

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

Физический институт им. П.Н.Лебедева

Российской академии наук

На правах рукописи

Гижа Сергей Сергеевич

**АНАЛИЗ И ФИЛЬТРАЦИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ СПЕКТРОВ С ПОМОЩЬЮ  
ПРИЗМЕННОЙ АЛМАЗНОЙ ОПТИКИ И МОЗАИЧНЫХ КРИСТАЛЛОВ**

Специальность 01.04.05 – Оптика

**Автореферат**

диссертации на соискание ученой степени

кандидата физико-математических наук

Москва 2018

Работа выполнена в Отделении Ядерной Физики и Астрофизики (ОЯФА) Федерального государственного бюджетного учреждения науки Физического института им. П.Н.Лебедева Российской академии наук (ФИАН).

Научный руководитель: Доктор физико-математических наук,  
**Турьянский Александр Георгиевич.**

Официальные оппоненты: **Филиппов Михаил Николаевич,**  
доктор физико-математических наук, профессор,  
заведующий лабораторией химического анализа  
Института общей и неорганической химии им. Н.С.  
Курнакова.

**Ильичев Эдуард Анатольевич,**  
доктор физико-математических наук, профессор  
кафедры квантовой физики и наноэлектроники  
факультета электроники и компьютерных  
технологий федерального государственного  
автономного образовательного учреждения высшего  
образования «Национальный исследовательский  
университет «Московский институт электронной  
техники» (МИЭТ).

Ведущая организация: Международная межправительственная  
организация Объединенный институт ядерных  
исследований (ОИЯИ).

Защита состоится «10» декабря 2018 г. в 11 ч. 00 мин. на заседании диссертационного совета Д002.023.03 Федерального государственного бюджетного учреждения науки Физического института им. П.Н.Лебедева Российской академии наук по адресу: 119991, г. Москва, Ленинский проспект 53.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Физического Института им. П.Н. Лебедева РАН а также на сайте института: [www.lebedev.ru](http://www.lebedev.ru)

Автореферат разослан «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2018 г.

Ученый секретарь

диссертационного совета Д Д002.023.03

доктор физико-математических наук

А.С. Золотько

## **Общая характеристика работы**

В работе представлены результаты исследования распространения и дисперсии рентгеновского излучения в призмах, в слоистых наноструктурах, растворах и мозаичных кристаллах, предложены новые методы высокочувствительного рентгенофлуоресцентного анализа, обосновано новое направление диагностики - быстрый энергодисперсионный анализ с помощью призмной алмазной оптики.

### **Актуальность проблемы**

Рентгеновская рефлектометрия является одним из основных методов контроля параметров тонких пленок. Особый интерес представляет исследование кинетики процессов в тонких пленках, а также быстропротекающих процессов, возникающих при интенсивном внешнем воздействии, например, при облучении импульсами лазера или пучками заряженных частиц. Исследование таких процессов открывает возможность конструирования резонаторов, зеркал, многослойных структур, способных длительно выдерживать значительные тепловые и радиационные нагрузки. Однако в настоящее время это направление практически мало изучено. Проблема заключается в том, что классическая рефлектометрия с механическим угловым сканированием и энергодисперсионная полупроводниковая спектрометрия являются «медленными методами» с характерными временами анализа  $\sim 0.1 - 1$  часа и поэтому не применимы для исследования быстрых процессов. Таким образом, разработка новых подходов, позволяющих проводить контроль быстрого изменения параметров, является ключевым условием для развития этого направления.

Рентгеновская спектрометрия активно применяется для решения широкого класса задач. Метод рентгенофлуоресцентного анализа является эталонным методом определения элементного состава и используется во многих областях науки и техники. Рентгеновская абсорбционная спектрометрия применяется для определения структурных параметров в аморфных средах, анализа положения атомов в кристаллической решетке, характеристики химических связей, определения концентрации примесей. В настоящее время в лабораторных условиях не удается достичь чувствительности, сравнимой с результатами синхротронных каналов, поскольку на синхротронах обычно применяется

монохроматическое и поляризованное излучение, что принципиально важно для получения максимальной чувствительности элементного анализа с помощью рентгенофлуоресцентного анализа (РФА). Поэтому для повышения чувствительности РФА необходима разработка новых подходов, позволяющих получать монохроматическое и поляризованное излучение от лабораторных микрофокусных источников, а также проводить эффективную фильтрацию спектров рассеяния и флуоресценции.

### **Цель работы**

Исследование структурных и рентгенооптических характеристик кристаллов алмаза и высокоориентированного пиролитического графита (ВПГ). Разработка на их основе высокоэффективных диспергирующих и фильтрующих элементов спектрометрических схем. Обоснование и экспериментальное подтверждение метода быстрой энергодисперсионной спектрометрии на базе призмной алмазной оптики. Обоснование и экспериментальное подтверждение высокочувствительных энергодисперсионных методов с использованием дифракционной поляризации и спектральной режекции первичных пучков.

Для достижения поставленной цели были решены следующие задачи.

Исследованы:

- особенности дифракционного отражения рентгеновского излучения от мозаичных структур, в частности от ВПГ, природных и синтетических кристаллов алмаза;

- дифракционные явления, возникающие при прохождении монохроматического рентгеновского излучения через алмазную призму;

- интерференционные картины, получаемые при отражении полихроматического рентгеновского излучения от тонкопленочных структур с известными параметрами.

- растворы фармпрепаратов с различной концентрацией наночастиц Ag, Cd и растворы солей Pb и Br;

Разработаны лабораторные экспериментальные схемы и методы:

- спектральной режекции первичных спектров с помощью структур на основе ВПГ и фильтрации с помощью последовательного отражения от рентгеновских зеркал;

- поляризации и монохроматизации первичного излучения с использованием поликапиллярной оптики и мозаичных кристаллов алмаза.

