05

Новая методика термопластического изгиба стекла для изготовления цилиндрических поверхностей зеркал жесткого рентгеновского диапазона

© А.А. Ахсахалян, А.Д. Ахсахалян

Институт физики микроструктур РАН, 607680 Нижний Новгород, Россия e-mail: akh@ipmras.ru

Поступило в Редакцию 11 мая 2022 г. В окончательной редакции 11 мая 2022 г. Принято к публикации 11 мая 2022 г.

Представлена новая методика термопластического изгиба стекла, позволяющая изготавливать цилиндрические поверхности с направляющей в форме параболы, эллипса и т.д., для зеркал жесткого рентгеновского диапазона длин волн ($\lambda \sim 0.1$ nm). По этой методике изготовлено три образца поверхности эллиптического цилиндра. Время изготовления каждого образца составило два дня. Отклонение направляющей и ее локального угла от расчетных значений для всех образцов не превышает $\Delta y = 0.5 \,\mu\text{m}$ и $\Delta \alpha = 7 \cdot 10^{-5}$ rad соответственно. Показано, что при травлении таких поверхностей в течение 2 h их точность можно улучшить более чем на два порядка ($\Delta y = 2$ nm, $\Delta \alpha = 5 \cdot 10^{-7}$ rad).

Ключевые слова: фокусирующие рентгеновские зеркала, цилиндрические зеркала, многослойные структуры.

DOI: 10.21883/JTF.2022.08.52772.125-22

Введение

Начиная с работ Гебеля [1,2], многослойные цилиндрические зеркала для жесткого рентгеновского излучения с направляющей в форме эллипса или параболы активно применяются для фокусировки или коллимации излучения линейных рентгеновских источников. Наиболее широко они применяются в современных дифрактометрах, позволяя увеличить эффективность отбора рентгеновского излучения в 10-15 раз [3,4]. Для того чтобы исключить аберрации, вносимые зеркалом, отклонение $\Delta \alpha = \alpha(x) - \alpha_{clc}(x)$ локального угла направляющей поверхности $\alpha(x)$ от расчетного значения $\alpha_{clc}(x)$ должно быть много меньше расходимости падающего на зеркало излучения $\Delta \Omega = s/L$, где s — размер источника, L — расстояние от источника до зеркала. Обычно достаточным является условие $\Delta \alpha = \Delta \Omega/3$. В дифрактометрах видимая ширина анода рентгеновской трубки $s = 25 - 50 \,\mu \text{m}$, а расстояние зеркало-анод порядка 100 mm. Поэтому требование на угловую точность имеет вид $\Delta \alpha \leq 7 \cdot 10^{-5}$ rad. Здесь и далее мы пользуемся тем фактом, что для жесткого рентгеновского диапазона $(\lambda \sim 0.1 \, \text{nm})$ скользящий угол падения излучения на зеркало не должен превышать $\vartheta = 0.05$ rad. Это требование следует из того, что многослойные структуры отражают излучение с коэффициентом отражения R близким к единицы при периодах d > 2 nm, а при меньших периодах R быстро падает до нуля. Из закона Вульфа-Брэгга следует $\sin \vartheta = \lambda/2d < 0.05$. Поэтому с хорошей точностью выполняется равенство: tg $\vartheta = \vartheta = y'(x)$, где y(x) направляющая цилиндрической поверхности.

Ранее нами был разработан ряд методов изготовления цилиндрических зеркал с заданной формой поверхности: методы термопластического и упругого изгиба стекла, а также метод реплик, особенно эффективный при изготовлении больших партий зеркал [5-9]. Для реализации метода реплик требуется наличие шаблона, который задает форму изготавливаемой поверхности. При изготовлении шаблона мы используем методы термопластического и упругого изгиба стеклянных брусков. Ранее используемый метод термопластического изгиба обеспечивает точность на уровне $\Delta \alpha \leq 7 \cdot 10^{-5}$ rad, однако метод является крайне трудоемким и длительным (порядка нескольких недель). Это связано с тем, что часть измерительного оборудования находится в горячей зоне при температуре 550-600°С. Метод упругого изгиба позволяет достичь довольно высокой точности $\Delta \alpha = (2-5) \cdot 10^{-5}$ rad, однако образец при этом находится в напряженном состоянии и со временем из-за старения клея может изменять свою форму. Кроме того, методика также весьма трудоемкая и длительная.

