

# Рефракционные элементы на основе отечественных бериллиевых материалов

А.А. Семенов<sup>1</sup>, А.В. Забродин<sup>1</sup>, В.В. Горлевский<sup>1</sup>, М. С. Шевердяев<sup>1</sup>,  
А.В. Лизунов<sup>1</sup>, Д.А. Брылёв<sup>1</sup>, А. С. Аникин<sup>1</sup>, А.В. Бузмаков<sup>2</sup>, Ю.М. Дымшиц<sup>2</sup>,  
В.В. Волков<sup>2</sup>, О.М. Жигалина<sup>2,3</sup>, Д.Н. Хмеленин<sup>2</sup>, А.В. Серегин<sup>2,3</sup>,  
Р.А. Сенин<sup>4,2</sup>, Б.С. Роцин<sup>2</sup>, В.Е. Асадчиков<sup>2,5</sup>, М.В. Ковальчук<sup>4,2,5</sup>

*1 АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт  
неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара»*

*2 Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт  
кристаллографии имени А.В. Шубникова Российской академии наук.*

*3 Московский Государственный Технический Университет  
им. Н.Э. Баумана*

*4 Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт"*

*5 Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова*

**Асадчиков Виктор Евгеньевич**  
**asad@crys.ras.ru**

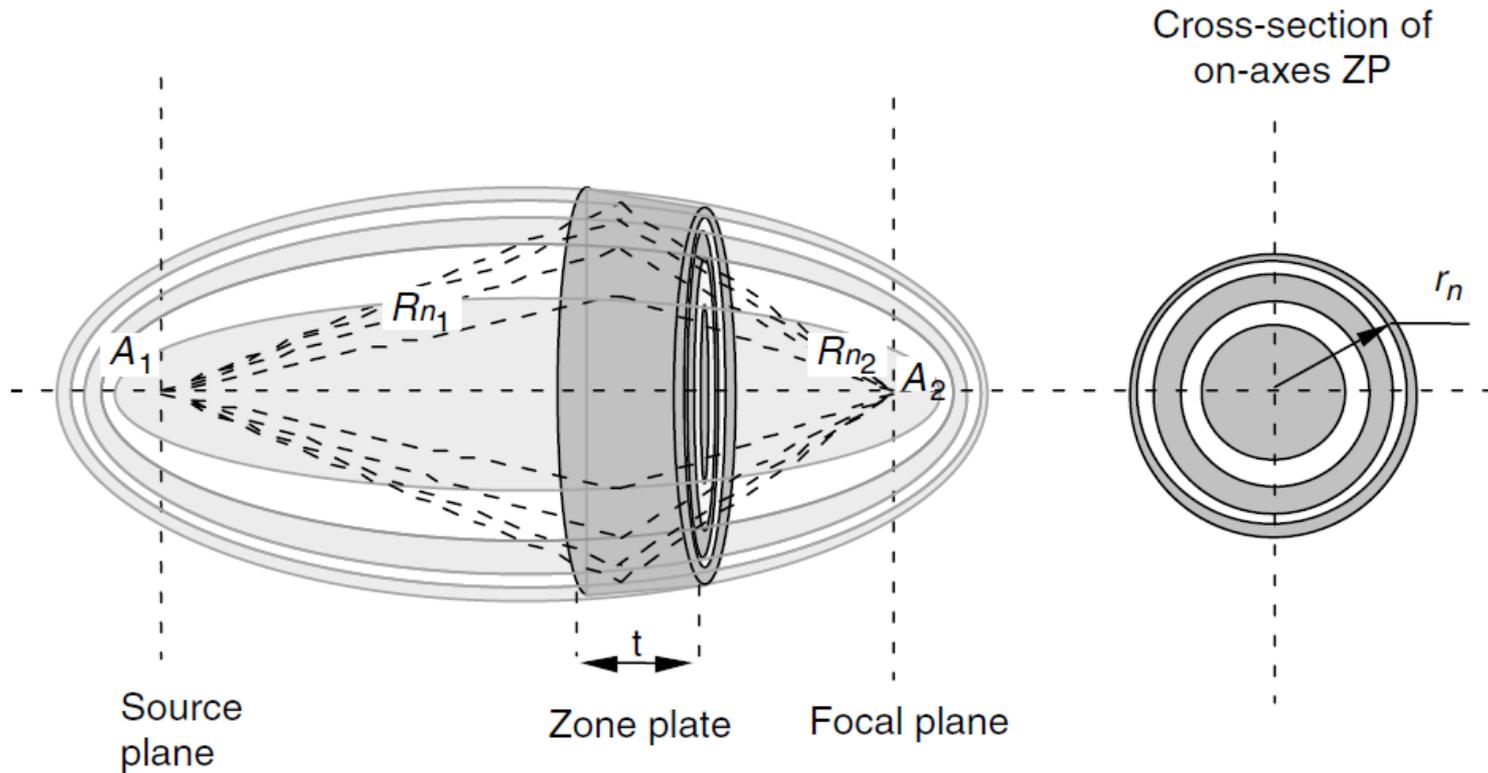
# Для чего нужна рентгеновская оптика

- Поворот рентгеновского пучка (его касаться не будем)
- Получение увеличенных или уменьшенных изображений
- Фокусировка рентгеновского излучения

# Какие рентгеновские элементы могут быть использованы для этих двух целей

- Многослойные рентгеновские зеркала (главным образом для мягкого рентгеновского излучения)
- Зеркала скользящего падения (главным образом для жесткого рентгеновского излучения)
- Капиллярная оптика
- Зонные пластинки (Френеля)
- Рефракционные линзы

# Принципиальная схема зонной пластинки



$$r_n = \sqrt{\frac{nR_{01}R_{02}\lambda}{R_{01} + R_{02}}}$$

$$(1/R_{01}) + (1/R_{02}) = 1/F$$

$$r_n = \sqrt{Fn\lambda}$$

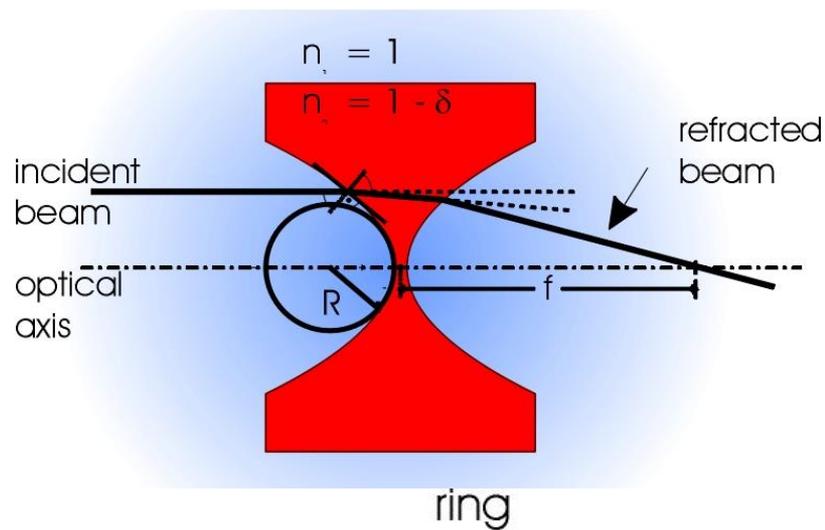
Все эти элементы существуют, поскольку фазовая скорость рентгеновского излучения у веществе больше чем в вакууме.