Обоснован и разработан метод быстрой энергодисперсионной рефлектометрии с использованием синхротронных источников излучения и призмной алмазной оптики.

### **Научная новизна работы**

В работе впервые получены следующие результаты:

1. Разработана энергодисперсионная рефлектометрическая схема на базе призмной оптики, позволяющая получать интерференционную картину в широком диапазоне изменения модуля вектора рассеяния  $q$  без углового сканирования. С помощью разработанной призмной рентгеновской оптики на синхротронном канале ESRF (Гренобль, Франция) исследовано отражение полихроматического рентгеновского излучения от тонких пленок на поверхности твердого тела. Обоснована возможность изучения параметров таких структур с временным разрешением порядка длительности рентгеновского импульса.

2. Созданы высокочувствительные энергодисперсионные схемы с полупроводниковым спектрометром для определения концентрации примесей по скачкам рентгеновского фотопоглощения. Оптимизация спектра в исследуемой полосе обеспечивается путем последовательных отражений прошедшего через образец излучения от рентгеновских зеркал и изменения угла скольжения анализируемого пучка, либо путем выделения исследуемой области при помощи статических, либо качающихся пленок ВПГ. Представлены результаты измерения спектров поглощения в тестовых образцах. Показана возможность численного решения задачи деконволюции путем сглаживания XAFS (тонкая структура рентгеновского поглощения)-осцилляций степенными функциями.

3. Выполнена эффективная режекторная фильтрация непрерывного рентгеновского спектра возбуждения в области энергии излучения  $E \geq 8$  кэВ. Это позволило резко повысить чувствительность энергодисперсионной рентгеновской спектрометрии при детектировании слабых флуоресцентных линий. Спектральная режекция осуществляется путем пропускания первичного пучка через высокоориентированный пиролитический графит с заданными

структурными параметрами. Дифракционная экстинкция в пирографите обеспечивает возможность ослабления интенсивности более, чем на 20 дБ и режекции спектральной полосы шириной  $\sim 1$  кэВ. Снижение статистических флуктуаций фона упруго рассеянного излучения достигается при совмещении положений дна сформированной спектральной долины и анализируемой флуоресцентной линии. Предложенная схема режекторной фильтрации позволяет также подавлять интенсивные характеристические линии в первичном и рассеянном спектрах излучения.

4. Получены интенсивные поляризованные монохроматические рентгеновские пучки с помощью поликапиллярной оптики и мозаичного кристалла алмаза. Использование такого излучения для генерации флуоресцентных линий позволяет достигнуть в плоскости поляризации резкого снижения уровня рассеянного возбуждающего сигнала.

### **Методы исследований**

Работа проведена с использованием следующего оборудования: многофункционального рентгеновского комплекса CompleFlex-5, обеспечивающего возможность проведения рентгеновской рефлектометрии, дифрактометрии, малоуглового рассеяния, рентгеновского флуоресцентного анализа и рефрактометрии, полупроводникового рентгеновского спектрометра Amptek 123, интерферометра Zygo и оборудования канала ID10 синхротрона ESRF, в том числе системой позиционирования Huber и координатно-чувствительных детекторов Basler и Maxipix.

### **Практическая значимость работы**

Разработанный метод быстрой энергодисперсионной рефлектометрии, открывает возможность развития нового направления – анализа кинетики быстропротекающих процессов в наноразмерных тонких пленках и монослоях, в том числе диффузии на границах раздела, осаждения и испарения вещества на поверхности объекта, термического расширения и абляции.

Обнаруженное явление интерференционная модуляции преломленного излучения, возникающее при параболическом отклонении преломляющей грани

от плоскости может быть использовано для оценки степени однородности пористых структур и композитных структур.

Разработан лабораторный метод измерения концентраций тяжелых элементов в легких матрицах по скачкам рентгеновского фотопоглощения с фильтрацией первичного рентгеновского спектра, который уже нашел применение в совместных исследованиях с группами, занимающимися разработкой фармпрепаратов и систем доставки фармпрепаратов. Также этот метод может найти применения в медицине, например, для исследования фармакокинетики препаратов на основе брома, висмута и других тяжелых элементов.

Разработаны эффективные методы повышения отношения сигнал/шум при проведении рентгенофлуоресцентного анализа, с использованием полосового рентгеновского фильтра из ВПГ и с использованием поликапиллярной рентгеновской оптики и кристалла монохроматора-поляризатора на базе мозаичного кристалла алмаза.

### **Личный вклад автора**

Все результаты настоящей работы получены автором или при его определяющем участии. Сборка лабораторного измерительного оборудования, техническая реализация измерительных схем и проведение измерений анизотропных дифракционных свойств пиролитического графита, спектров рентгеновского поглощения и спектров рентгеновской флуоресценции проведены соискателем лично.

### **Положения, выносимые на защиту**

1. Дисперсионная схема на базе призмной алмазной оптики обеспечивает возможность безынерционного анализа спектров рентгеновского отражения при исследовании планарных наноструктур и монослоев в диапазоне  $\sim 6-20$  кэВ с разрешением  $\sim 10$  эВ вблизи энергии 10 кэВ, что позволило более, чем на два порядка увеличить временное разрешение метода рентгеновской рефлектометрии.

2. Мозаичные кристаллы алмаза с ориентацией отражающих плоскостей (113) и коллимирующая поликапиллярная оптика позволяют получать в

лабораторных условиях на линии  $\text{CuK}_\alpha$  поляризованные монохроматические рентгеновские пучки с потоком более чем  $10^6$  фот/с, что позволяет добиться повышения чувствительности при рентгенофлуоресцентном анализе вплоть до двух порядков.