В настоящей работе мы предлагаем гораздо более простую и эффективную методику термопластического изгиба, позволяющую за 2-3 дня изготовить образец без напряжений с точностью $\Delta \alpha = 7 \cdot 10^{-5}$ гаd. Такой точности вполне достаточно для работы с лабораторными источниками (в частности, для изготовления зеркал для дифрактометров). Для тех случаев, когда требуется более высокая точность, такие поверхности могут служить исходными для дальнейшей коррекции их формы методами ионного или ионно-плазменного травления. Такие методы нами разработаны и многократ-

но опробованы на практике. Их основное достоинство состоит в том, что они не портят, а в ряде случаев даже улучшают исходную микрошероховатость поверхности [10–12]. Путем травления можно довести точность формы поверхности до любой наперед заданной величины при наличии соответствующих методов измерения формы.

1. Методика изгиба

В основе методики лежит следующий, установленный нами экспериментально, факт. Упруго изогнутый стеклянный брусок при медленном нагреве до температуры $T = 550-600^{\circ}$ С в однородном температурном поле после охлаждения сохраняет свою форму. Суть методики состоит в том, чтобы заменить расчетное распределение кривизны $K^*(x)$ ломаной линией, вписанной в $K^*(x)$.

Методика состоит в следующем. Образец из стекла в форме параллелепипеда консольно закрепляется в изгибном устройстве (рис. 1). При его упругом изгибе под действием силы F, приложенной в точке x_0 , кривизна K(x) и направляющая y(x) полученной цилиндриче-



Рис. 1. Схема методики изгиба.

ской поверхности (при $y' \ll 1$) имеют вид [13]:

$$K(x) \approx y'' = A(x_0 - x), \tag{1}$$

$$y = (A/2)x^2(x_0 - x/3),$$
 (2)

где A = F/EI, $I = ab^3/12$, F — сила, E — модуль Юнга, a и b — ширина и толщина бруска.

На образце выбирается область с координатами $x_{\text{beg}}, x_{\text{fin}}$, внутри которой требуется получить расчетное распределение кривизны $K^*(x)$. Этот промежуток делится на *n* интервалов (в настоящей работе n = 3). Изгиб проводится в *n* этапов.

На первом этапе стекло изгибаем так, чтобы кривизна в точках x_{fin} и x_1 была равна расчетной $K^*(x_{\text{fin}})$ и $K^*(x_1)$. Подставляя эти значения в (1), получаем систему уравнений:

$$\begin{cases} K^*(x_{\text{fin}}) = A_0(x_0 - x_{\text{fin}}), \\ K^*(x_1) = A_0(x_0 - x_1). \end{cases}$$
(3)

Решая эту систему уравнений, находим A_0 , x_0 . Подставляя их в (2), находим величину сдвига $y_0 = (A_0 x_0^3)/3$ в точке x_0 , на которую надо переместить стекло по оси у для выполнения условия (3). Далее винтом, установленным в точке x_0 , под контролем микрометра сдвигаем образец на y_0 и проводим цикл: нагрев до $T = 550^{\circ}$ C — охлаждение до комнатной температуры.

На втором этапе точка приложения силы $x = x_1$. Необходимо сдвинуть стекло по оси y на величину y_1 так, чтобы кривизна в точке x_2 стала расчетной:

$$K^*(x_2) = A_0(x_0 - x_2) + A_1(x_1 - x_2).$$
(4)

Первый член справа в выражении (4) — кривизна в точке x_2 , образовавшаяся после первого этапа. Из уравнения (4) находим A_1 , подставляем в (2) и находим $y_1 = (A_1 x_1^3)/3$. Далее винтом, установленным в точке x_1 , под контролем микрометра сдвигаем образец на y_1 и проводим цикл: нагрев до $T = 550^{\circ}$ C — охлаждение.

На третьем этапе точка приложения силы $x = x_2$. Необходимо сдвинуть стекло по оси y на величину y_2 так, чтобы кривизна в точке x_{beg} стала расчетной:

$$K^*(x_{\text{beg}}) = A_0(x_0 - x_{\text{beg}}) + A_1(x_1 - x_{\text{beg}}) + A_2(x_2 - x_{\text{beg}}).$$
(5)

Первые два члена справа в выражении (5) — кривизна в точке x_{beg} , образовавшаяся после первого и второго этапа. Из уравнения (5) находим A_2 , подставляем в (2) и находим $y_2 = (A_2 x_2^3)/3$. Сдвигаем стекло на y_2 по оси у и проводим цикл нагрев—охлаждение. На этом процесс закончен.