# Рефракционные линзы (из бериллия)

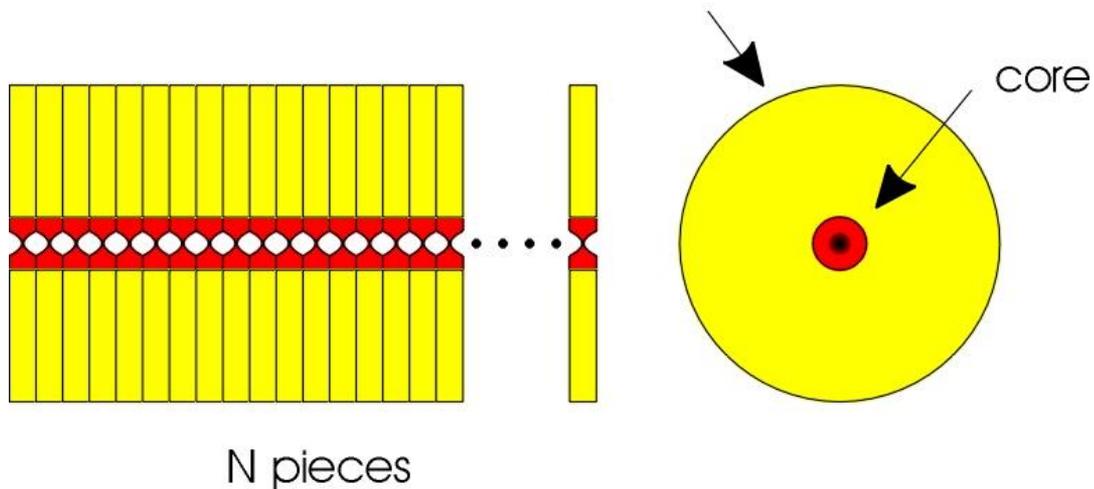
- Основополагающие публикации
- A.Snigirev, V.Kohn, I.Snigireva, B.Lengeler. A compound refractive lens for focusing high-energy X-rays. Nature, Vol 384 (1996), pp.49-51. (цилиндрические линзы из алюминия)
- B.Lengeler, A.Snigirev, C.Shroer et al. A microscope for hard x-rays based on parabolic compound refractive lenses. Appl. Phys. Let. vol 74 .№26 pp. 3924-3926 (1999)  
(многокомпонентные линзы из бериллиевых параболоидов)

# Как они выглядят

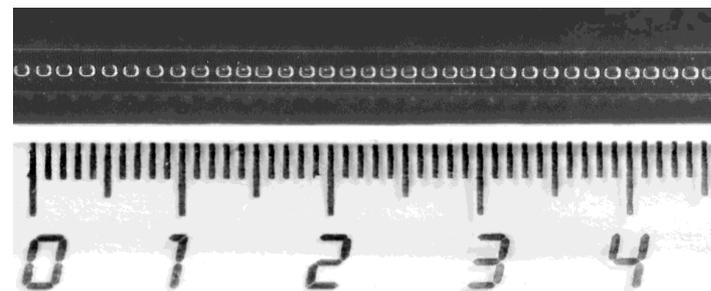
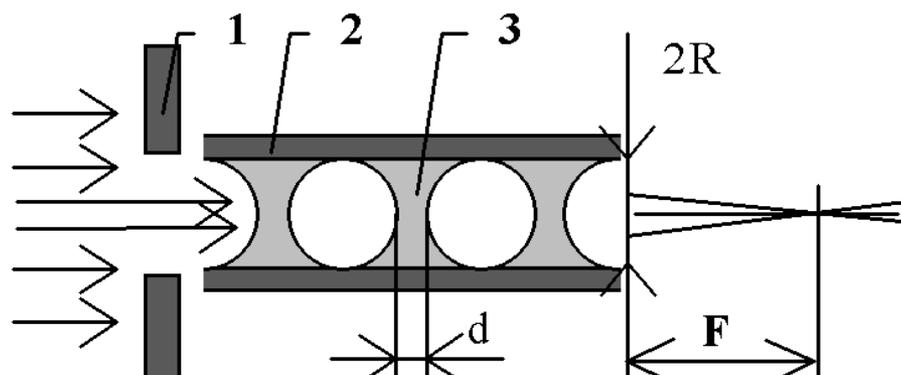
один элемент



общий вид  
всей линзы



# Составные преломляющие (пузырьковые) линзы



1 – диафрагма

2 – капилляр

3- полимер

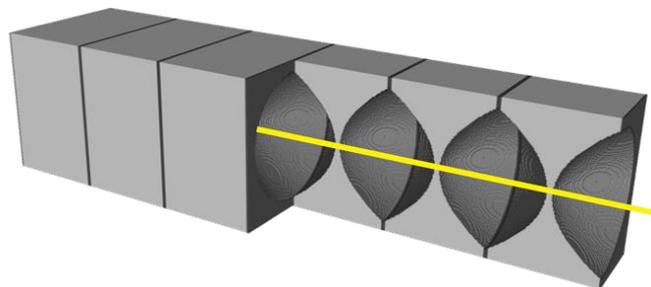
Внутренний диаметр  
капилляра 0.8 мм

Количество пузырьков 67

Фокусное расстояние: CrK $\alpha$  95 мм, CuK $\alpha$  180 мм.

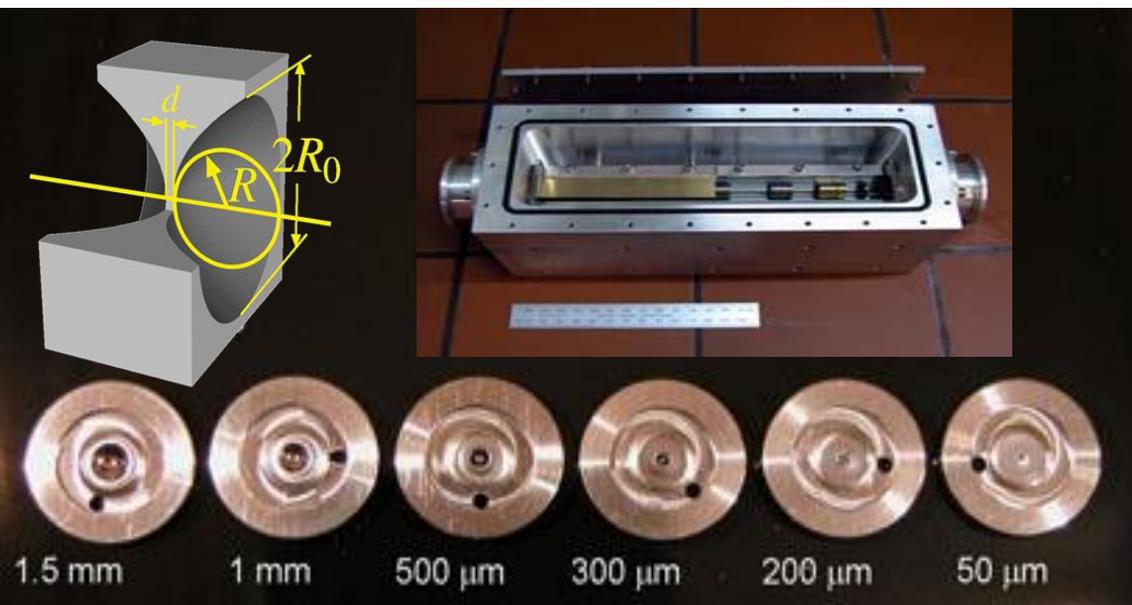
V.E. Asadchikov, A.V. Buzmakov, A.V. Popov, R.A. Senin, I.V. Suloev, A.V. Vinogradov, «**X-ray magnification with the use of the microcapillary lens: simulations and experiments**», Proceedings of SPIE -- Volume 6163. Saratov Fall Meeting 2005: Optical Technologies in Biophysics and Medicine VII, Valery V. Tuchin, Editor, 61631G (Jul. 24, 2006)

# Рентгеновские рефракционные оптические устройства (РОУ)



Представляют собой набор двояковогнутых элементов с параболическими выемками

Принцип работы – преломление излучения на границе раздела материалов



Единственный производитель РОУ в мире - Rxoptics Ink.

