наклона мембраны  $\theta = 8.7$  мрад, относительно оптической оси составной преломляющей линзы.

Стоит отметить, что предложенный способ формирования устойчивой интерференционной картины полос может быть использован в качестве диагностического инструмента для исследования тонкой пленки толщиной в несколько десятков нанометров нанесенной на нижнюю поверхность мембраны. Влияние нанесенного слоя на интерференционную картину выражается в виде сильной модуляции ее интенсивности в зависимости от угла наклона мембраны относительно оптической оси линзы. Путем сканирования рефлекто-интерферограммы по углу можно наблюдать усиления и затухания интенсивности интерференционных полос, угловое положение которых строго определяется толщиной нанесенного слоя. Забегая вперед, следует отметить, что экспериментальная демонстрация рассматриваемого подхода уже была выполнена на примере мембраны Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> толщиной 1000 нм с напыленной на нее узкой полосой золота шириной 250 мкм и толщиной 8.3 нм [107]. Было показано, что из-за особенностей процесса напыления толщина слоя золота постепенно уменьшалась по направлению к краям полосы. Результат соответствующего компьютерного моделирования представленного эксперимента будет рассмотрен далее.

Рассмотрим тонкий слой золота толщиной 8.3 нм нанесенный на мембрану в виде узкой полосы шириной 250 мкм. Для демонстрации пространственного разрешения интерферометрического подхода, а также его чувствительности к изменениям толщины слоя, зададим его поперечное сечение таким образом чтобы высота профиля слоя (толщина) постепенно уменьшалась по направлению к краям золотой полосы. Такая модель слоя золота,

была получена при помощи свертки его прямоугольного поперечного сечения шириной размером 250 мкм и высотой 8.3 мкм с функцией Гаусса с шириной равной 150 мкм (FWHM). На рис. 3.19 (а) представлен схематический чертеж рассматриваемого образца.



Рис. 3.19. (а) Схематический чертеж мембраны толщиной 1000 нм с нанесенной на нее полоской золота шириной 250 мкм и толщиной 8.3 нм (вид сверху и вид сбоку). Смоделированные изображения рефлекто-интерферограмм (б) полученные при углах наклона мембраны 7.0, 8.7 И 10.5 мрад. (в) Смоделированное изображение рефлекто-интерферограммы полученное в широком диапазоне углов.

На рис. 3.19 (б) приведены изображения рефлекто-интерферограмм полученные в результате численного эксперимента выполненного при углах наклона мембраны 7.0, 8.7 и 10.5 мрад. На каждой из представленных интерференционных картин одновременно наблюдаются отражения от границ раздела мембрана/воздух и мембрана/золото/воздух. Отражение от золотой полосы находится в центральной части интерферограммы, а отражения от мембраны – в ее левой и правой частях. Период интерференционных полос полностью соответствует аналитическим расчетам, выполненным для мембраны Si3N4 толщиной 1000 нм. При этом наблюдаемая модуляция средней интенсивности за один период полос и их относительные сдвиги в вертикальном направлении определяются отражением от слоя золота.

Распределение средней интенсивности полос за один период, взятый в горизонтальном сечении каждой интерферограммы отмечен белой линией. Например, увеличение интенсивности, вызванное слоем золота, а также сдвиг интерференционных полос наблюдаются на нижнем изображении, полученном при угле наклона 7.0 мрад. Следует отметить, что небольшой изгиб интерференционных полос у краев золотой полосы определяется изменением ее толщины на этих участках.

Влияние изменения толшины слоя золота краев золотой полосы У на интерференционную картину особенно заметно на среднем изображении, когда угол наклона мембраны составляет 8.7 мрад, помимо изгиба полос, наблюдается значительное увеличение интенсивности по краям золотой полосы в то время как интерференционные полосы, создаваемые центральной частью золотой полосы, имеют минимальную интенсивность, сравнимую с интенсивностью полос формируемых мембраной. Этот результат позволяет оценить толщину слоя золота в ее центральной части равным примерно 8 нм, что совпадает с толщиной, слоя заданной при моделировании. Кроме того, характерный изгиб полос и их высокая яркость по краям золотой полосы свидетельствуют о плавном уменьшении толщины слоя.

Дальнейшее увеличение угла наклона мембраны снова приводит к увеличению интенсивности интерференционных полос, создаваемых центральной частью золотой полосы. Что касается полос на более тонких краях слоя золота, то они имеют сравнимую интенсивность, однако по краям появляются две узкие темные области. Наличие участков с такой низкой интенсивностью полос при заданном угле наклона мембраны точно указывает на соответствующую толщину слоя. Например, этот эффект можно увидеть на верхнем изображении, где угол наклона мембраны составляет 10.5 мрад. В этом случае полосы с меньшей интенсивностью соответствуют толщине слоя золота 6 нм на рассматриваемых участках.

На 3.19 (в) для наглядности показан фрагмент интерферограммы, рассчитанный с учетом линейной составной преломляющей линзы, формирующей сфокусированный пучок со значительно большим угловым размером. Расширенный диапазон углов дает более информативное представление о наблюдаемых преобразованиях интерференционных полос. Стоит также отметить, что на практике пространственное разрешение рассматриваемого подхода в горизонтальном направлении полностью определяется пространственным разрешением детектора, используемого для наблюдения рефлекто-интерферограмм.

### 3.5. Заключение к главе 3

В настоящей главе предложены методы формирования периодической пространственной структуры пучка при помощи элементов преломляющей оптики. В качестве такой оптики были подробно рассмотрены оптические свойства двухлинзового и 100-линзового интерферометров, представляющих собой систему планарных линз, выполненных в виде структуры на пластине монокристаллического кремния при помощи технологий электронно-лучевой литографии и глубокого анизотропного плазменного травления.