3. Эффективная дифракционная режекторная фильтрация полихроматического рентгеновского излучения возможна при помощи фильтров на основе высокоориентированного пиролитического графита с углом мозаичности  $0,4 - 0,8^\circ$ . Применение таких фильтров позволяет выполнять режекцию, либо выделение полос шириной от одного до нескольких кэВ, что позволяет более чем на порядок повысить отношение сигнал/шум при анализе спектров пропускания и рентгенофлуоресцентном анализе с полихроматическим возбуждающим пучком.

### **Степень достоверности полученных результатов**

Явления, обнаруженные в данной работе, согласуются с волновой теорией дисперсии и рассеяния рентгеновского излучения для комплексного показателя преломления. Достоверность результатов, получаемых при использовании новых методов исследований, подтверждаются контрольными измерениями с использованием стандартных общепризнанных методик.

### **Апробация результатов**

Результаты работы докладывались и обсуждались на 8 Всероссийских и 8 Международных научных конференциях:

- VIII международная конференция «Нанотехнологии производству», Фрязино 2012 год.
- 55-я Научная конференция МФТИ, Долгопрудный 2012.
- XIV Школа молодых ученых «Актуальные проблемы физики» Звенигород 2012.
- PASI 2013 workshop, Luxembourg 2013 02-05 june.
- NANO-2013, International symposium «Nanostructures: Physics and Technology» Санкт-Петербург, 2013, 24-28 июня.
- Второй съезд аналитиков России, Москва, 23-27 сентября 2013.
- 56-я конференция МФТИ, Долгопрудный 2013.



- V. Всероссийская молодежная конференция по фундаментальным и инновационным вопросам современной физики, Москва, 2013
- XV Школа молодых ученых «Актуальные проблемы физики», Москва 2014.
- 57-я конференция МФТИ, Долгопрудный 2014
- The International Joint School "Smart Nanomaterials and X-ray Optics 2016: Modeling, Synthesis and Diagnostics" oct 12-16, 2016.Kaliningrad
- Raciri summer school 2016, 21-28 august, Repino.
- AFMAT2016 Conference, Antalya, Turkey 2016
- Третий съезд аналитиков России, 8-13 октября, 2017, Москва.
- Denver X-ray Conference, 31 July – 4 August 2017, Big Sky, Montana, USA.
- Workshop on Decommission and decontamination at Fukushima Daiichi Nuclear Power Plant, Tokyo, Japan, 22-23 Jan,2018.

По материалам диссертации опубликовано 7 научных статей в журналах, индексируемых в базах WOS и Scopus, 1 научная статья в журнале, входящем в список ВАК, а также 5 тезисов докладов в сборниках по материалам конференций. Список опубликованных работ приводится в конце автореферата на с.21.

### **Структура и объем работы.**

Диссертация состоит из введения, четырех глав и заключения, содержит 104 стр., включая 37 рисунков и список литературы из 89 наименований.

### **Краткое содержание диссертационной работы**

**Во введении** дана краткая характеристика работы, обоснована её актуальность, сформулированы цели и задачи исследований.

**В первой главе** представлен обзор литературы.

В §1.1 приведены общие сведения, описывающие особенности рентгеновского излучения, его взаимодействия с различными средами, в частности особенности рассеяния и поглощения. Описаны мнимая и действительная части показателя преломления, способы генерации и детектирования рентгеновского излучения.

В §1.2 на примере пленок высокоориентированного пиролитического графита описаны дифракционные свойства мозаичных кристаллов и показаны преимущества их использования по сравнению с идеальными монокристаллами. Также рассмотрены структурные особенности пиролитического графита и области его применения в рентгенооптических схемах.

В §1.3 рассмотрены особенности использования призмной оптики в рентгеновском диапазоне. Показаны преимущества использования алмаза в качестве материала для изготовления рентгеновских призм. Приведены структурные особенности и затронуты особенности обработки алмазов.

§1.4 посвящен исследованию тонкопленочных структур методом рентгеновской рефлектометрии. Дано описание метода рентгеновской рефлектометрии. Рассмотрены основные схемы рефлектометрии с угловым сканированием, упомянуты варианты схем энергодисперсионной рефлектометрии. Проанализированы преимущества и недостатки каждой из этих схем. Сформулированы проблемы, существующие на сегодняшний день при исследовании параметров тонких пленок.

В §1.5 дано описание спектров рентгеновской флуоресценции, их природы и основных схем, использующих явление рентгеновской флуоресценции для проведения элементного анализа. Рассмотрены основные способы повышения чувствительности измерений методом рентгенофлуоресцентного анализа. Рассмотрены схемы с использованием фильтров, монохроматоров и поляризаторов рентгеновского излучения. Описаны преимущества и недостатки представленных схем.

В §1.6 рассматриваются процессы поглощения рентгеновского излучения в веществе и показаны примеры применения анализа спектров поглощения рентгеновского излучения в науке и технике.

В §1.7 дано заключение к первой главе и сформулированы основные задачи, решение которых описано в этой работе.