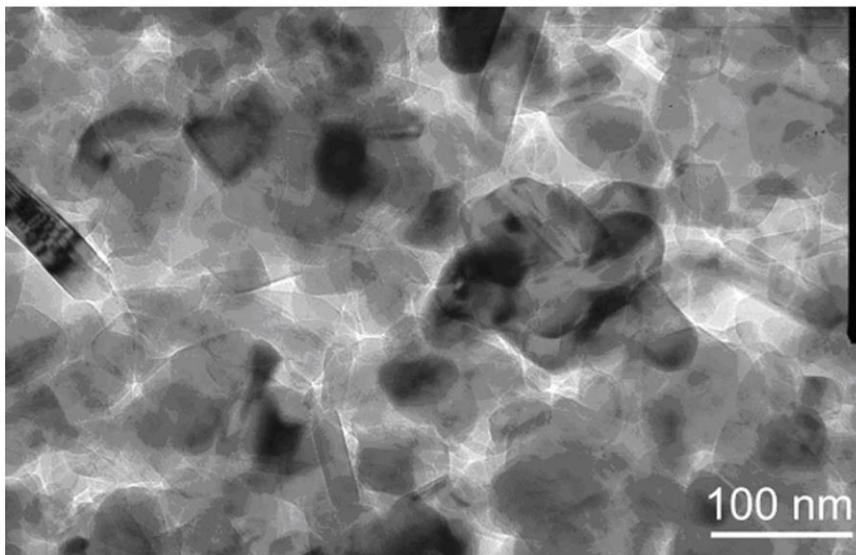
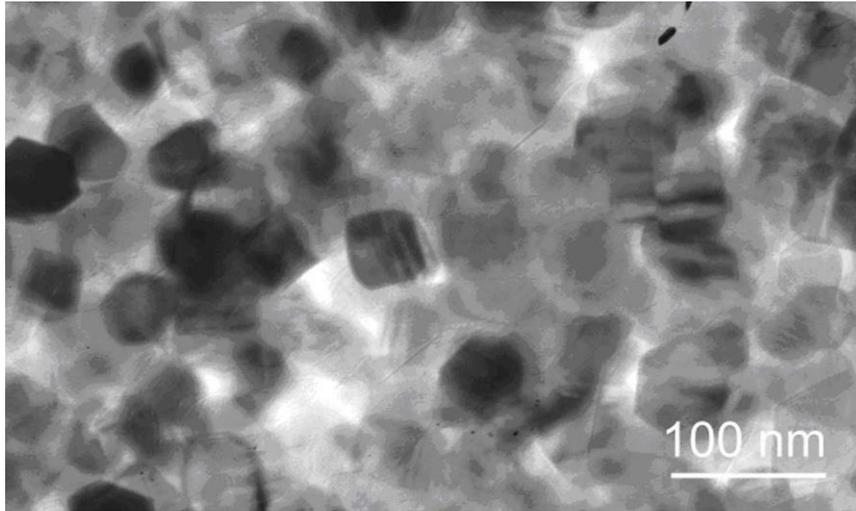
В качестве оптической среды использует бериллий, приобретаемый у Materion Corp. (США)

( с сайта [www.rxoptics.de](http://www.rxoptics.de))

# КАКИЕ ПРОБЛЕМЫ

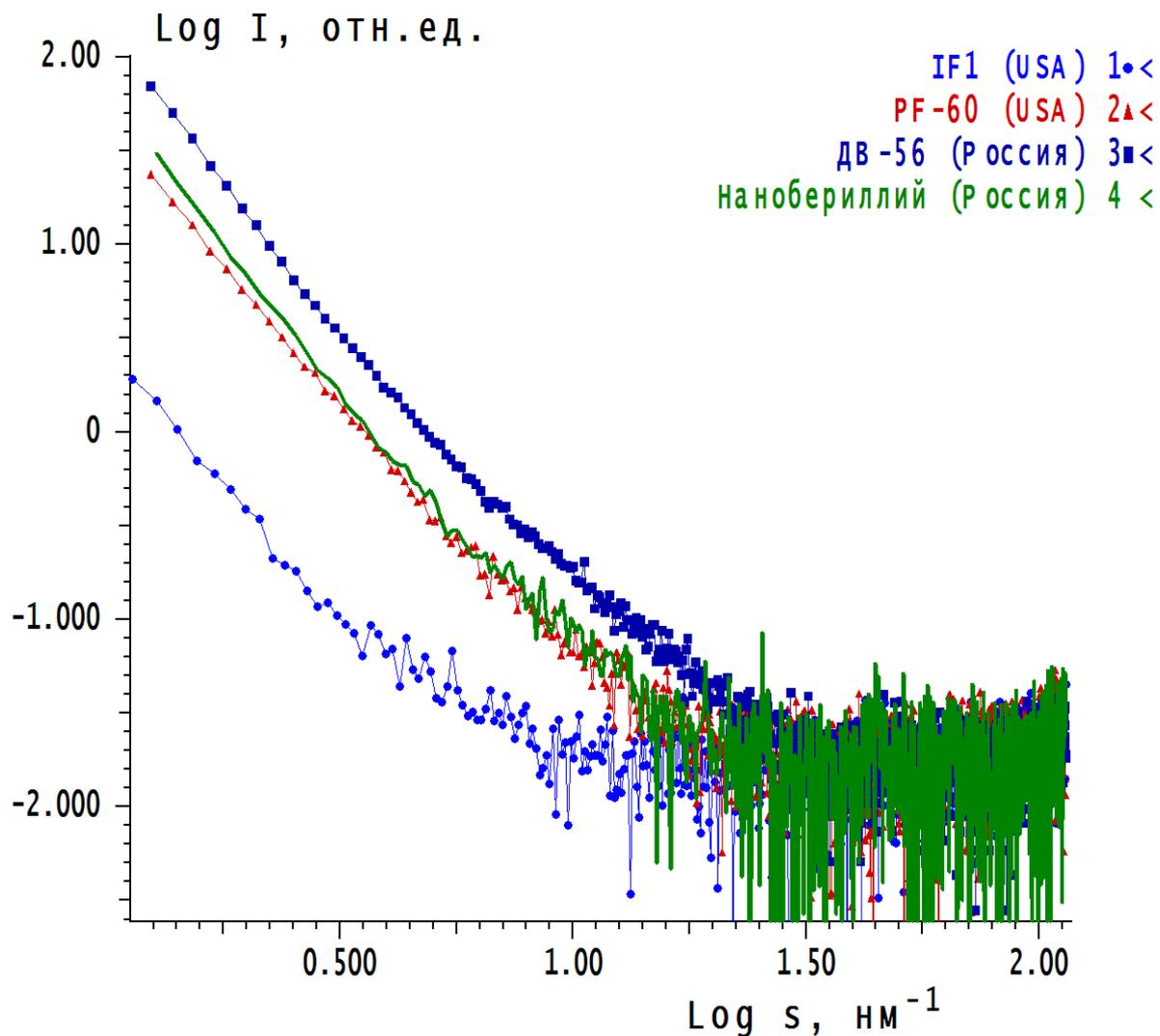
- 1. Нужно выдержать форму каждого параболоида (в сборке)
- 2. Нужно совместить оси всех параболоидов с максимальной точностью
- 3. Нужно использовать слабо рассеивающий бериллий

# Как выглядит металлический бериллий на субмикронном уровне



- Примеры зеренной структуры бериллиевых материалов.

# Какие бериллиевые материалы существуют и как их сравнивать



Необходим критерий  
гомогенности материала  
в диапазоне размеров,  
которые могли бы  
влиять на качество  
сформированного пучка

Малоугловое  
рентгеновское  
рассеяние:  
информация о  
количестве и размерах  
рассеивающих  
неоднородностей