Двухлинзовый интерферометр представляет собой систему из двух параллельных рядов преломляющих каждый рентгеновских линз, ИЗ которых формирует два пучка сфокусированных на некотором расстоянии. Распространяясь вдоль оптической оси, пучки расходятся и начинают интерферировать в области, где они перекрываются, формируя периодическую интерференционную картину, с периодом от сотен нанометров до нескольких десятков микрометров, в зависимости от расстояния до плоскости наблюдения. Размер фокусных пятен ограничен дифракционным пределом, а высокая интенсивность рентгеновского излучения, сосредоточенная в них, полностью определяется апертурой каждой составной преломляющей линзы интерферометра. Это позволяет рассматривать двухлинзовый интерферометр в качестве намного более эффективного аналога классического двухщелевого интерферометра Юнга [10], при этом способного работать даже в жестком диапазоне энергий рентгеновского спектра.

Что касается рентгеновского интерферометра, состоящего из ста рядов составных преломляющих линз, его оптические свойства могут быть описаны с использованием изображений Тальбота [108, 109], В рамках формализма которого периодическая пространственная структура пучка формируется лишь на определенных расстояниях. В этом ключе, рассматриваемый интерферометр очень похож на решеточный интерферометр Тальбота [15], однако является более гибким и эффективным формирователем периодических интерференционных картин. Такой интерферометр способен работать в широком диапазоне энергий жесткого рентгеновского излучения, при котором решеточный интерферометр становится слабо-поглощающим и теряет свою эффективность. Кроме того, размер фокусных пятен создаваемых каждым рядом линз, может быть в десятки раз меньше размера щелей решеточного интерферометра, при этом числовая апертура пучков, расходящихся из фокусов, может значительно превышать углы дифракции рентгеновских лучей на щелях решеточного интерферометра.

Оптические свойства рассматриваемых интерферометров были экспериментально изучены на источнике синхротронного излучения ESRF (Гренобль, Франция). Результаты

анализа структуры наблюдаемых интерференционных картин полностью соответствуют теоретическим исследованиям, представленным в данной главе. Установлено что ширина интерференционных полос, полученных при помощи 100-линзового интерферометра, а также контраст наблюдаемых полос сформированных двухлинзовым интерферометром, главным образом определяются размером источника, что позволяет рассматривать эти устройства в качестве чувствительного инструмента для диагностики когерентных свойств рентгеновского пучка.

Высокая эффективность оптических преобразований, выполняемых представленными формирователями пучка, позволяет полноценно реализовать возможности современных интерференционных методов исследования. В работе предложен новый метод фазовочувствительной визуализации на основе двухлинзового интерферометра, позволяющий измерять абсолютные значения фазового сдвига волны, создаваемого образцом. Возможности предложенного подхода были экспериментально исследованы на исследовательской станции ID06 источника синхротронного излучения ESRF (Гренобль, Франция) на примере волокон из различных слабо-поглощающих материалов.

Сканирование относительно небольших волокон, размеры которых не превышают расстояния между ДВУМЯ составными преломляющими линзами интерферометра, осуществлялось в пучке, проходящем только через одну составную преломляющую линзу интерферометра, в то время как вторая линза формировала опорный пучок. При этом наблюдаемый сдвиг интерференционных полос прямо соответствовал абсолютному значению фазовой задержки волнового фронта пучка, формируемой образцом. Для углеродного волокна диаметром 9 мкм, сравнимым с эффективной апертурой составных преломляющих линз интерферометра, продемонстрирована отличная чувствительность предложенного метода к фазовым изменениям волнового фронта пучка. Для борного волокна диаметром 100 мкм с вольфрамовым стержнем диаметром 15 мкм, которое перекрывало обе составные преломляющие линзы интерферометра, также удалось восстановить абсолютные значения его фазового профиля по относительным сдвигам интерференционных полос.

Также было показано, что для вольфрамового волокна диаметром 4 мкм, что меньше эффективной апертуры составных преломляющих линз интерферометра, в его восстановленном фазовом профиле наблюдались некоторые искажения. Это связано с апериодическим распределением полос в интерференционной картине, вызванным изменением внутренней структуры образца в пределах эффективной апертуры, а также с тем, что разные части образца коллективно влияют на сдвиг каждой полосы. Тем не менее, последним можно пренебречь, если расстояния от интерферометра до образца и от интерферометра до детектора связаны формулой тонкой линзы. В этом случае одна из составных преломляющих линз интерферометра создает увеличенное изображение образца, а вторая создает опорный пучок для интерференции. В результате сдвиги полос интерференционной картины, создаваемые различными частями образца, локализуются в областях, соответствующих их изображению. Это позволяет восстанавливать фазовый профиль образца без его сканирования, используя только одну интерференционную картину. Теоретический минимальный размер образца, фаза которого может быть обнаружена с помощью предлагаемого подхода, определяется дифракционным пределом, и составляет около 140 нм для рассмотренной оптической системы. Дополнительное увеличение фазовой чувствительности также возможно за счет использования оптической схемы рентгеновской микроскопии, для получения увеличенного изображения образца, с размером соответствующим эффективной апертуре составных преломляющих линз интерферометра.

Зная, что двухлинзовый интерферометр формирует два ограниченных дифракционным пределом фокальных пятна размером до нескольких десятков нанометров, разделенных расстоянием в несколько десятков микрометров, образец также может быть размещен в фокальной плоскости составных преломляющих линз интерферометра. В этом случае малый размер сфокусированных пучков, обеспечивает отличную фазовую чувствительность и высокое пространственное разрешение, а также позволяет полностью избежать возможных искажений при восстановлении фазового профиля образца.