**Во второй главе** описаны исследования интерференционных картин, возникающих при прохождении рентгеновского пучка через алмазную призму, а также исследования параметров тонкопленочных структур методом

энергодисперсионной рентгеновской рефлектометрии с использованием призмного рентгеновского спектрометра

В §2.1 описано исследование прохождения монохроматического рентгеновского излучения через алмазную призму. Обнаружены и объяснены возникающие при этом дифракционные эффекты. Дифракционная картина, проявляющаяся в дальней зоне, является очень схожей с дифракционной картиной, возникающей при дифракции на краю экрана в ближней френелевской зоне (Рис.1). Данное явление удалось описать при помощи введения параболического отклонения преломляющей грани призмы от плоскости и учитывания поглощения рентгеновского излучения в призме. Результаты численного моделирования также представлены на Рис.1. Данное

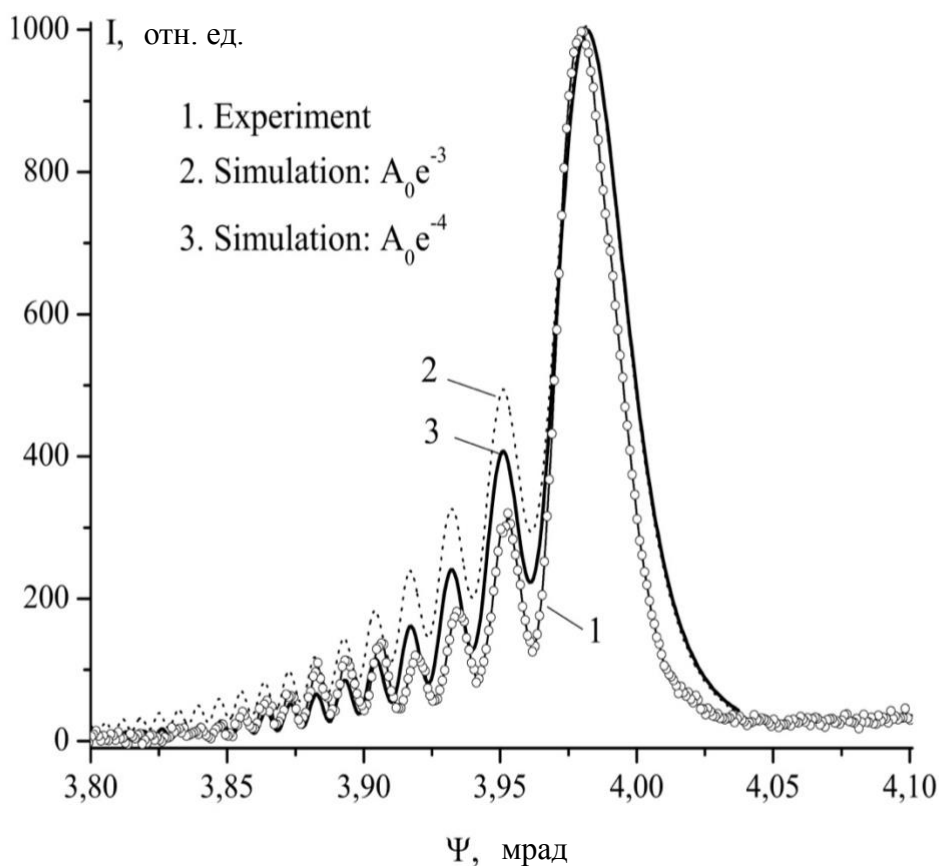


Рис. 1. Угловые дифракционные профили преломленного рентгеновского излучения: кружки – эксперимент; пунктирная и сплошная линии – расчетные зависимости при различных значениях степени ослабления в призме амплитуды волны  $A_0$

предположение подтвердилось также экспериментально, путем получения интерферограмм поверхности преломляющей грани призмы.

Соотношение интенсивностей и положение дифракционных пиков оказываются очень чувствительными к фазовым возмущениям в первичном пучке, что подтверждается путем введения в пучок пористого материала, который вносит в пучок хаотические изменения фазы. При этом дифракционная картина практически исчезает.

Таким образом, данное явление может быть использовано для изучения фазовых искажений малых участков рентгеновского волнового фронта  $\sim 1$  мкм. В то же время, при работе с полихроматическим рентгеновским излучением, этот эффект необходимо учитывать, чтобы избежать ошибок в конечном распределении спектральной интенсивности. В §2.2 приведены и описаны экспериментальные схемы, собранные на канале ID 10 синхротрона ESRF для проведения измерений методом энергодисперсионной рефлектометрии. Общий вид основной схемы показан на Рис.2. В этой схеме используется излучение полихроматической части спектра, генерируемого ондулятором, которое направляется под малым скользящим углом на исследуемую структуру, а затем направляется на призмный рентгеновский спектрометр. В такой геометрии измерение энергетической зависимости коэффициента отражения от исследуемой структуры производится одновременно во всем спектральном диапазоне. Это

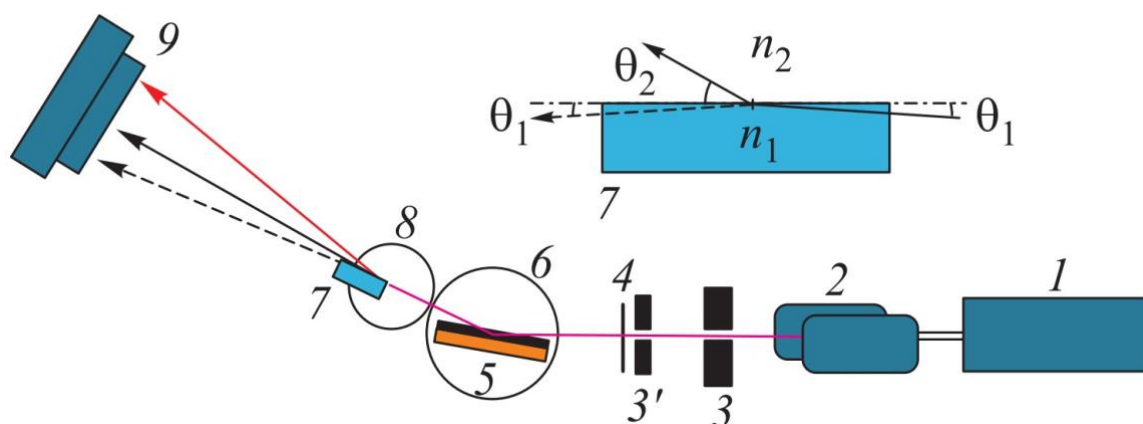


Рис. 2. Энергодисперсионная схема рентгеновской рефлектометрии с алмазной призмой: 1 - ондулятор; 2 – зеркала полного внешнего отражения; 3, 3' – коллимирующие щели; 4 – фильтр мягкой части спектра; 5 – образец; 6, 8 – гониометрические головки; 7 – алмазная призма; 9 – координатно-чувствительный детектор.