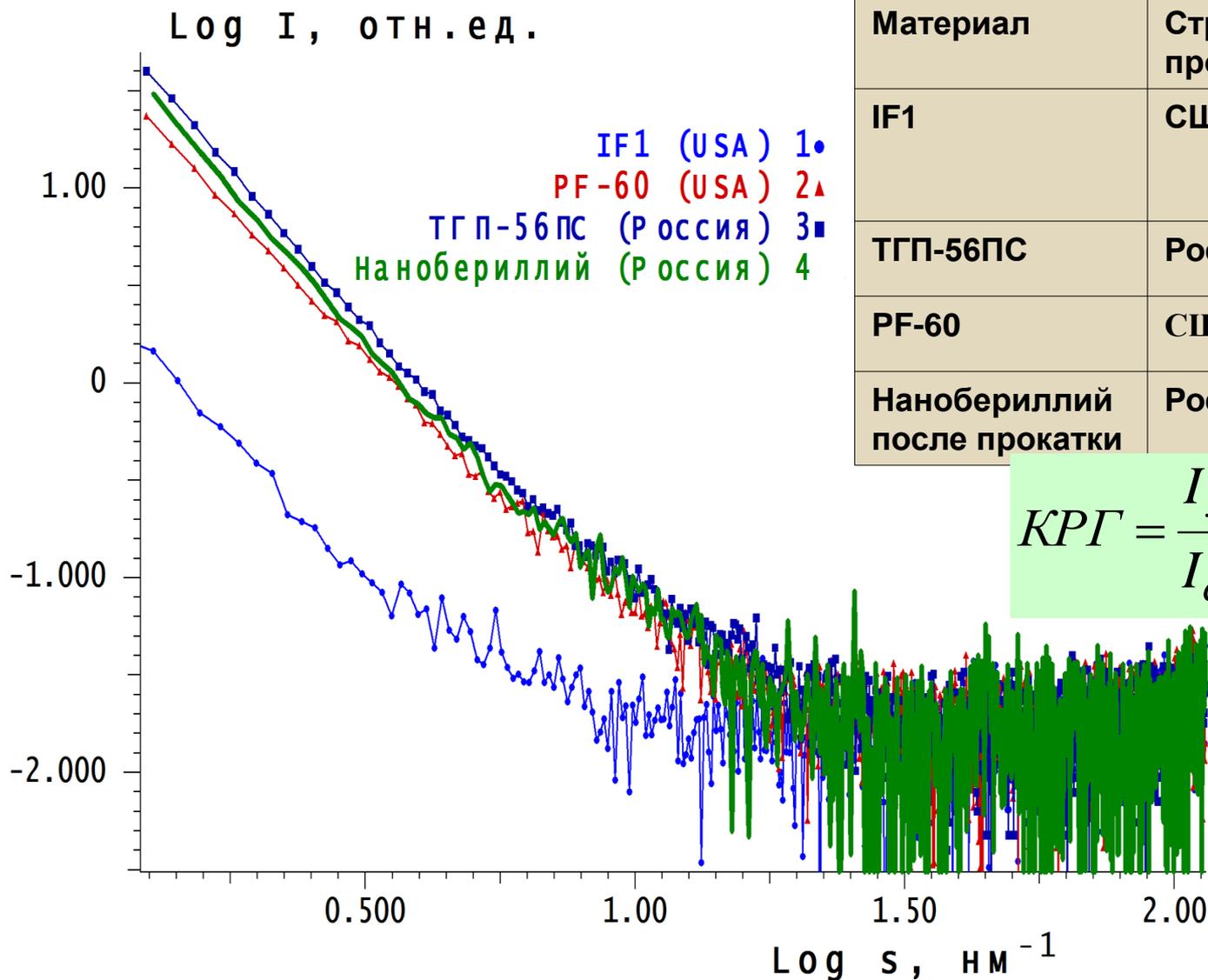
# Определение критерия рентгеновской гомогенности (КРГ) по данным малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРР)

- КРГ - численная характеристика однородности материала, определяемая по данным МУРР
- Интенсивность МУРР пропорциональна **среднеквадратичной флуктуации электронной плотности материала**. Флуктуации плотности вызываются как наличием пор и межзеренных границ, так и наличием атомов и кластеров примесных атомов и окислов. Таким образом, определяемый **КРГ представляет собой интегральный критерий**.
- Наличие примесей всегда приводит к увеличению интенсивности МУРР. Однако более важен характер их распределения в толще материала.
- КРГ отражает качество материала, измеренное относительно эталонного образца, от которого требуется наличие минимального содержания примесей и минимальная интенсивность МУРР:

$$КРГ(\text{материала}) = \frac{I_{\text{материала}}}{I_{\text{стандарта}}} \cdot 100\%$$

- Величина КРГ может лежать в диапазоне от малых значений (плохое качество) до 100% (эталонное качество) или превышать 100% (качество выше эталона).
- Измеряемые параметры зависят от длины волны излучения, поэтому характеризацию образцов необходимо проводить на той длине волны, при которой будет проводиться их эксплуатация. В настоящей работе измеряли КРГ по линии  $\text{CuK}\alpha$  (0.154 нм)

# Малоугловое рентгеновское рассеяние и гомогенность отечественных и зарубежных сортов металлического бериллия



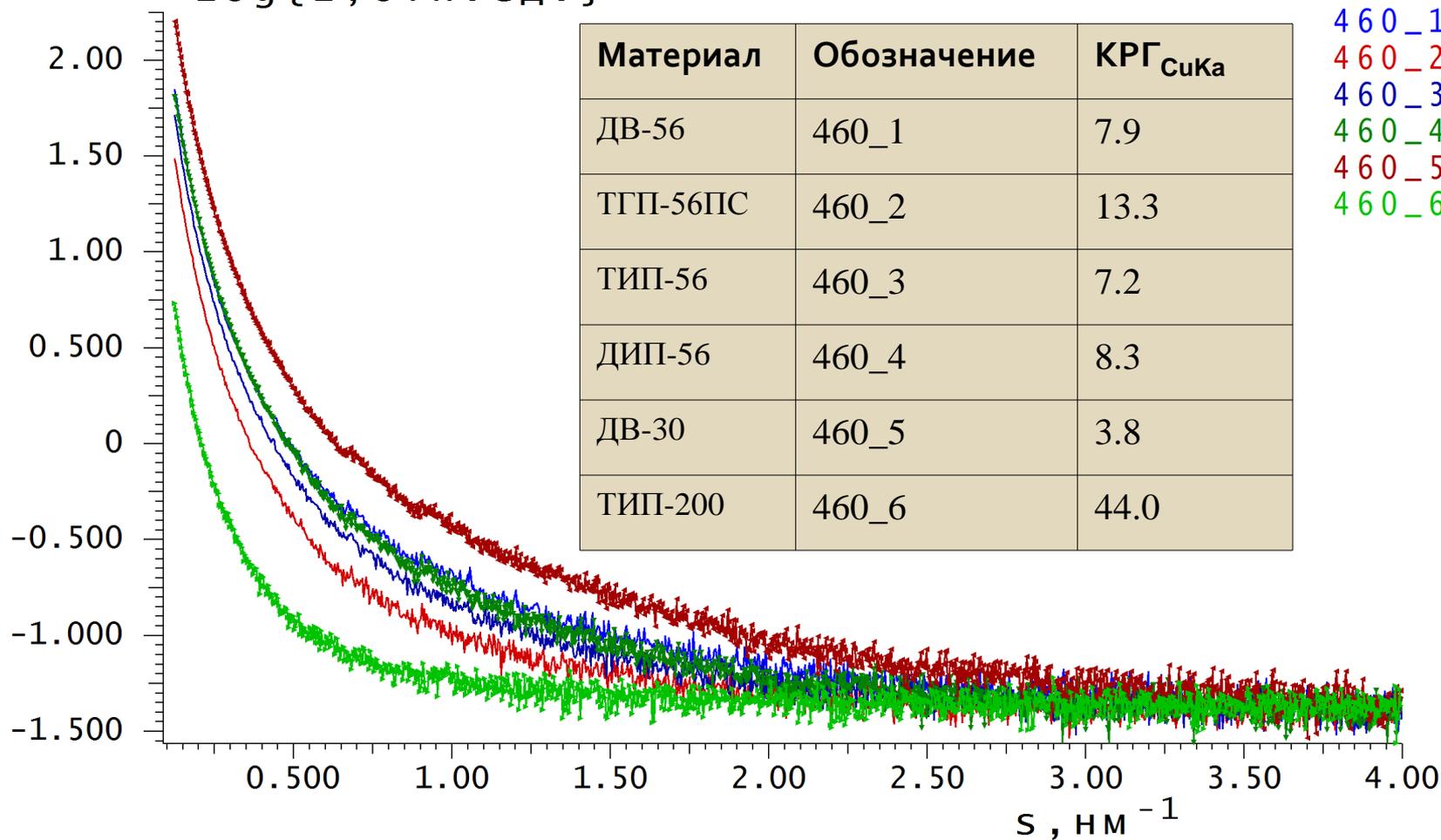
Материал	Страна-производитель	КРГ %
IF1	США (в качестве стандарта)	100
ТГП-56ПС	Россия (линзы)	13.3
PF-60	США (линзы)	17.1
Нанобериллий после прокатки	Россия	13.4