Как уже было отмечено, в работе экспериментально продемонстрирован простой метод измерения эффективного размера источника путем анализа интерференционной картины, создаваемой двухлинзовым интерферометром. Сегодня в связи с переходом современных синхротронов к новым дифракционно-ограниченным источникам рентгеновского излучения (MAX IV, ESRF-EBS, PETRA-IV) разработка подобных методов диагностики источников является особенно актуальной задачей. Кроме того, предлагаемый метод фазовочувствительной визуализации также может оказаться эффективным инструментом для фазовой диагностики волнового фронта синхротронного пучка, поперечный фазовый профиль которого можно получить, сканируя его двухлинзовым интерферометром.

Реализация возможности регулировать поперечный размер пучка и управлять плотностью потока фотонов сегодня является одной из наиболее востребованных задач формирования пучка, решение которой способно существенно увеличить потенциал современных рентгеновских методов исследования. В работе представлен расширитель рентгеновского пучка на основе 100-линзового интерферометра, позволяющий гибко регулировать размер пучка синхротронного излучения в широком диапазоне энергий. Оптические свойства предложенного устройства были теоретически и экспериментально исследованы. Демонстрация возможностей предложенного расширителя пучка была выполнена на исследовательской станции ID13B источника синхротронного излучения ESRF (Гренобль, Франция). Было показано, что интерферометр способен с одинаковой эффективностью

преобразовать падающий на него коллимированный пучок в расширяющийся пучок с угловым размером, независящем от поперечного размера исходного пучка, при этом сохраняя его когерентные свойства. Высокая эффективность выполняемых оптических преобразований подтверждается полученными экспериментальными результатами, а также результатами численного моделирования.

Также было продемонстрировано, что 100-линзовый интерферометр совместно с декогирером, формирует расширяющийся некогерентный пучок, который может быть использован в качестве однородного (не модулированного) освещения в различных рентгеновских методах исследований, не требующих когерентных свойств пучка. Стоит отметить, что уникальные оптические свойства декогирера могут быть применены, например для формирования вторичного источника, или в оптических схемах, предназначенных для гибкого управления степенью пространственной когерентности рентгеновского пучка на современных источниках синхротронного излучения. Расширитель пучка на основе 100-линзового интерферометра имеет огромный потенциал применения на современных источниках синхротронного излучения, а также на новых источниках 4-го поколения и лазерах на свободных электронах в качестве устройства подготовки и транспорта пучка рентгеновского излучения.

Дополнительно, в настоящей главе был рассмотрен новый интерферометрический подход к визуализации тонких пленок, нанесенных на поверхность мембраны, где в качестве диагностического инструмента выступает интерференционное поле, формируемое при отражении сфокусированного пучка от ее поверхностей. Представленные теоретические оценки и результаты компьютерного моделирования демонстрируют возможность наблюдения тонких пленок толщиной в несколько десятков нанометров с нанометровым разрешением. Высокое пространственное разрешение такого интерферометра было продемонстрировано на примере золотой полосы толщиной 8.3 нм, нанесенной на мембрану Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Было показано, что формируемая интерференционная картина очень чувствительна к отклонениям в толщине слоя золота, что дает возможность точно определять не только его среднюю толщину, но и восстанавливать профиль его поперечного сечения. Полученные результаты позволяют рассматривать предложенный интерферометрический подход в качестве чувствительного инструмент для исследования неоднородных и гетерогенных образцов, а также тонких пленок сложной структуры и многослойных систем.

Предложенные способы формирования устойчивой периодической интерференционной картины открывают новые возможности для развития существующих и разработки новых когерентных методов рентгеновских исследований.

#### Заключение

– В данной работе были разработаны методы и устройства формирования и управления волновым фронтом пучка жесткого рентгеновского излучения на основе элементов преломляющей оптики. Впервые продемонстрированы методы формирования конического волнового фронта пучка при помощи рентгеновских преломляющих аксиконов, а также рассмотрены методы создания периодической пространственной структуры пучка с использованием интерферометров на основе параболических преломляющих линз. Представлены результаты теоретических и экспериментальных исследований оптических свойств рассматриваемых устройств.

Предложенный параболический аксикон является яркой демонстрацией нового поколения преломляющий рентгеновской оптики, предназначенной для формирования пучка синхротронного излучения. Было продемонстрировано, что при когерентном рентгеновском освещении параболический аксикон формирует сходящийся пучок Бесселя. распространяющийся вдоль оптической оси, а также способен фокусировать рентгеновское излучение в кольцо. Пучки Бесселя могут быть использованы в задачах, требующих ярких протяженных сфокусированных пучков, а кольцевое распределение интенсивности может оказаться полезным в приложениях, требующих специального освещения. В настоящей работе обсуждаются различные возможности применения аксиконов, например, для диагностики источника или для фазово-контрастных методов исследования.

Интерферометры на основе преломляющих параболических линз открывают новые возможности, как для развития методов рентгеновской интерферометрии, так и для решения актуальных задач современной рентгеновской оптики. Показано, что оптические преобразования, выполняемые двухлинзовым интерферометром чувствительны к слабым изменениям волнового фронта падающего пучка, что может послужить основой для разработки В новых фазово-контрастных методов исследования. свою очередь предложенный 100-линзовый интерферометр способен создавать периодическую интерференционную картину намного более устойчивую к искажениям волнового фронта. При этом очевидно, что изменение физических характеристик интерферометра, количества линз или апертуры, позволяет гибко управлять параметрами формируемой структуры пучка.