Изготовление эллиптического цилиндра

По этой методике решалась задача изготовления образца с поверхностью в форме эллиптического

цилиндра. Расчетная направляющая — участок эллипса $y = (b/a)(a^2 - x^2)^{0.5}$, a = 240 mm, b = 4.5 mm, -170 < x < -110 mm. В лабораторной системе (рис. 1) координаты точек $x_{\text{beg}}, x_{\text{fin}}, x_{\text{meas}}, x_1, x_2$ выбраны соответственно равными 10, 85, 195, 50, 28 mm. Рассчитанное значение x_0 равно 180 mm. Рассчитанные значения смещений y_0, y_1, y_2 в точках x_0, x_1, x_2 равны 2260, 49 и 16 μ m. Для повышения точности измерений целесообразно микрометр устанавливать не в точках x_0, x_1, x_2 , а вблизи края стекла при максимально возможном значении $x = x_{\text{meas}}$ (рис. 1). При этом измеряемые значения $y_i^* = (x_{\text{meas}}/x_i)y_i$ заметно превышают y_i и равны $y_0^* = 2448, y_1^* = 191$ и $y_2^* = 111 \mu$ m.

По формулам (1)-(5) было рассчитано ожидаемое отклонение итоговой кривизны K (ломаная кривая рис. 1, b) от расчетной $K-K^*$ (рис. 2, a). Интегрируя ее, получим ожидаемое отклонение локального угла и направляющей от расчетных значений (рис. 2, b и c). Из рисунка видно, что эти величины не превышают 0.025 mrad и 0.15 μ m соответственно.

В соответствии с приведенными расчетами были проведены эксперименты по изгибу стекла. Использовалось стекло производства Борского стеклозавода, которое изготавливается по технологии литья на жидкое олово ("float glass"), имеющего шероховатость на уровне $\sigma \sim 0.5$ nm.

Стеклянный брусок, вырезанный из такого стекла, имеющий толщину, ширину и длину, равные соответственно 5, 40 и 220 mm, консольно закреплялся в изгибном устройстве (рис. 3) планкой *1*. Затем в точке x₀



Рис. 2. Ожидаемое отклонение кривизны (*a*), локального угла (*b*) и направляющей (*c*) изготовленной поверхности от расчетных значений.



Рис. 3. Фотография изгибного устройства: *1*, 2 — металлические планки, 3 — микрометр.



Рис. 4. Отклонение локального угла от расчета для эллипса после 1, 2 и 3 этапа изгиба (кривые 1-3); x_1, x_2 — точки приложения силы на 2 и 3 этапе.

при помощи планки и винтов 2 смещался на величину y_0^* под контролем микрометрического датчика 3 с ценой деления 1 μ m (установленного в точке x_{meas}). После этого образец помещался в муфельную печь, где проводился цикл нагрев—охлаждение. На втором этапе планка 2 перемещалась в положение x_1 и смещалась на величину y_1^* . На третьем этапе планка 2 перемещалась в положение x_2 и смещалась на величину y_2^* .

Изгиб проводился на трех образцах. На первом образце после каждого этапа на оптическом стенде [14] измерялась зависимость локальной производной от координаты (рис. 4). Точность измерений $\Delta \alpha = 2 \cdot 10^{-5}$ rad. Из рисунка видно поэтапное приближение формы образца к расчету. Два других образца изгибались с теми же параметрами, но без промежуточных измерений.

Из рис. 5 видно, что на всех образцах отклонение измеренного профиля от расчета (кривые 1-3) не превышает $\Delta y^* = 0.5 \,\mu$ m, а угловая точность составляет $\Delta a^* = 0.07$ mrad, что в 2–3 раза хуже ожидаемой (рис. 2). Вместе с тем эта точность вполне удовлетворяет требованиям, предъявляемым к точности формы



Рис. 5. Отклонение направляющей (a) и локального угла (b) изготовленной поверхности от расчетных значений для трех образцов (кривые 1-3). Рельеф (a) и его производная (b) для исходной поверхности (кривые 4), снятый на том же стекле рядом с образцами 1-3.

зеркал для лабораторных рентгеновских источников и, в частности, зеркал для дифрактометров.