$$KPG = \frac{I_{\text{материала}}}{I_{\text{стандарта}}} \cdot 100\%$$

# Рентгеновская гомогенность отечественных заводских сортов бериллия

Рассеяние от заводских сортов Be

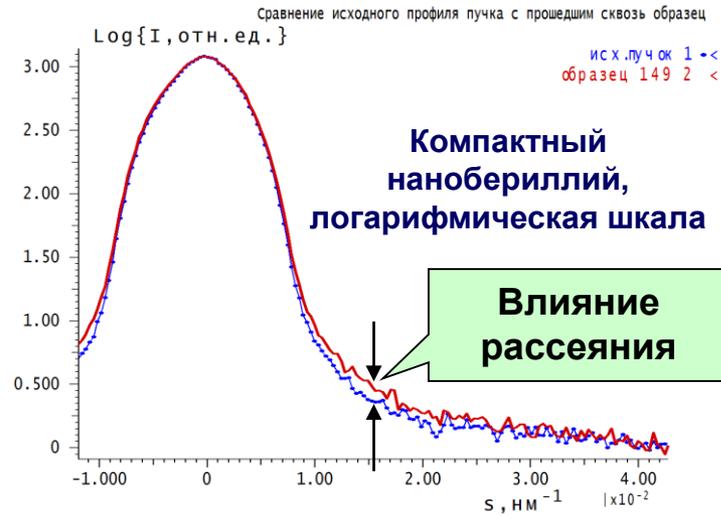
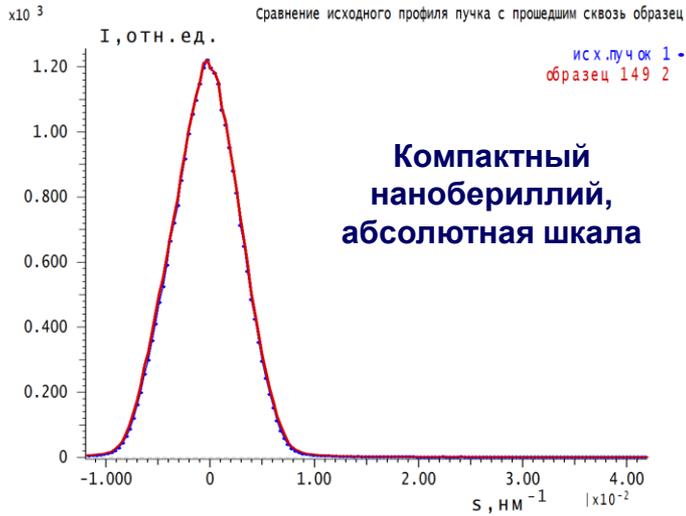
$\text{Log}\{I, \text{отн. ед.}\}$



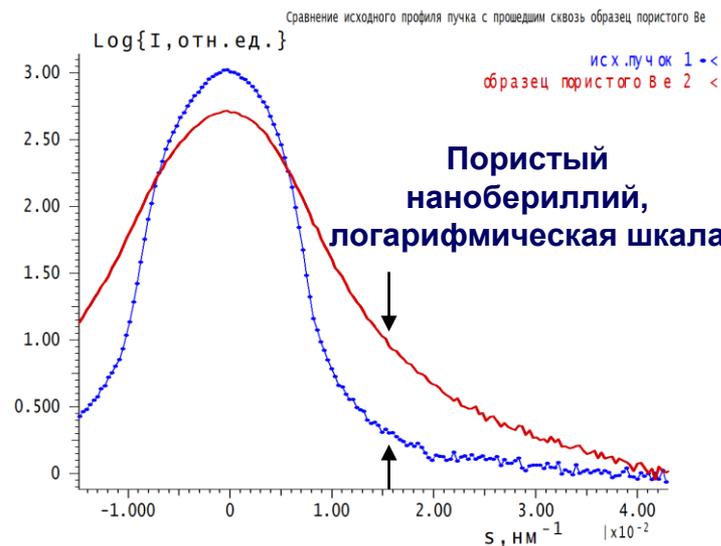
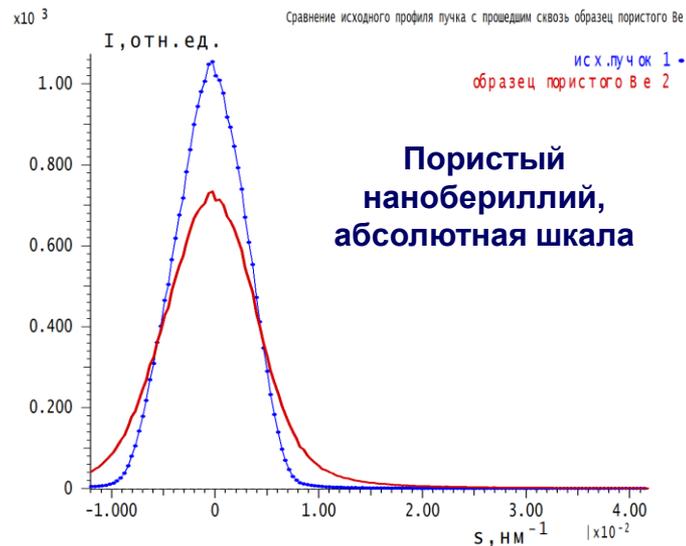
# Критерии рентгеновской гомогенности, полученные для различных бериллиевых материалов

Образец	Материал (производитель)	Интенсивность МУРР в диапазоне 0.1–10.0 нм <sup>-1</sup> (0.084°–7.0°)	КРГ, %	Коэфф. погл. см <sup>2</sup> /г
if1	Бериллий IF-1 (США, Materion)	0.033±0.002 (эталон)	100±6	1.37±0.01
pf-60	Бериллий PF-60 (США, Materion)	0.18±0.01	17.1±0.8	1.38±0.01
ps-200	Бериллий PS-200 (США, Materion)	0.30±0.01	11.0±0.4	1.38±0.01
460_1	Бериллий ДВ-56 (СССР, УМЗ)	0.42±0.02	7.9±0.4	1.38±0.01
460_2	Бериллий ТГП-56ПС (РФ, Базальт)	0.25±0.01	13.3±0.5	1.38±0.01
460_3	Бериллий ТИП-56 (СССР, УМЗ)	0.46±0.02	7.2±0.3	1.38±0.01
460_4	Бериллий ДИП-56 (СССР, УМЗ)	0.40±0.02	8.3±0.4	1.38±0.01
460_5	Бериллий ДВ-30 (СССР, УМЗ)	0.87±0.04	3.8±0.2	1.38±0.01
460_6	Бериллий ТИП-200 (СССР, УМЗ)	0.075±0.003	44±2	1.35±0.02
460_7	Литой бериллий сорта Б-1 (АО “УМЗ”, Республика Казахстан)	0.054±0.009	30±5	1.40±0.03
149	Нанобериллий (РФ, ВНИИНМ)	1.42±0.08	2.4±0.1	1.38±0.01
149_ann	149 после отжига	1.40±0.06	2.4±0.1	1.38±0.01
P213_9_ver	Нанобериллий 149, прокатанный, изм. перпендикулярно плоскости рассеяния	0.246±0.008	13.4±0.5	1.38±0.01
p213_9_hor	Нанобериллий 149 прокатанный, изм. параллельно плоскости рассеяния	0.215±0.007	15.3	1.38±0.01