– Также в работе продемонстрирована возможность применения разработанных подходов и устройств формирования пучка на источниках синхротронного излучения, для реализации когерентных методов рентгеновских исследований, диагностики источника и подготовки рентгеновского пучка. Разработаны и экспериментально реализованы новые
методы фазово-контрастной микроскопии с использованием параболического аксикона и фазово-чувствительной визуализации на основе двухлинзового интерферометра. Было показано, что применение аксикона совместно с параболическими преломляющими линзами в качестве объектива позволяет существенно увеличить контраст изображения исследуемого объекта, по сравнению с традиционным методом рентгеновской микроскопии. Другой метод фазово-чувствительной визуализации на основе двухлинзового интерферометра дает возможность измерять абсолютные значения фазового сдвига, создаваемого образцом, предоставляя информацию о его внутренней структуре с высоким пространственным и фазовым разрешением. Предложенные методы позволяют исследовать структуры слабопоглощающих объектов, например, биологических образцов.

В качестве иллюстрации возможностей рассматриваемых формирователей пучка для задач диагностики источника в работе представлены экспериментальные результаты измерения размера источника, полученные при помощи двухлинзового и 100-линзового интерферометров, а также проведены эксперименты по измерению наклона рентгеновского источника и выравниванию положения первичной щели при помощи параболических аксиконов. Показано, ширина интерференционных полос, полученных при помощи 100-линзового что интерферометра, а также контраст периодической интерференционной картины, формируемой двухлинзовым интерферометром, главным образом определяются когерентными свойствами падающего рентгеновского излучения, а форма и симметрия изображения пучка, формируемого параболическими аксиконами, сильно зависят от астигматизма источника и смещения оптических элементов относительно оптической оси. Это позволяет рассматривать формирователи пучка в качестве чувствительного инструмента для представленные диагностики источника и мониторинга рентгеновского пучка.

В работе также представлен и экспериментально протестирован расширитель рентгеновского пучка на основе 100-линзового интерферометра. Расширитель пучка может быть использован для наблюдения крупных объектов, исследуемых методами фазово-контрастной визуализации, проекционной рентгенографии или спектроскопии, позволяя получить информацию об образце, без процесса его сканирования. Возможность управления плотностью потока фотонов путем изменения размера входной апертуры интерферометра или количества линз, позволяет проводить исследования больших объектов чувствительных к радиационным нагрузкам, например, биологических образцов или полимерных структур.

– Дополнительно в работе представлены результаты численного моделирования, расчетов и теоретических оценок, полученных при помощи разработанного программного продукта позволяющего моделировать оптические явления распространения рентгеновского

109

излучения, рассеянного на элементах преломляющей оптики. К полученным результатам относятся: результаты численного эксперимента по субмикронной фокусировке с использованием эллиптического капилляра и параболических аксиконов, а также результаты теоретических оценок и компьютерного моделирования интерферометрического подхода к визуализации тонких пленок, нанесенных на поверхность мембраны, с нанометровым разрешением.

Предложенные подходы и устройства формирования и управления волновым фронтом пучка, а также разработанные на их основе когерентные методы рентгеновских исследований и подготовки рентгеновского пучка, способны в полной мере реализовать потенциал современных синхротронных источников и рентгеновских лазеров на свободных электронах, полноценно используя уникальные свойства генерируемого ими излучения.

## Благодарности

Я хочу выразить глубокую благодарность моему научному руководителю и наставнику Анатолию Снигиреву и его жене, Ирине Снигиревой, – за неоценимый вклад в проведение данного исследования, постановку новаторских, смелых и успешных научных задач, умелое руководство моей научной работой и профессиональным ростом, а также за чрезвычайно теплое и искреннее личное отношение.

Описанные в работе экспериментальные и теоретические прикладные научные исследования проведены при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (контракт №14.Ү26.31.0002 и проект уникальный номер RFMEFI57817X0252), а также Российским научным фондом (контракт №19-72-30009) и Российским фондом фундаментальных исследований (контракт №19-29-12043).

## Список литературы

- Lengeler, B., Schroer, C., Tümmler, J., Benner, B., Richwin, M. et al. Imaging by parabolic refractive lenses in the hard X-ray range // J. Synchrotron Radiat. – 1999. – Vol. 6, No. 6. – P. 1153-1167.
- Dubrovinsky, L.S., Saxena, S.K., Tutti, F., Rekhi, S., LeBehan, T. In situ X-ray study of thermal expansion and phase transition of iron at multimegabar pressure // Phys. Rev. Lett. 2000. Vol. 84, No. 8. P. 1720-1723.
- 3. Pandey, S., Bean, R., Sato, T., Poudyal, I., Bielecki, J. et al. Time-resolved serial femtosecond crystallography at the European XFEL // Nat. Methods. 2020. Vol. 17, No. 1. P. 73-78.
- 4. Snigirev, A., Kohn, V., Snigireva, I., Lengeler, B. A compound refractive lens for focusing highenergy X-rays // Nature. – 1996. – Vol. 384, No. 6604. – P. 49-51.
- 5. Dimper, R., Reichert, H., Raimondi, P., Ortiz, L.S., Sette, F. et al. ESRF Upgrade Programme Phase II (2015-2022) Technical Design Study // orange book, ESRF. – 2015.
- Tavares, P.F., Leemann, S.C., Sjöström, M., Andersson, Å. The MAX IV storage ring project // J. Synchrotron Radiat. – 2014. – Vol. 21, No. 5. – P. 862-877.
- Liu, L., Milas, N., Mukai, A.H.C., Resende, X.R., Sá, F.H. De. The sirius project // J. Synchrotron Radiat. – 2014. – Vol. 21, No. 5. – P. 904-911.
- Altarelli, M., Brinkmann, R., Chergui, M., Decking, W., Dobson, B. et al. The European X-Ray Free-Electron Laser – Technical Design Report // DESY, Hamburg, Ger. Rep. DESY 2006-097. – 2007.
- Bonse, U., Hart, M. An X-ray interferometer // Appl. Phys. Lett. 1965. Vol. 6, No. 8. P. 155-156.
- 10. Leitenberger, W., Kuznetsov, S.M., Snigirev, A. Interferometric measurements with hard X-rays using a double slit // Opt. Commun. 2001. Vol. 191, No. 1-2. P. 91-96.
- Paterson, D., Allman, B.E., McMahon, P.J., Lin, J., Moldovan, N. et al. Spatial coherence measurement of X-ray undulator radiation // Opt. Commun. – 2001. – Vol. 195, No. 1-4. – P. 79-84.
- 12. Leitenberger, W., Wendrock, H., Bischoff, L., Weitkamp, T. Pinhole interferometry with coherent hard X-rays // J. Synchrotron Radiat. 2004. Vol. 11, No. 2. P. 190-197.
- Lyubomirskiy, M., Snigireva, I., Snigirev, A. Lens coupled tunable Young's double pinhole system for hard X-ray spatial coherence characterization // Opt. Express. – 2016. – Vol. 24, No. 12. – P. 13679.
- 14. David, C., Nöhammer, B., Solak, H.H., Ziegler, E. Differential x-ray phase contrast imaging using a shearing interferometer // Appl. Phys. Lett. 2002. Vol. 81, No. 17. P. 3287-3289.
- 15. Momose, A., Kawamoto, S., Koyama, I., Hamaishi, Y., Takai, K. et al. Demonstration of x-ray Talbot interferometry // Jpn. J. Appl. Phys. 2003. Vol. 42, No. 7B. P. L866.
- Pfeiffer, F., Kottler, C., Bunk, O., David, C. Hard X-ray phase tomography with low-brilliance sources // Phys. Rev. Lett. – 2007. – Vol. 98, No. 10. – P. 1-4.