На рис. 5, b обращает на себя внимание тот факт, что в области $x = -147 \,\mathrm{mm}$ на всех образцах наблюдается провал, что может свидетельствовать о наличии такого же провала на исходной поверхности стекла. Для проверки этой гипотезы был вырезан образец стекла, находящийся рядом (на расстоянии 20 mm) с образцом номер 1, и был измерен его профиль (кривые 4, рис. 5). Если предположить, что исходный профиль на всех трех образцах одинаковый и вычесть его из кривых 1-3, то отклонение направляющей и локального угла изготовленной поверхности от расчетных значений составит $\Delta y = 0.25 \,\mu \text{m}$ и $\Delta \alpha = 0.02 - 0.03 \,\text{mrad}$ соответственно. Это практически совпадает с ожидаемыми значениями Δy и $\Delta y'$ (рис. 2, *b*, *c*). Отсюда следует важный вывод: перед применением данной методики необходимо измерять кривизну исходной поверхности $K_{init}(x)$ и учитывать ее в расчетах.

Таким образом, предлагаемая методика позволяет создавать цилиндрические поверхности с отклонением от расчетной направляющей и локального угла $\Delta y^* = 0.5 \,\mu$ ти и $\Delta \alpha^* = 7 \cdot 10^{-5}$ гад соответственно. Однако такая точность изготовления отнюдь не является предельной. В настоящей работе рабочая область образца делилась на 3 интервала (n = 3). Если увеличивать количество интервалов, то отклонение полученной кривизны, а значит, и величин $\Delta \alpha^*$ и Δy^* от расчета, будет уменьшаться обратно пропорционально n^2 . Увеличивая количество интервалов вдвое (n = 6) и учитывая исходный профиль $K_{\text{init}}(x)$, можно, в рамках того же оборудования, получить такие значения величин: $\Delta y^* = 40$ nm, $\Delta \alpha^* = 1 \cdot 10^{-5}$ rad.

3. Моделирование процесса травления изготовленной поверхности

Методика изгиба полностью изложена выше. Разд. 3 мы решили включить для того, чтобы оценить, насколько можно уменьшить отклонение изогнутой поверхности от расчета путем реактивного ионно-лучевого травления (РИЛТ) с фокусирующей щелью. Метод РИЛТ подробно изложен в работах [11,12]. Для дальнейшего существенным является то, что после фокусирующей щели на образце формируется зона травления в виде прямоугольника, длинная сторона которого равна длине щели (60–80 mm). Распределение скорости травления v(x) поперек щели не меняется вдоль оси у (рис. 6), а ширина распределения v(x) уменьшается с уменьшением ширины щели.

Нами создана программа, позволяющая моделировать процесс травления в такой (одномерной) геометрии [15]. Образец перемещается относительно шели в направлении оси x со скоростью w(x) (рис. 6). На входе в программу задается исходное распределение $\Delta y(x)$ и экспериментально измеренное распределение v(x). На выходе получаем новое распределение после травления $\Delta y^*(x)$, закон движения образца относительно щели w(x) и общее время травления.

На рис. 7 показаны результаты модельного травления. В качестве исходной направляющей поверхности была взята направляющая, полученная после изгиба образца номер I (кривая I, рис. 5, a). На первом этапе травление проводилось с использованием щели шириной 8 mm в течение 80 min. На втором этапе полученный профиль травился еще в течение 6 min с использованием щели шириной 4 mm. Соответствующие профили травления, измеренные на профилометре модели 130 [16], показаны на рис. 6, b.

Отклонение полученного после травления профиля от расчета $\Delta y^*(x)$ представлено на рис. 7. После первого этапа травления величина $\Delta y^*(x)$ уменьшилась примерно в 20 раз по сравнению с исходной ($\Delta y^*_{init}(x) = 500$ nm, кривая 1) и составила 20 nm (кривая 2, правая шкала). После последующего травления со щелью 4 mm величина $\Delta y^*(x)$ уменьшилась еще примерно в 20 раз и составила 1–2 nm (кривая 3, правая шкала). Отметим, что поверхность стекла после травления не может быть



Рис. 6. а — схема травления методом РИЛТ с фокусирующей щелью: 1 — металлическая щель, 2 — исходная поверхность, 3 — расчетная направляющая, 4 — профиль травления; b — профиль травления поперек щели шириной 8 (кривая 1) и 4 mm (кривая 2) в течение 10 min.



Рис. 7. Отклонение направляющей поверхности после термопластического изгиба (кривая *1*, левая шкала) после травления в течение 80 min с фокусирующей щелью шириной 8 mm (кривая *2*, правая шкала) и последующего травления в течение 6 min с фокусирующей щелью шириной 4 mm (кривая *3*, правая шкала) от расчетной направляющей.

использована в качестве поверхности зеркал, поскольку при травлении развивается микрошероховатость до значений 2–5 nm. Однако такие поверхности могут быть использованы в качестве шаблона для метода реплик.