позволяет существенно сократить время измерения параметров структуры по сравнению с классической рентгеновской рефлектометрией, при которой измеряется угловая зависимость коэффициента отражения при фиксированной энергии излучения.

Далее показаны интерферограммы призм, которые были использованы для проведения измерений. На сегодняшний день не получается отполировать преломляющую грань призмы таким образом, чтобы получалась идеальная плоскость, однако эту проблему можно обойти, правильно выбрав рабочий участок призмы, продемонстрировано, каким образом нужно выбирать рабочий участок призмы, чтобы достичь наилучшего разрешения (Рис.3).

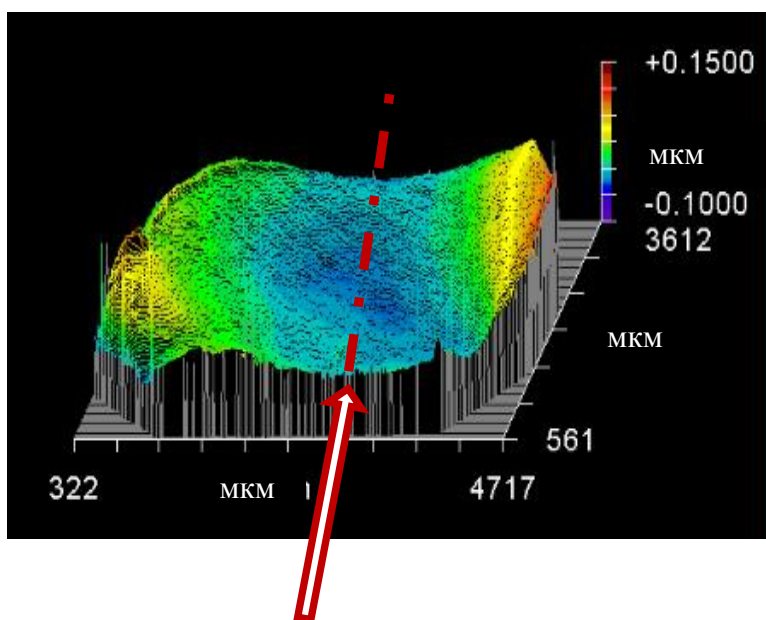


Рис. 3. Интерферограмма алмазной призмы, полученная на интерферометре ZYGO.

Стрелка – направление рентгеновского пучка.

Пунктирная линия – след оптимальной плоскости рефракции

Описаны методы, которые были использованы для выполнения калибровки призмного спектрометра, приведены оценки параметров спектрометра, использующегося для проведения исследования.

Дается описание исследуемых образцов, приводятся полученные экспериментальные данные и анализ полученных результатов. Показано, что результаты, полученные в ходе этих измерений, с высокой степенью достоверности совпадают с результатами, полученными при помощи классической рентгеновской рефлектометрии (Рис.4)

В заключение приведены расчеты, обосновывающие возможность перехода к ультракоротким временам измерения параметров тонкопленочных структур, и

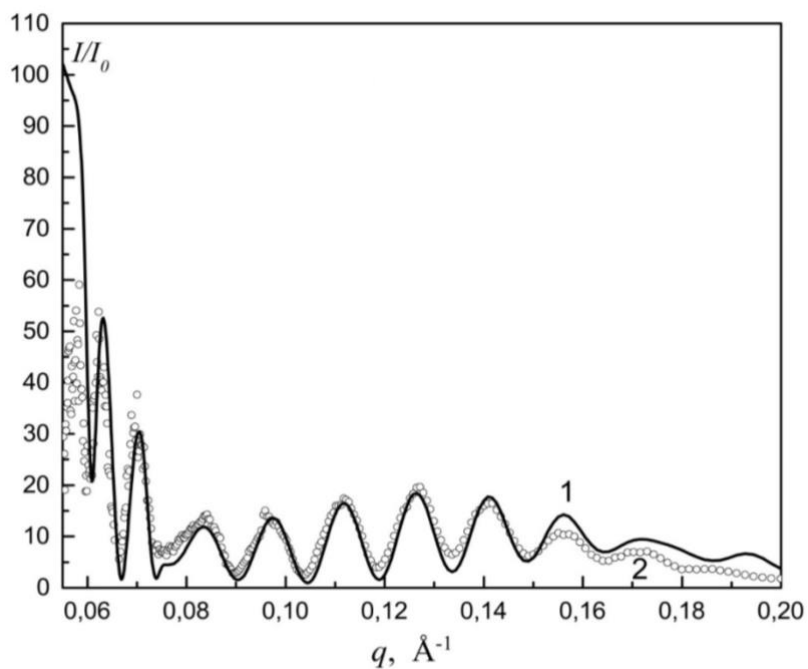


Рис.4. Экспериментальное (1) и расчетное (2) отношения интенсивностей отражений  $I_{C-Ni-Si}(q)/I_{Si}(q)$  от бислойной пленочной структуры 4 нм С – 37 нм – Ni – подложка Si с шероховатостью 0.7 нм и от полированной Si пластины с шероховатостью 0,4 нм

приводятся требования к источнику излучения, который позволит такой переход осуществить. Это является крайне актуальной задачей для исследования быстропротекающих процессов в тонких пленках. В частности, огромный интерес представляют процессы, проходящие при лазерной абляции.

В §2.3 приведены выводы ко второй главе диссертации.