- Fabrizio, E. Di, Cojoc, D., Cabrini, S., Kaulich, B., Susini, J. et al. Diffractive optical elements for differential interference contrast x-ray microscopy // Opt. Express. – 2003. – Vol. 11, No. 19. – P. 2278.
- Jefimovs, K., Vila-Comamala, J., Stampanoni, M., Kaulich, B., David, C. Beam-shaping condenser lenses for full-field transmission X-ray microscopy // J. Synchrotron Radiat. – 2007. – Vol. 15, No. 1. – P. 106-108.
- Vogt, U., Lindblom, M., Charalambous, P., Kaulich, B., Wilhein, T. Condenser for Koehler-like illumination in transmission x-ray microscopes at undulator sources // Opt. Lett. – 2006. – Vol. 31, No. 10. – P. 1465.
- 20. Mimura, H., Takeo, Y., Motoyama, H., Senba, Y., Kishimoto, H. et al. X-ray ring-focusing mirror // Appl. Phys. Lett. 2019. Vol. 114, No. 13. P. 131901.
- 21. Als-Nielsen, J., McMorrow, D. Elements of modern X-ray physics // John Wiley Sons. 2011.
- 22. Пример свойств излучения, генерируемого поворотным магнитом на ESRF. [Электронный pecypc] http://www.esrf.eu/UsersAndScience/Experiments/CRG/BM25/BeamLine/SourceChara cteristics. Дата доступа: 03.06.2020.
- 23. Winick, H., Brown, G., Halbach, K., Harris, J. Wiggler and Undulator Magnets // Phys. Today. 1981. Vol. 34, No. 5. P. 50-63.
- 24. Sons, R.J.-L.G.B. and, 1948, undefined. The optical principles of the dilraction of X-rays.
- 25. Hecht, E. Optics, // Addison-Wesley Publ. 1987.
- J. Stöhr. NEXAFS spectroscopy Springer series in surface science // Springer Verlag Berlin. 1992.
- 27. Born, M., Wolf, E., Bhatia, A.B., Clemmow, P.C., Gabor, D. et al. Principles of Optics. Princ. Opt. / M. Born et al. 1999.
- 28. Hecht, E. Optics. Pearson Education, 2018.
- 29. Walker, J.S. Fast fourier transforms: Second edition. 2017.
- 30. Schroer, C., Kurapova, O., Patommel, J., Boye, P., Feldkamp, J. et al. Hard x-ray nanoprobe based on refractive x-ray lenses // Appl. Phys. Lett. 2005. Vol. 87, No. 12. P. 124103.
- Lengeler, B., Schroer, C.G., Richwin, M., Tümmler, J., Drakopoulos, M. et al. A microscope for hard x rays based on parabolic compound refractive lenses // Appl. Phys. Lett. – 1999. – Vol. 74, No. 26. – P. 3924-3926.
- 32. Zhao, J.Y., Alp, E.E., Toellner, T.S., Sturhahn, W., Sinn, H. et al. A water-cooled compound refractive lens as a white beam collimator // Review of Scientific Instruments. 2002. Vol. 73. P. 1611.
- Vaughan, G.B.M., Wright, J.P., Bytchkov, A., Rossat, M., Gleyzolle, H. et al. X-ray transfocators: Focusing devices based on compound refractive lenses // J. Synchrotron Radiat. – 2011. – Vol. 18, No. 2. – P. 125-133.
- Narikovich, A., Polikarpov, M., Barannikov, A., Klimova, N., Lushnikov, A. et al. CRL-based ultra-compact transfocator for X-ray focusing and microscopy // J. Synchrotron Radiat. – 2019. – Vol. 26 – P. 1208-1212.