# Сравнение профилей центрального пучка и пучка, прошедшего через образцы нанобериллия



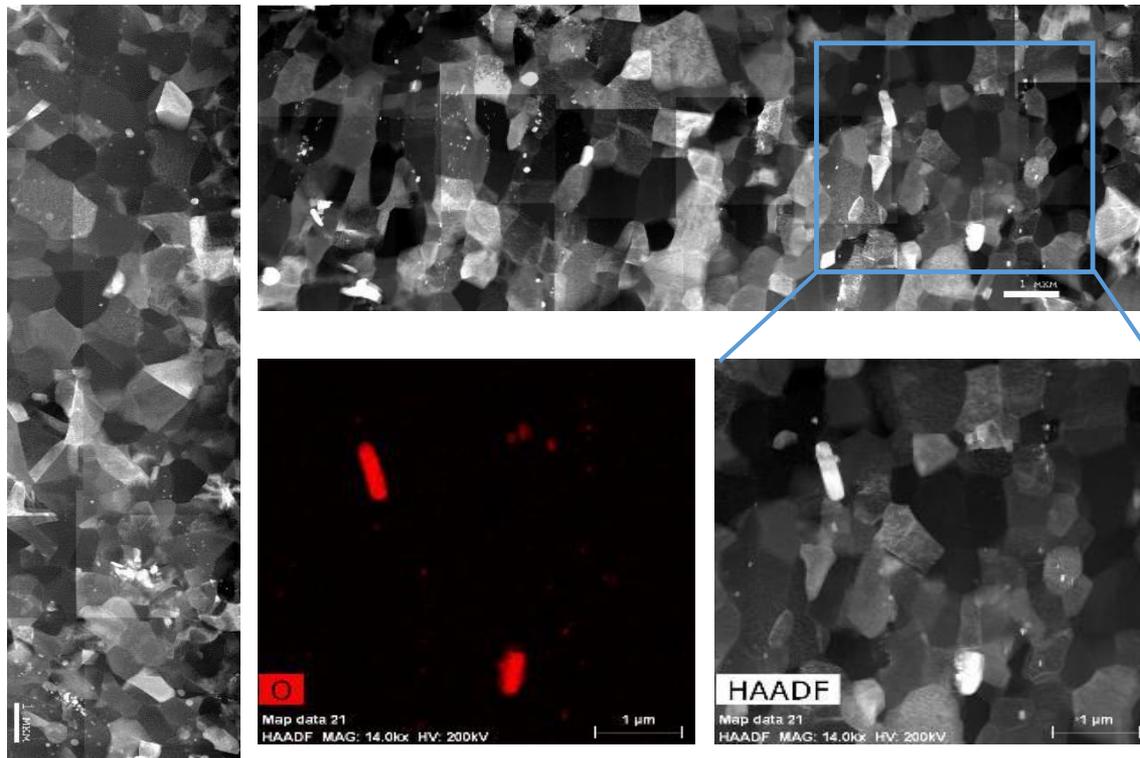
**Доля рассеяния (относительно максимума) по величине интенсивности в области, показанной стрелками, не более 0.04%, интегральная доля в области углов (0.1-10  $\text{нм}^{-1}$ ) не более 1.5%**



**Доля рассеяния по величине (относительно максимума) интенсивности в области, показанной стрелками, около 7.7%, интегральная доля в области углов (0.1-10  $\text{нм}^{-1}$ ) около 65%**

# Чем определяется малоугловое рентгеновское рассеяние

- Панорамные изображения зёрненной структуры области перешейка бериллиевой линзы (толщина перешейка 41 мкм): а) ПРЭМ-изображение сечения, вырезанного перпендикулярно оптической оси линзы («в плане»); б) включения оксида  $\text{BeO}$ ; в) увеличенное изображение участка сечения с включениями оксида  $\text{BeO}$  различных размеров; г) ПРЭМ-изображение сечения, вырезанного параллельно оптической оси линзы (поперечный срез)



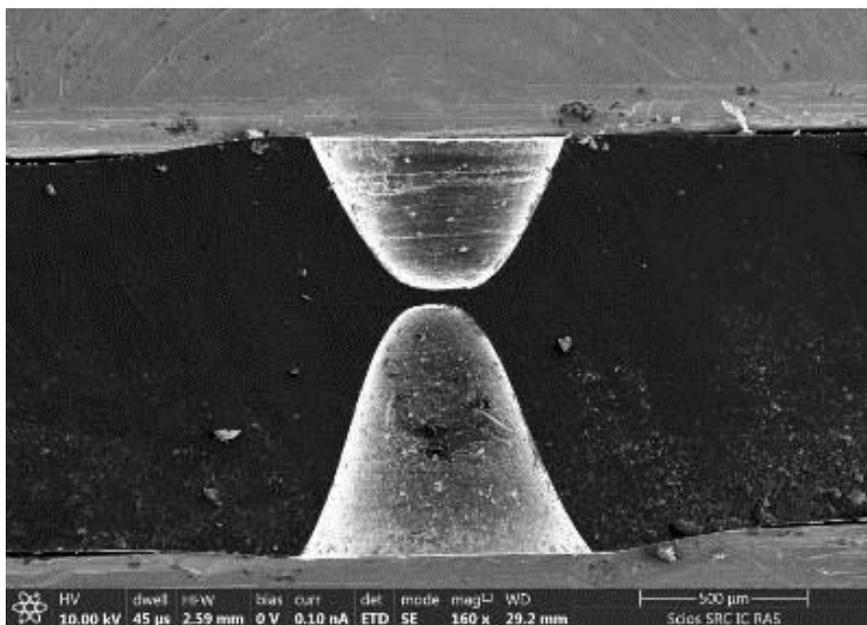
Отметим, что полости между зёрнами практически отсутствуют.

- Отметим, что полости между зернами практически отсутствуют.
- Размер включений оксида бериллия сильно различается: одиночные частицы достигают размера 0,5-1 мкм, основная часть имеет размеры менее 100 нм. По всей видимости, именно включения оксида бериллия, их количество, а также размеры и определяют в основном физическую причину возникновения рентгеновского малоуглового рассеяния

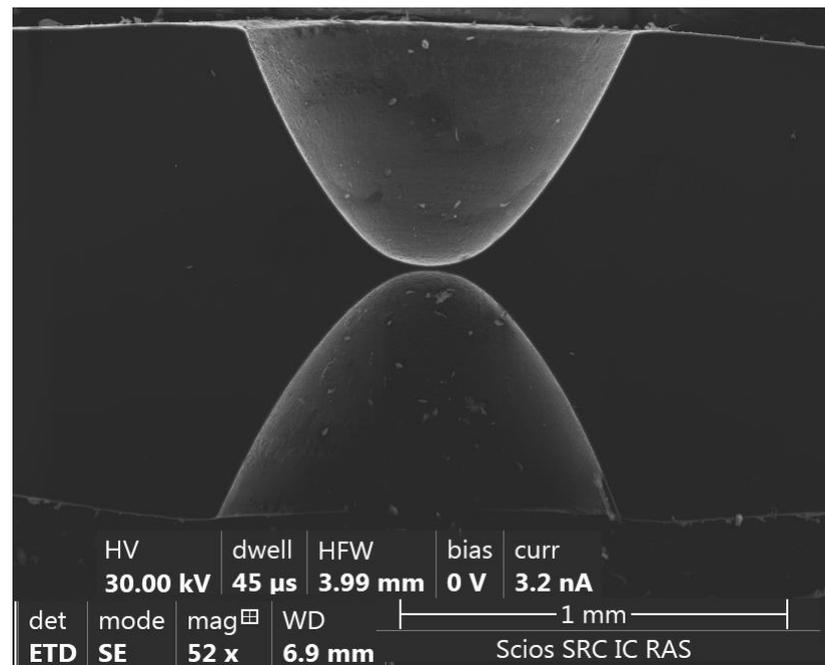
# Как влияет рассеяние на фокусирующие свойства

- Для ДВ 56 в условиях эксперимента на сикротроне КИСИ ширина линии увеличивается на 2% против теоретического расчета и появляется гало примерно с тем же (2%-ным) превышением над фоном

# Как выглядят изготовленные ЛИНЗЫ

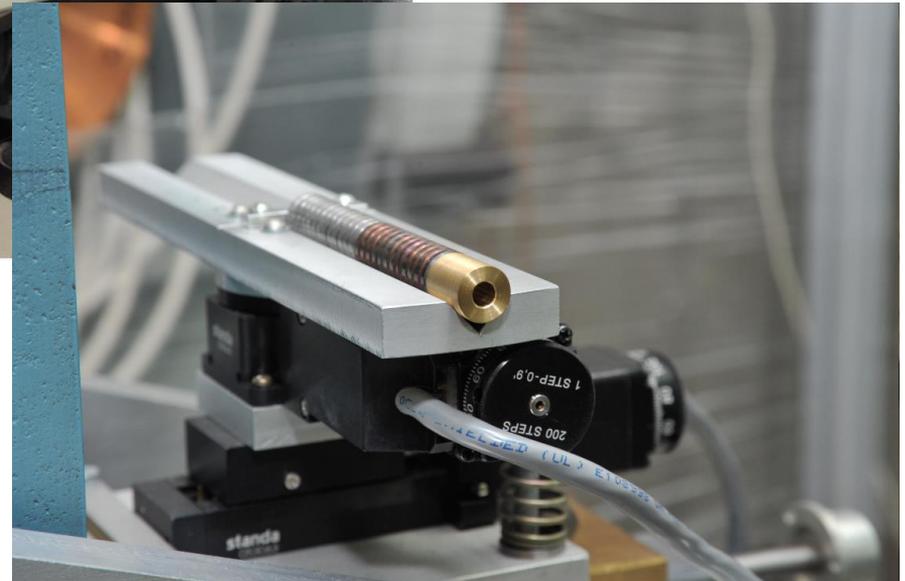


РЭМ-изображение срезов бериллиевых линз с перешейками толщиной 41 мкм.