**Третья глава** посвящена исследованиям свойств мозаичных кристаллов, исследована возможность осуществления широкополосной режекторной фильтрации за счет дифракционной экстинкции в пиролитическом графите, исследована возможность применения мозаичных кристаллов алмаза для получения интенсивных поляризованных пучков в лабораторных условиях.

В §3.1 описано исследование азимутальной зависимости дифракционного отражения от пленок высокоориентированного пиролитического графита (ВПГ). Показано, что пленки ВПГ имеют резко анизотропную зависимость коэффициента дифракционного отражения от азимутального угла поворота (Рис.5). Показано также, что проявление этой анизотропии резко усиливается при уменьшении размера рентгеновского зонда.

Объясняется это явление тем, что при небольшом сечении рентгеновского пучка, распределение кристаллических блоков, попадающих в пучок, нельзя считать равномерным.

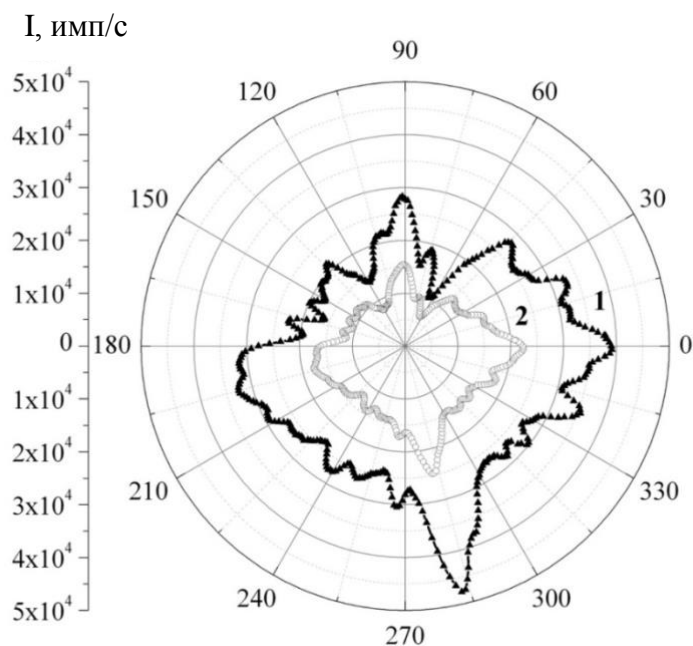


Рис. 5. Полярные диаграммы интегральной интенсивности дифракционного отражения на линиях  $\text{CuK}\alpha$  (1) и  $\text{CuK}\beta$  (2) от пленки ВПГ толщиной 50 мкм.

Данное обстоятельство необходимо учитывать при использовании пленок ВПГ в системах с переменным азимутальным углом падения пучка, например, в измерительных системах двумерного сканирования и экспериментальных схемах регистрации угловых и пространственных распределений рентгеновского излучения.

Показано, что существенно снизить азимутальную анизотропию можно путем накатывания тонкой пленки ВПГ на оптически полированную подложку. Это приводит к существенному расширению применимости ВПГ в рентгенооптических схемах.

В §3.2. изучен вопрос возможности применения ВПГ в качестве широкополосного режекторного рентгеновского фильтра, позволяющего убирать характеристические линии из спектра рентгеновской трубки, или основную гармонику из синхротронных пучков, не сильно снижая интенсивность остальной части спектра.

Приведены расчеты показывающие, что использование пленки, либо эшелона пленок ВПГ позволяет с высокой степенью эффективности отфильтровать из первичного спектра необходимую полосу. Экспериментально продемонстрировано, как эти результаты могут эффективно применяться для снижения уровня фона при РФА анализе.

В §3.3 показана возможность совместного использования поликапиллярной рентгеновской оптики и мозаичного алмазного кристалла–поляризатора для получения квазипараллельного монохроматического поляризованного рентгеновского пучка с энергией 8048 эВ, который можно использовать для проведения высокочувствительного рентгенофлуоресцентного элементного анализа.

Такой подход позволяет снизить уровень рассеянного возбуждающего сигнала на 19 дБ, что позволяет успешно детектировать слабые флуоресцентные линии.

Также описано, что использование двух поликапиллярных линз с алмазным кристаллом-поляризатором дает возможность проводить высокочувствительный локальный рентгенофлуоресцентный анализ.

В §3.4 приводятся основные выводы к главе 3.

**В четвертой главе** описан способ измерения малых концентраций тяжелых примесей в легких матрицах по скачкам рентгеновского фотопоглощения при помощи высокочувствительной энергодисперсионной схемы с полупроводниковым спектрометром. Глубина скачка фотопоглощения пропорциональна количеству вещества, попавшего в рентгеновский пучок. Измерив отношение интенсивностей до и после скачка, можно с высокой точностью определить концентрацию исследуемой примеси.

Существенной проблемой при измерении спектра в области скачка фотопоглощения является загруженность детектора сигналом, расположенном в спектральной области, далекой от измеряемого скачка. Обычно при этом максимум спектральной интенсивности также находится далеко от измеряемого скачка, причем интенсивность сигнала в области скачка может быть на порядок или несколько порядков ниже, чем в максимуме. Таким образом, для набора необходимой статистики в области скачка фотопоглощения требуется либо существенно увеличивать время измерения, либо с помощью оптических инструментов вносить коррективы в спектральное распределение интенсивности.