- 35. Kohn, V., Snigireva, I., Snigirev, A. Diffraction theory of imaging with X-ray compound refractive lens // Opt. Commun. 2003. Vol. 216, No. 4-6. P. 247-260.
- 36. Drakopoulos, M., Snigirev, A., Snigireva, I., Schilling, J. X-ray high-resolution diffraction using refractive lenses // Appl. Phys. Lett. 2005. Vol. 86, No. 1. P. 3-5.
- Petukhov, A. V, Thijssen, J.H.J., Hart, D.C. 't, Imhof, A., Blaaderen, A. van et al. Microradian X-ray diffraction in colloidal photonic crystals // J. Appl. Crystallogr. – 2006. – Vol. 39 – P. 137-144.
- Bosak, A., Snigireva, I., Napolskii, K.S., Snigirev, A. High-Resolution Transmission X-ray Microscopy: A New Tool for Mesoscopic Materials // Adv. Mater. – 2010. – Vol. 22, No. 30. – P. 3256-3259.
- 39. Kohn, V.G. An exact theory of imaging with a parabolic continuously refractive X-ray lens // J. Exp. Theor. Phys. 2003. Vol. 97, No. 1. P. 204-215.
- 40. Lengeler, B., Schroer, C.G., Benner, B., Gerhardus, A., Günzler, T.F. et al. Parabolic refractive X-ray lenses // Journal of Synchrotron Radiation. 2002. Vol. 9. P. 119-124.
- Lengeler, B., Schroer, C., Richwin, M., Tummler, J., Drakopoulos, M. et al. A microscope for hard X-rays based on parabolic compound refractive lenses // Appl. Phys. Lett. – 1999. – Vol. 74, No. 26. – P. 3924-3926.
- Bosak, A., Snigireva, I., Napolskii, K.S., Snigirev, A. High-resolution transmission X-ray microscopy: A new tool for mesoscopic materials // Adv. Mater. – 2010. – Vol. 22, No. 30. – P. 3256-3259.
- Byelov, D. V., Meijer, J.M., Snigireva, I., Snigirev, A., Rossi, L. et al. In situ hard X-ray microscopy of self-assembly in colloidal suspensions // RSC Adv. 2013. Vol. 3, No. 36. P. 15670-15677.
- Snigirev, A., Ershov, P., Snigireva, I., Hanfland, M., Dubrovinskaia, N. et al. X-ray Microscopy Opportunities at ID 15B Beamline at the ESRF. // Microsc. Microanal. – 2018. – Vol. 24, No. S2. – P. 236-237.
- Falch, K.V., Lyubomirsky, M., Casari, D., Snigirev, A., Snigireva, I. et al. Zernike phase contrast in high-energy x-ray transmission microscopy based on refractive optics // Ultramicroscopy. – 2018. – Vol. 184 – P. 267-273.
- 46. Takano, S. Beam diagnostics with synchrotron radiation in light sources // Proc. IPAC2010. 2010 P. 2396.
- 47. Huang, J.Y.. S.D.K.. K.I.S.. & L.T.Y. Beam studies in diagnostic beamline at PLS // Proc. 1999 Part. Accel. Conf. (Cat. No. 99CH36366). – 1999. – Vol. 3 – P. 2131-2133.
- Weitkamp, T., Chubar, O., Drakopoulos, M., Souvorov, A., Snigireva, I. et al. Refractive lenses as a beam diagnostics tool for high-energy synchrotron radiation // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip. – 2001. – Vols. 467-468 – P. 248-251.
- 49. G. Kube, J.G.U.H.P.I.G.P.H.S.-S.C.W.C.G.S. PETRA III diagnostics beamline for emittance measurements // Proc. 1st Int. Part. Accel. Conf. IPAC. 2010. Vol. 10.
- 50. Kohn, V., Snigireva, I., Snigirev, A. Direct measurement of transverse coherence length of hard

x rays from interference fringes // Phys. Rev. Lett. - 2000. - Vol. 85, No. 13. - P. 2745-2748.

- 51. McLeod, J.H. The Axicon: A New Type of Optical Element // J. Opt. Soc. Am. 1954. Vol. 44, No. 8. P. 592.
- 52. McLeod, J.H. Axicons and Their Uses // J. Opt. Soc. Am. 1960. Vol. 50, No. 2. P. 166.
- Mcgloin, D., Dholakia, K. Bessel beams: Diffraction in a new light // Contemp. Phys. 2005. Vol. 46, No. 1. – P. 15-28.
- 54. Ren, Q., Birngruber, R. Axicon: A New Laser Beam Delivery System for Corneal Surgery // IEEE J. Quantum Electron. 1990. Vol. 26, No. 12. P. 2305-2308.
- 55. Duocastella, M., Arnold, C.B. Bessel and annular beams for materials processing // Laser Photonics Rev. 2012. Vol. 6, No. 5. P. 607-621.
- Courvoisier, F., Zhang, J., Bhuyan, M.K., Jacquot, M., Dudley, J.M. Applications of femtosecond Bessel beams to laser ablation // Appl. Phys. A Mater. Sci. Process. – 2013. – Vol. 112, No. 1. – P. 29-34.
- Akturk, S., Zhou, B., Franco, M., Couairon, A., Mysyrowicz, A. Generation of long plasma channels in air by focusing ultrashort laser pulses with an axicon // Opt. Commun. – 2009. – Vol. 282, No. 1. – P. 129-134.
- 58. Soroko, L.M. Meso-Optics. Foundations and Applications World Scientific, 1996.
- Astakhov, A.Y., Batusov, Y.A., Bencze, G.L., Farago, I., Kisváradi, A. et al. Meso-optical Fourier Transform Microscope - A new device for high energy physics // Nucl. Inst. Methods Phys. Res. A. – 1989. – Vol. 283, No. 1. – P. 13-23.
- Mimura, H., Matsuyama, S., Yumoto, H., Hara, H., Yamamura, K. et al. Hard X-ray diffractionlimited nanofocusing with kirkpatrick-baez mirrors // Japanese J. Appl. Physics, Part 2 Lett. – 2005. – Vol. 44, No. 16-19. – P. L539.
- 61. Schroer, C.G., Kurapova, O., Patommel, J., Boye, P., Feldkamp, J. et al. Hard x-ray nanoprobe based on refractive x-ray lenses // Appl. Phys. Lett. 2005. Vol. 87, No. 12. P. 1-3.
- Snigirev, A., Snigireva, I., Grigoriev, M., Yunkin, V., Michiel, M. Di et al. High energy X-ray nanofocusing by silicon planar lenses // Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2009. – Vol. 186. – P. 12072.
- Snigirev, A.A., Snigireva, I.I., Michiel, M. Di, Honkimaki, V., Grigoriev, M. V. et al. Submicron focusing of high-energy x-rays with Ni refractive lenses // Design and Microfabrication of Novel X-Ray Optics II / eds. A.A. Snigirev, D.C. Mancini. – SPIE, 2004. – Vol. 5539. – P. 244.
- Snigirev, A., Snigireva, I., Grigoriev, M., Yunkin, V., Michiel, M. Di et al. Silicon planar lenses for high-energy x-ray nanofocusing // Advances in X-Ray/EUV Optics and Components II / eds. A.M. Khounsary, C. Morawe, S. Goto. – SPIE, 2007. – Vol. 6705. – P. 670506.
- 65. Aristov, V., Grigoriev, M., Kuznetsov, S., Shabelnikov, L., Yunkin, V. et al. X-ray refractive planar lens with minimized absorption // Appl. Phys. Lett. 2000. Vol. 77, No. 24. P. 4058-4060.
- 66. Kang, H.C., Maser, J., Stephenson, G.B., Liu, C., Conley, R. et al. Nanometer linear focusing of hard X rays by a multilayer laue lens // Phys. Rev. Lett. 2006. Vol. 96, No. 12. P. 127401.