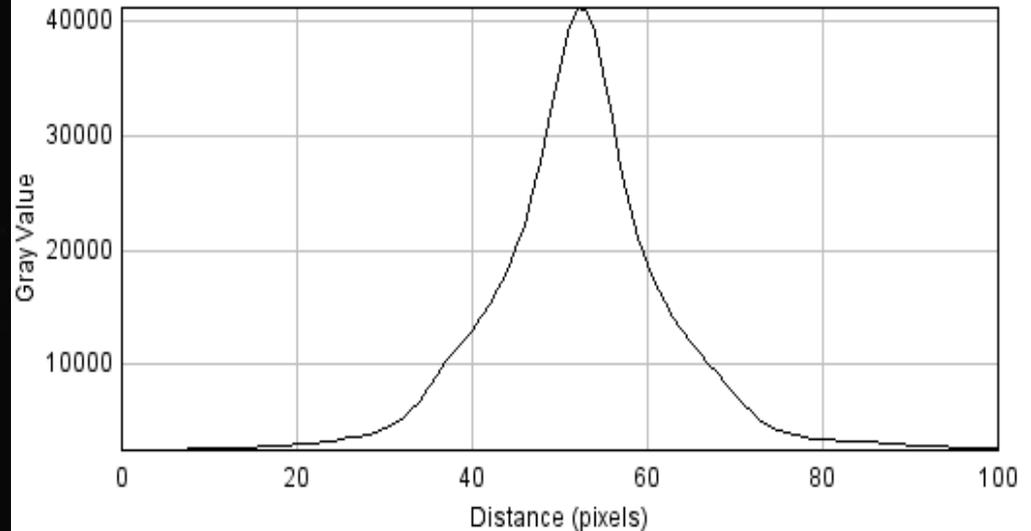
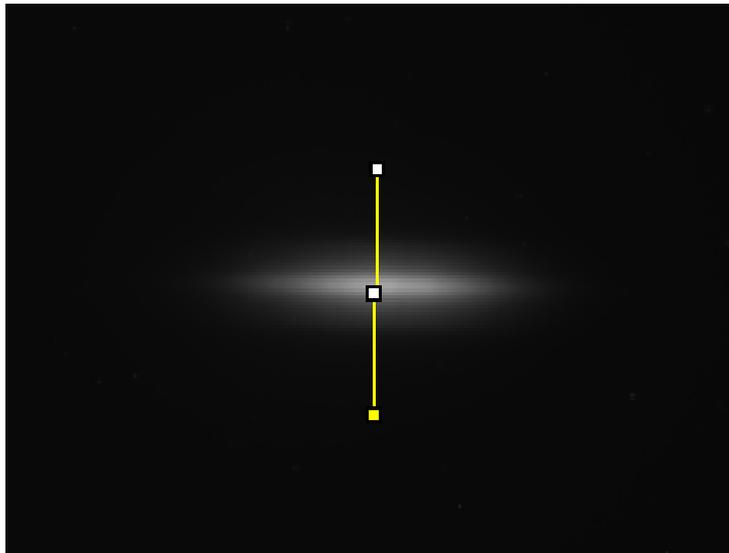


Изображение поперечного сечения единичного элемента линзы с толщиной перешейка 15,8 мкм.

# Станция РТ-МТ



# Фокусировка синхротронного излучения с помощью бериллиевой линзы

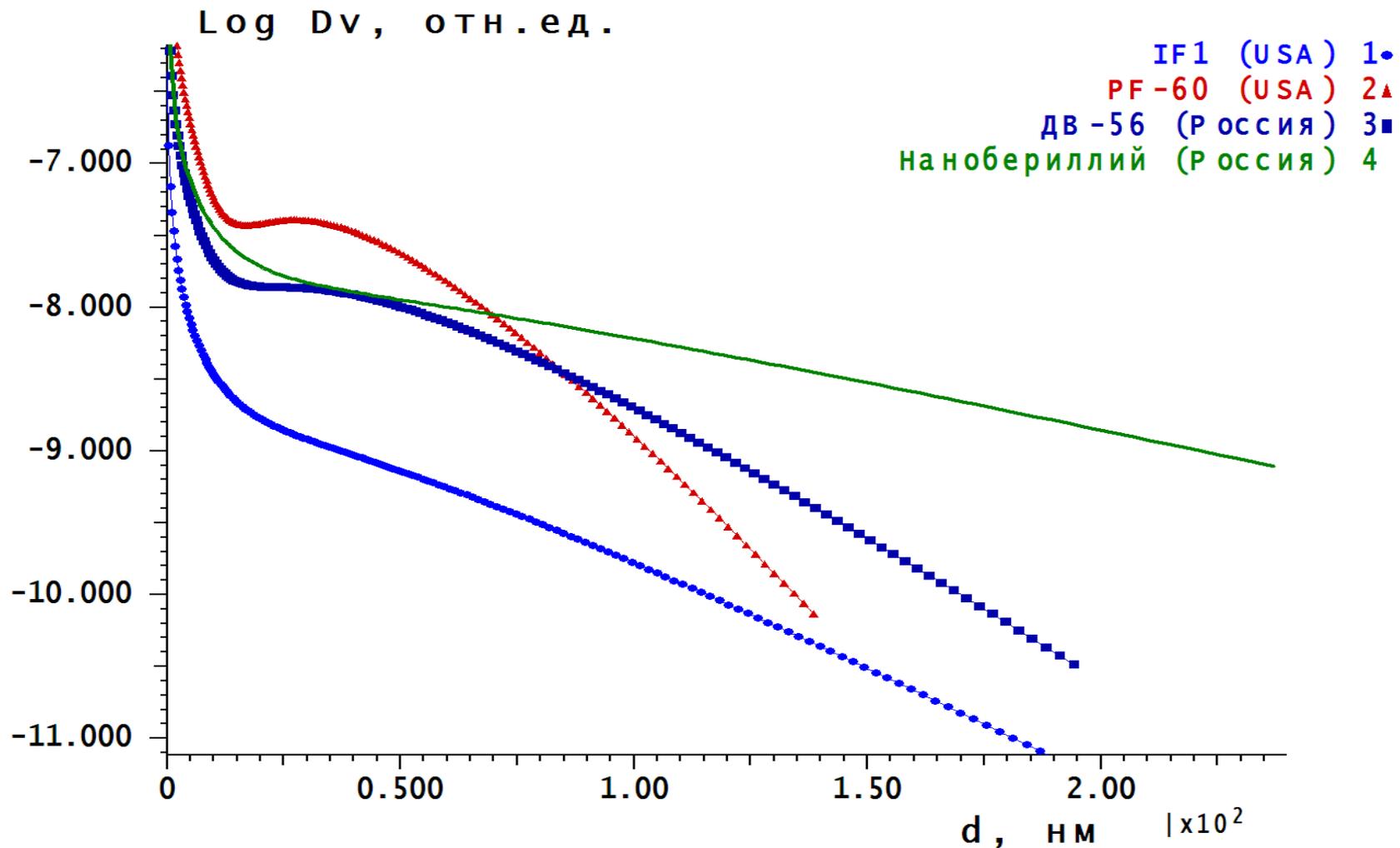


- Изображение источника на фокусном расстоянии для рассматриваемой линзы (фокусное расстояние,  $L = 170$  см). Желтая линия показывает плоскость, в которой показан график интенсивности, вместе с тем она играет роль линейки — ее длина 100 пикселей
- Размер полученного нами изображения с уменьшением в примерно в 10 раз составил  $\sim 30$  мкм (на половине высоты), что соответствует высоте электронного пучка. Горизонтальный размер пучка в ускорителе — в несколько раз больше вертикального и известен с меньшей точностью, поэтому не использовался его для характеристики фокусирующих свойств рентгеновских линз.