Для решения этой задачи могут быть использованы различные подходы. В §4.1 описан способ фильтрации первичного спектра при помощи комбинирования



абсорбционных фильтров и рентгеновских зеркал. При этом, варьируя толщину и материал абсорбционных фильтров, а также угол падения на рентгеновские зеркала и количество отражений от рентгеновских зеркал можно добиться того, чтобы интенсивность в области скачка фотопоглощения была близка к интенсивности в максимуме спектрального распределения, либо чтобы скачок фотопоглощения приходился на максимум спектрального распределения. В §4.2 описан другой способ фильтрации спектра, основанный на применении пластинки ВПГ в качестве полосового фильтра. Благодаря большому углу мозаичности ( $\sim 1^\circ$ ), дифракционное условие выполняется для довольно широкого спектрального диапазона. Это позволяет выбрать угол установки фильтра таким образом, чтобы середина выделяемого спектрального диапазона приходилась на скачок фотопоглощения. В этом случае вне выделяемого спектрального участка интенсивность практически равна нулю, что позволяет наращивать мощность и с высокой эффективностью регистрировать полезный сигнал. Поскольку во многих случаях полоса, выделяемая пластинкой ВПГ, оказывается уже, чем необходимо для корректного численного решения обратной задачи, было осуществлено искусственное уширение выделяемой спектральной полосы путем качания пластинки ВПГ с переменным угловым шагом, либо переменной экспозицией.

Следует отметить, что выполняется условие  $\Delta E_s \gg \Delta E_j$ , где  $\Delta E_s$  – энергетическое разрешение спектрометра, а  $\Delta E_j$  – ширина скачка фотопоглощения. Поэтому при анализе результатов измерений приходится решать уравнение свертки для восстановления истинной формы скачка фотопоглощения. Поскольку спектральная интенсивность – медленно меняющаяся функция, решение уравнения свертки с высокой степенью достоверности является истинным. На рис.6 приведены экспериментальные данные, реконструированный скачок поглощения, и аппроксимация экспериментальной кривой для органического раствора, содержащего наночастицы серебра.

В §4.3 приведены основные выводы к главе 4.

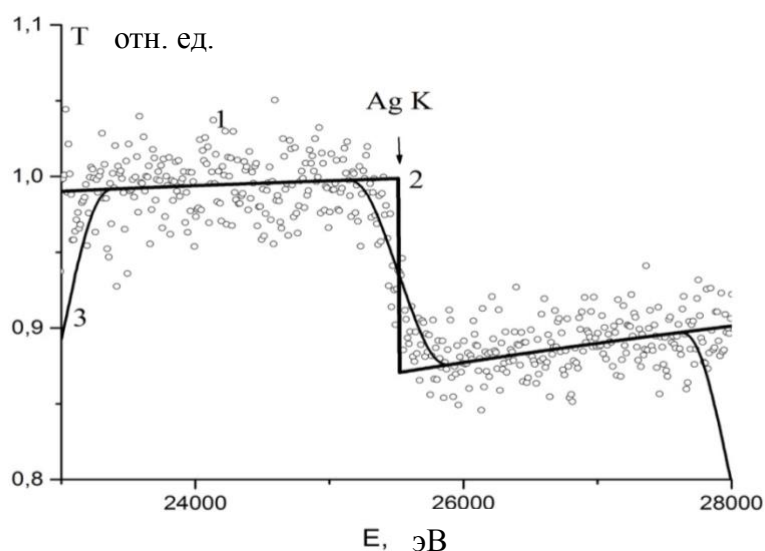


Рис. 6. Спектр пропускания образца с примесью Ag при угловом сканировании в диапазоне углов  $\theta=3.1^\circ \div 5.1^\circ$  в области К-скачка поглощения Ag: 1 – экспериментальные данные, 2 – реконструированный скачок поглощения, 3 – аппроксимация экспериментальной кривой.

### Основные результаты работы:

1. Разработана энергодисперсионная рефлектометрическая схема на базе призмной оптики, позволяющая получать интерференционную картину в широком диапазоне изменения модуля вектора рассеяния  $q$  без углового сканирования с предельным разрешением порядка 10-50 эВ. С помощью разработанной призмной рентгеновской оптики на синхротронном канале ESRF исследовано отражение полихроматического рентгеновского излучения от тонкопленочных наноструктур в диапазоне энергий 6 - 20 кэВ. Обоснована возможность проведения такого анализа с временным разрешением порядка длительности рентгеновского импульса, что может быть применено для изучения ультрабыстрых процессов в слоистых наноструктурах при интенсивном внешнем воздействии импульсами лазерного излучения или заряженных частиц.

2. Обнаружено, что геометрические отклонения параболического типа профиля преломляющей грани призмы от плоскости приводят к интерференционной картине, которая по структуре осцилляций аналогична краевому дифракционному эффекту. Высокая чувствительность к фазовым возмущениям обеспечивает возможность использования этого эффекта для анализа фазовых возмущений волнового фронта на участке с характерным размером  $\sim 1$  мкм.

3. На базе пленочных и объемных монохроматоров из высокоориентированного пиролитического графита с углом мозаичности  $0,4 - 0,8^\circ$

созданы высокочувствительные энергодисперсионные схемы с полупроводниковым спектрометром для определения концентрации примесей по скачкам рентгеновского фотопоглощения. Оптимизация спектра в исследуемой полосе обеспечивается путем последовательных отражений прошедшего через образец излучения от рентгеновских зеркал и изменения угла скольжения анализируемого пучка, либо путем выделения исследуемой области при помощи статических, либо качающихся пленок высокоориентированного пиролитического графита. Представлены результаты измерения спектров поглощения в тестовых образцах, достигнута чувствительность порядка  $10^{-3}\%$ .

4. Показана возможность эффективной режекторной фильтрация непрерывного рентгеновского спектра возбуждения в области энергии излучения  $E \geq 8$  кэВ. Дифракционная экстинкция в высокоориентированном пиролитическом графите при дифракции от плоскостей (002) обеспечивает возможность ослабления спектральной плотности более чем на 20 дБ и режекции спектральной полосы шириной  $\sim 1$  кэВ. Снижение статистических флуктуаций фона упруго рассеянного излучения достигается при совмещении положений дна сформированной спектральной долины и анализируемой флуоресцентной линии. Предложенная схема режекторной фильтрации позволяет также подавлять интенсивные характеристические линии в первичном и рассеянном спектрах излучения.