- Bilderback, D.H., Hoffman, S.A., Thiel, D.J. Nanometer spatial resolution achieved in hard x-ray imaging and Laue diffraction experiments // Science (80-. ). 1994. Vol. 263, No. 5144. P. 201-203.
- 68. Knochel, A., Gaul, G., Lechtenberg, F. No Title / A. Knochel, G. Gaul, F. Lechtenberg. German Patent, 1994.
- Snigirev, A., Bjeoumikhov, A., Erko, A., Snigireva, I., Grigoriev, M. et al. Two-step hard X-ray focusing combining Fresnel zone plate and single-bounce ellipsoidal capillary // J. Synchrotron Radiat. 2007. Vol. 14, No. 4. P. 326-330.
- Salbu, B., Krekling, T., Lind, O.C., Oughton, D.H., Drakopoulos, M. et al. High energy X-ray microscopy for characterisation of fuel particles // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip. – 2001. – Vols. 467-468, No. PART II. – P. 1249-1252.
- Schroer, C.G., Meyer, J., Kuhlmann, M., Benner, B., Günzler, T.F. et al. Nanotomography based on hard x-ray microscopy with refractive lenses // Appl. Phys. Lett. – 2002. – Vol. 81, No. 8. – P. 1527-1529.
- Falch, K.V., Casari, D., Michiel, M. Di, Detlefs, C., Snigireva, A. et al. In situ hard X-ray transmission microscopy for material science // J. Mater. Sci. 2017. Vol. 52, No. 6. P. 3497-3507.
- Byelov, D. V., Meijer, J.M., Snigireva, I., Snigirev, A., Rossi, L. et al. In situ hard X-ray microscopy of self-assembly in colloidal suspensions // RSC Adv. 2013. Vol. 3, No. 36. P. 15670-15677.
- 74. Zernike, F. Phase contrast, a new method for the microscopic observation of transparent objects // Physica. – 1942. – Vol. 9, No. 7. – P. 686-698.
- 75. Zernike, F. Phase contrast, a new method for the microscopic observation of transparent objects part II // Physica. 1942. Vol. 9, No. 10. P. 974-986.
- Zernike F. How I Discovered Phase Contrast // Science (80-.). 1955. Vol. 121, No. 3141. P. 345-349.
- 77. Holzner, C., Feser, M., Vogt, S., Hornberger, B., Baines, S.B. et al. Zernike phase contrast in scanning microscopy with X-rays // Nat. Phys. 2010. Vol. 6, No. 11. P. 883-887.
- 78. Zverev, D., Snigireva, I., Snigirev, A. X-ray Phase Contrast Microscopy Based on Parabolic Refractive Axicon Lens. // Microsc. Microanal. 2018. Vol. 24, No. S2. P. 296–297.
- Dilmanian, F.A., Zhong, Z., Ren, B., Wu, X.Y., Chapman, L.D. et al. Computed tomography os x-ray index of refraction using the diffraction enhanced imaging method // Phys. Med. Biol. 2000. Vol. 45, No. 4. P. 933-946.
- Svatos, J., Polack, F., Joyeux, D., Phalippou, D. Soft-x-ray interferometer for measuring the refractive index of materials // Opt. Lett. – 1993. – Vol. 18, No. 16. – P. 1367.
- Momose, A., Yashiro, W., Maikusa, H., Takeda, Y. High-speed X-ray phase imaging and X-ray phase tomography with Talbot interferometer and white synchrotron radiation // Opt. Express. 2009. Vol. 17, No. 15. P. 12540.
- 82. A Momose, T Takeda, Y Itai, K Hirano. Phase-contrast X-ray computed tomography for

observing biological soft tissues // Nat. Med. - 1996. - Vol. 2, No. 4. - P. 473-475.