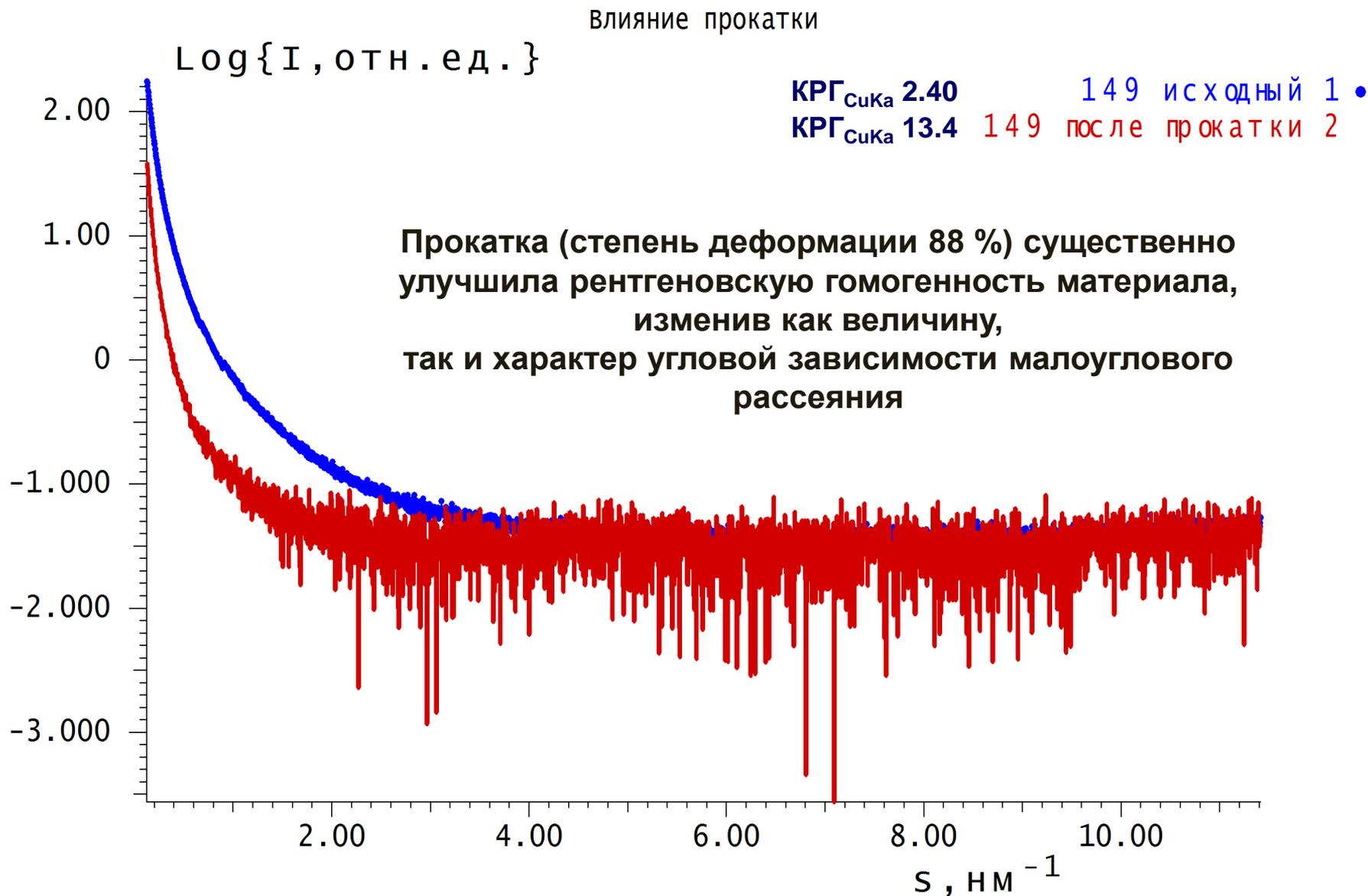
# Сравнение с расчетом

- Полученное значение выигрыша в удельной интенсивности составило 15 раз для данной линзы. Результаты проведенных испытаний находятся в хорошем соответствии с данными компьютерного моделирования.

# Сравнение по размерам рассеивающих неоднородностей

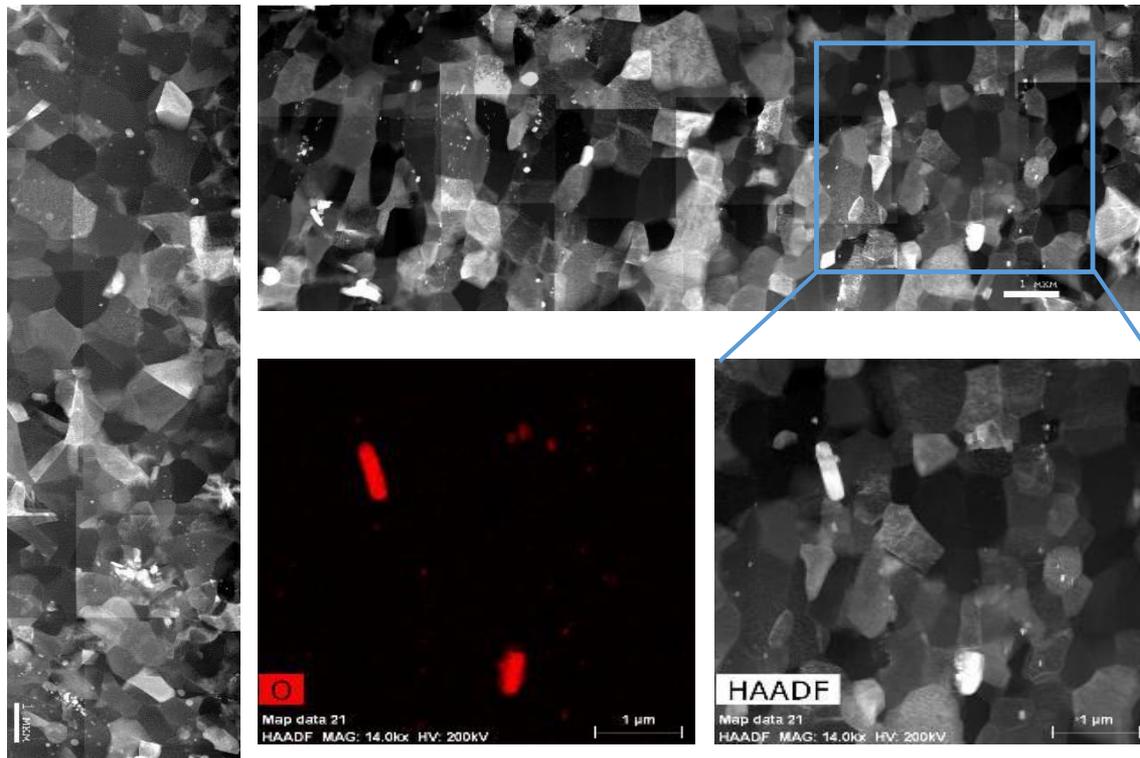


# Влияние прокатки на рентгеновскую гомогенность нанобериллия



# Чем определяется малоугловое рентгеновское рассеяние

- Панорамные изображения зёрненной структуры области перешейка бериллиевой линзы (толщина перешейка 41 мкм): а) ПРЭМ-изображение сечения, вырезанного перпендикулярно оптической оси линзы («в плане»); б) включения оксида  $\text{BeO}$ ; в) увеличенное изображение участка сечения с включениями оксида  $\text{BeO}$  различных размеров; г) ПРЭМ-изображение сечения, вырезанного параллельно оптической оси линзы (поперечный срез)



Отметим, что полости между зёрнами практически отсутствуют.

# ВЫВОДЫ

- Таким образом, нами проведено исследование ряда отечественных и зарубежных бериллиевых материалов методами рентгеновского малоуглового рассеяния и электронной микроскопии. Определено влияние технологических процессов на рентгеновскую гомогенность материала. Изготовлены рентгеновские рефракционные линзы из выбранных материалов, успешно фокусирующие синхротронное излучение КИСИ.

Благодарю за внимание