5. С помощью мозаичного кристалла алмаза с ориентацией отражающих плоскостей (113) и коллимирующей поликапиллярной оптики на линии  $\text{CuK}\alpha$  получены поляризованные монохроматические рентгеновские пучки с рекордной интенсивностью. При использовании компактного микрофокусного источника мощностью около 20 Вт это позволяет получить поток поляризованного излучения более, чем  $10^6$  фотон/с. При измерениях в плоскости поляризации спектров флуоресценции это обеспечивает снижение уровня рассеянного излучения до 19 дБ.

## Список опубликованных работ

### Публикации в журналах, входящих в базы Wos и Scopus:

1. Турьянский А.Г., Гижа С.С., Сенков В.М. *Анизотропия дифракционных характеристик тонких пленок пиролитического графита* // Письма в ЖТФ. – 2013. – Т. 39. – №. 6. – С. 573-575. DOI:10.1134/S1063785013060254
2. Турьянский А.Г., Коновалов О.В., Гижа С.С., Бейлин Н.Д. *Краевой дифракционный эффект при рефракции рентгеновского излучения в алмазной призме* // Письма в ЖЭТФ. – 2014. – Т. 100. – №. 8. – С. 540-542. DOI: 10.1134/S0021364014200119
3. Турьянский А.Г., Гижа С.С., Сенков В.М., Савельев С.К. *Энергодисперсионная рентгеновская спектрометрия скачков фотопоглощения с фильтрацией спектра рентгеновскими зеркалами* // Письма в ЖТФ. – 2014. – Т. 40. – №. 4. – С. 346-349. DOI: 10.1134/S1063785014040269
4. Турьянский А.Г., Гижа С.С., Сенков В.М., Пиршин И.В., Станишевский. Я. М. *Режекторная фильтрация спектра возбуждения при энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии слабых сигналов*// Письма в ЖЭТФ. – 2016. – Т. 104. – №. 6. – С. 417-420. DOI: 10.1134/S0021364016180120
5. Turyanskiy A.G., Gizha S.S., Senkov V.M., Stanishevskiy Ya.M. *The energy dispersive scheme of X-ray fluorescence analysis with a crystal polarizer and polycapillary optics* // X-Ray Spectrometry. – 2017. – Т. 46. – №. 6. – С. 548-553. DOI: 10.1002/xrs.2794
6. Турьянский А. Г., Гижа С. С., Коновалов О. В. *Быстрая и ультрабыстрая энергодисперсионная рентгеновская рефлектометрия на основе призмной оптики* // Письма в ЖЭТФ. – 2017. – Т. 106. – №. 12. – С. 789-793.
7. Турьянский А.Г., Гижа С.С., Сенков В.М., Станишевский. Я. М. *Энергодисперсионная схема с полосовым фильтром для определения содержания тяжелых элементов по спектрам рентгеновского поглощения* // Известия РАН. Серия физическая – 2018 – Т. 82. – № 4 – С. 369-371.

### **Публикации в журналах из перечня ВАК:**

1. Турьянский А.Г., Анисимов В.И., Бейлин Н.Д., Герасименко Н.Н., Гижа С.С., Капустянов В.Е., Пиршин И.В., Сенков В.М., Смирнов Д.И. *Аналитическая система CompleXRay для рентгеновской диагностики наноструктур* //Нанотехника. – 2012. –Т.32, № 4 С. 7-12

### **Публикации тезисов докладов в сборниках трудов конференций:**

1. Гижа С.С., Бейлин Н.Д. *Новые возможности для исследования слоистых наноструктур с помощью относительной рефлектометрии*// Сборник трудов 55й Научной конференции МФТИ, Долгопрудный 2012, стр 75-76.
2. Гижа С.С. *Энергодисперсионная рентгеновская спектрометрия скачков фотопоглощения с фильтрацией спектра рентгеновскими зеркалами*//Сборник трудов. V Всероссийской молодежной конференции по фундаментальным и инновационным вопросам современной физики, Москва ,2013, стр 145
3. Turyanskiy A.G., Gizha S.S., Senkov V.M., Arapkina L.V., Chapnin V.A., Chizh K.V., Kalinushkin V. P., Storozhevykh M. S., Uvarov O.V., Yuryev V.A. *Investigation of quantum-dimensional structure parameters by X-ray, optical, scanning tunneling and transmission electron microscopy.*// Abstract book NANO-2013, International symposium «Nanostructures: Physics and Technology», Санкт-Петербург, 2013, стр 166-167.
4. Gizha S.S. *Edge diffraction effect at the refraction of X-Rays in a diamond prism*// Book of abstracts, The International Joint School "Smart Nanomaterials and X-ray Optics 2016, Калининград, 2016, стр 21
5. Гижа С.С. *Исследование параметров тонких пленок методом быстрой энергодисперсионной рефлектометрии*// Сборник трудов XV Школы молодых ученых «Актуальные проблемы физики, Москва, 2 стр 23-24

### **Иные публикации по теме диссертации:**

1. Турьянский А.Г., Гижа С.С. и др. *Многоканальный аналитический рентгеновский комплекс на базе яркого микрофокусного источника*

//Наноиндустрия. – 2015. – №. 7. – С. 40-51. DOI:10.22184/1993-8578.2015.61.7.40.50

2. Хаддаж М.Х., Гижа С.С. и др., *Иммобилизация биогенных наночастиц сульфида серебра на полимерные микросферы для создания функциональных комбинированных наноматериалов* //Актуальная биотехнология. – 2016. –Т. 18– №. 3– С. 63-63.