- 83. Snigirev, A., Snigireva, I., Kohn, V., Yunkin, V., Kuznetsov, S. et al. X-ray nanointerferometer based on Si refractive bilenses // Phys. Rev. Lett. 2009. Vol. 103, No. 6. P. 064801.
- Kohn, V.G. Effective aperture of X-ray compound refractive lenses // J. Synchrotron Radiat. 2017. – Vol. 24, No. 3. – P. 609-614.
- Aristov, V., Grigoriev, M., Kuznetsov, S., Shabelnikov, L., Yunkin, V. et al. X-ray refractive planar lens with minimized absorption // Appl. Phys. Lett. – 2000. – Vol. 77, No. 24. – P. 4058-4060.
- Snigirev, A., Snigireva, I., Grigoriev, M., Yunkin, V., Michiel, M. Di et al. Silicon planar lenses for high-energy x-ray nanofocusing // Adv. X-Ray/EUV Opt. Components II. – 2007. – Vol. 6705 – P. 670506.
- 87. Rau, C., Weitkamp, T., Snigirev, A., Schroer, C.G., Ummler, J.T. et al. Recent developments in hard X-ray tomography / C. Rau et al. 2001. 929-931 p.
- 88. Simionovici, A., Chukalina, M., Equipment, F.G.-... A., 2001, undefined. X-ray microtome by fluorescence tomography // Elsevier.
- 89. Bouma, A. X-ray radiography // Sedimentol. Springer. 1978.
- Fezzaa, K., Comin, F., Marchesini, S., Coïsson, R., Belakhovsky, M. X-ray interferometry at ESRF using two coherent beams from fresnel mirrors // J. Xray. Sci. Technol. – 1997. – Vol. 7, No. 1. – P. 12-23.
- 91. Leitenberger, W., Pietsch, U. A monolithic Fresnel bimirror for hard X-rays and its application for coherence measurements // J. Synchrotron Radiat. 2007. Vol. 14, No. 2. P. 196-203.
- 92. Lyubomirskiy, M., Snigireva, I., Kuznetsov, S., Yunkin, V., Snigirev, A. Hard x-ray single crystal bi-mirror. 2015. Vol. 40, No. 10. P. 2205-2208.
- 93. Lang, A.R., Makepeace, A.P.W. Production of synchrotron X-ray biprism interference patterns with control of fringe spacing // J. Synchrotron Radiat. 1999. Vol. 6, No. 2. P. 59-61.
- 94. Suzuki, Y. Measurement of x-ray coherence using two-beam interferometer with prism optics // Rev. Sci. Instrum. 2004. Vol. 75, No. 4. P. 1026-1029.
- 95. Umbaugh, S. Digital Image Processing and Analysis: Applications with MATLAB and CVIPtools. 2017.
- 96. Pagot, E., Fiedler, S., Cloetens, P., Bravin, A., Coan, P. et al. Quantitative comparison between two phase contrast techniques: Diffraction enhanced imaging and phase propagation imaging // Phys. Med. Biol. – 2005. – Vol. 50, No. 4. – P. 709-724.
- 97. Diemoz, P.C., Bravin, A., Coan, P. Theoretical comparison of three X-ray phase-contrast imaging techniques: propagation-based imaging, analyzer-based imaging and grating interferometry // Opt. Express. 2012. Vol. 20, No. 3. P. 2789.
- Zhou, T., Lundström, U., Thüring, T., Rutishauser, S., Larsson, D.H. et al. Comparison of two x-ray phase-contrast imaging methods with a microfocus source // Opt. Express. 2013. Vol. 21, No. 25. P. 30183.
- 99. Akio, Y., Jin, W., Kazuyuki, H., Tohoru, T. Quantitative comparison of imaging performance of

x-ray interferometric imaging and diffraction enhanced imaging // Med. Phys. – 2008. – Vol. 35, No. 10. – P. 4724-4734.

- Ershov, P., Kuznetsov, S., Snigireva, I., Yunkin, V., Goikhman, A. et al. Fourier crystal diffractometry based on refractive optics // J. Appl. Crystallogr. – 2013. – Vol. 46, No. 5. – P. 1475-1480.
- 101. Otten, A., Köster, S., Struth, B., Snigirev, A., Pfohl, T. Microfluidics of soft matter investigated by small-angle X-ray scattering // J. Synchrotron Radiat. 2005. Vol. 12, No. 6. P. 745-750.
- 102. Roth, T., Detlefs, C., Snigireva, I., Snigirev, A. X-ray diffraction microscopy based on refractive optics // Opt. Commun. 2015. Vol. 340 P. 33-38.
- 103. Snigirev, A., Snigireva, I., Kohn, V., Kuznetsov, S., Schelokov, I. On the possibilities of x-ray phase contrast microimaging by coherent high-energy synchrotron radiation // Rev. Sci. Instrum. 1995. Vol. 66, No. 12. P. 5486-5492.
- 104. Goikhman, A., Lyatun, I., Ershov, P., Snigireva, I., Wojda, P. et al. Highly porous nanoberyllium for X-ray beam speckle suppression // J. Synchrotron Rad. 2015. Vol. 22 P. 796-800.
- 105. Snigirev, A., Snigireva, I. High energy X-ray micro-optics // Comptes Rendus Phys. 2008. Vol. 9, No. 5-6. – P. 507-516.
- 106. Born, M., Wolf, E. Principles of Optics: Electromagnetic Theory of Propagation, Interference and Diffraction of Light Cambridge University Press, 1999.
- Lyatun, S., Zverev, D., Ershov, P., Lyatun, I., Konovalov, O. et al. X-ray reflecto-interferometer based on compound refractive lenses // J. Synchrotron Radiat. – 2019. – Vol. 26 – P. 1572-1581.
- 108. Snigirev, A., Snigireva, I., Lyubomirskiy, M., Kohn, V., Yunkin, V. et al. X-ray multilens interferometer based on Si refractive lenses // Opt. Express. – 2014. – Vol. 22, No. 21. – P. 25842.
- Lyubomirskiy, M., Snigireva, I., Kohn, V., Kuznetsov, S., Yunkin, V. et al. 30-Lens interferometer for high-energy X-rays // J. Synchrotron Radiat. – 2016. – Vol. 23 – P. 1104-1109.