Заключение

1. В работе представлена новая методика термопластического изгиба стекла. Методика позволяет изготавливать цилиндрические поверхности с направляющей в форме параболы, эллипса и т.д. для зеркал жесткого рентгеновского диапазона длин волн ($\lambda \sim 0.1$ nm).

2. По этой методике изготовлено три образца поверхности эллиптического цилиндра. Время изготовления каждого образца составило два дня. Отклонение направляющей и ее локального угла от расчетных значений для всех образцов не превышает $\Delta y = 0.5 \,\mu$ m и $\Delta \alpha = 7 \cdot 10^{-5}$ rad соответственно.

3. Показано, что при травлении таких поверхностей в течение 2 h их точность можно улучшить более чем на два порядка до величин $\Delta y^* = 2 \text{ nm}, \Delta \alpha^* = 5 \cdot 10^{-7} \text{ rad.}$

Благодарности

Работа выполнена при использовании оборудования ЦКП ИФМРАН.

Авторы выражают благодарность В.И. Лучину за полезное обсуждение работы.

Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РНФ № 21-72-30029.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] M. Schuster, H. Göbel. J. Phys. D: Appl. Phys., 28, 270 (1995).
- [2] M. Schuster, H. Göbel. Adv. X-Ray Anal., 39, 57 (1996).
- [3] P.F. Fuster. X-Ray Scattering from Semiconductors (Imperial College Press, London, 2000)
- [4] Ю.Н. Дроздов, А.А. Ахсахалян, А.Д. Ахсахалян, Е.Б. Клюенков, Л.А. Мазо, А.И. Харитонов. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед., 5, 33 (2005).
- [5] А.Д. Ахсахалян, Б.А. Володин, Е.Б. Клюенков, В.А.Муравьев, Н.Н. Салащенко, А.И. Харитонов, Е.А. Шамов. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед., 1, 112 (2000).
- [6] А.А. Ахсахалян, А.Д. Ахсахалян, В.А. Муравьев, А.И. Харитонов. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед., 1, 51 (2002).
- [7] А.А. Ахсахалян, А.Д. Ахсахалян, Д.Г. Волгунов, С.В. Гапонов, Н.А. Короткова, Л.А. Мазо, В.Л. Миронов, В.А. Муравьев, Н.Н. Салащенко, А.И. Харитонов. Поверхность. Ренттен., синхротр. и нейтрон. исслед., 1, 78 (2003).
- [8] А.А. Ахсахалян, А.Д. Ахсахалян, Е.Б. Клюенков, В.А. Муравьев, Н.Н. Салащенко, А.И. Харитонов. Известия РАН. Сер. физическая, 69 (2), 174 (2005).
- [9] A.A. Akhsakhalyan, A.D. Akhsakhalyan, A.I. Kharitonov, E.B. Kluenkov, V.A. Murav'ev, N.N. Salashchenko. Central Europ. J. Physics. CEJP, 3 (2), 163 (2005).

- [10] M.S. Mikhailenko, N.I. Chkhalo, S.A. Churin, M.A. E. Pestov, V.N. Polkovnikov, N.N. Salashchenko, M.V. Zorina. Appl. Optics, 55 (6), 1249 (2016), DOI: 10.1364/AO.55.001249
- [11] А.А. Ахсахалян, А.Д. Ахсахалян, Ю.А. Вайнер, Д.Г. Волгунов, М.В. Зорина, Е.Б. Клюенков, А.И. Каськов, М.И. Кузнецов, И.М. Нефедов, Н.Н. Салащенко, А.И. Харитонов. Известия РАН. Сер. физическая, 76 (2), 196 (2012).
- [12] А.А. Ахсахалян, А.Д. Ахсахалян, Ю.А. Вайнер, Д.Г. Волгунов, М.В. Зорина, Е.Б. Клюенков, М.И. Кузнецов, Н.Н. Салащенко, А.И. Харитонов. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед., 6, 28 (2012).
- [13] Д.В. Сивухин. Общий курс физики (Наука, М., 1974), т. 1.
- [14] А.А. Ахсахалян, А.Д. Ахсахалян, Д.Г. Волгунов, М.В. Зорина, М.Н. Торопов, Н.И. Чхало. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед., 7, 93 (2015).
- [15] А.Д. Ахсахалян, И.М. Нефедов. Труды XVIII Междунар. симпозиума "Нанофизика и наноэлектроника" (Нижний Новгород, Россия, 2014), с. 289.
- [16] А.Д. Ахсахалян, Н.Н. Салащенко. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед., 10, 3 (2019).