

14
Алмазная преломляющая оптика для современных источников рентгеновского излучения

© И. Снигирева,¹ А. Снигирев²

¹Европейский центр синхротронного излучения,
38043 Гренобль, Франция

²Балтийский федеральный университет им. Иммануила Канта,
236041 Калининград, Россия
e-mail: anatoly.snigirev@gmail.com

Поступило в Редакцию 17 октября 2024 г.

В окончательной редакции 17 октября 2024 г.

Принято к публикации 17 октября 2024 г.

Продemonстрированы возможности создания алмазной преломляющей оптики с использованием различных технологий обработки алмазов, включая технологию микроэлектромеханических систем, лазерную резку и абляцию, а также ионно-лучевую литографию. Экспериментальные исследования линз были проведены на синхротронных и лабораторных источниках рентгеновского излучения.

Ключевые слова: алмаз, составные преломляющие линзы, лазерная резка, лазерная абляция, ионно-лучевая литография, фокусировка, визуализация.

DOI: 10.61011/JTF.2025.03.59848.323-24

Введение

Появление источников синхротронного излучения третьего поколения стимулировало бурное развитие существующих и новых экспериментальных методов, связанных с когерентностью, таких как фазово-контрастная и дифракционная визуализация, интерферометрия, рентгеновская микроскопия, когерентная корреляционная спектроскопия [1,2]. Высокая степень когерентности, яркости и мощности излучения потребовала разработки оптики с использованием новых материалов, устойчивых к экстремальным тепловым и радиационным нагрузкам и сохраняющих когерентность пучка. Особое внимание к совершенствованию оптики должно быть уделено с появлением источников четвертого поколения с дифракционно-ограниченными пучками. Одним из наиболее ярких примеров успешного развития рентгеновской оптики являются составные преломляющие линзы (СПЛ, CRL), которые впервые были предложены 25 лет назад [3]. В настоящее время рентгеновские СПЛ стали основным инструментом современных синхротронных станций благодаря простоте их использования и высокой универсальности. Изменяя форму, состав и количество отдельных линз, рентгеновские СПЛ можно адаптировать к энергиям фотонов в диапазоне 2–200 keV, гибко настраивая фокусное расстояние в неограниченных пределах от долей миллиметра до сотен метров для широкого круга приложений. Преломляющая оптика может быть использована для транспорта и формирования пучка, выступая в роли конденсоров, коллиматоров, фильтров высших гармоник и т.д. [4–11]. СПЛ широко применяется в рентгеновской микроскопии, интерферометрии, фурье-оптике и спектроскопии [12–25].

Рентгенооптические материалы с минимальным поглощением, максимальной преломляющей способностью, высокой термической и механической стойкостью представляют большой интерес для новых источников. Если использовать отношение декремента показателя преломления δ к общему коэффициенту линейного ослабления μ для описания оптических характеристик материала, то можно увидеть, что наибольший показатель дают такие материалы как алюминий (Al), алмаз (C) и бериллий (Be). В настоящее время Be является наиболее широко используемым материалом для изготовления преломляющих линз из-за его высокой прозрачности для рентгеновских лучей. Однако технически доступный бериллий представляет собой спеченный зернистый материал, вызывающий значительное паразитное рассеяние рентгеновского излучения на границах зерен, пустотах, включениях и других дефектах, что существенно снижает качество фокусировки и формирования изображения линз. Очевидно, что монокристаллические или рентгеноаморфные материалы наиболее предпочтительны для изготовления линз, в которых излучение не будет „чувствовать“ никакой структуры материала. Монокристаллический углерод в форме алмаза является идеальным выбором. Например, при энергии 10 keV отношение δ/β для алмаза составляет 1000, что достаточно высоко и не на много ниже, чем у бериллия (4000). Однако значение δ для алмаза вдвое больше, чем для бериллия, что требует в два раза меньше линз при одинаковой геометрии линз для достижения такого же фокусного расстояния. Следует отметить, что существует три типа рентгеновского излучения: белый пучок непосредственно от источника, монохроматический пучок с использованием монохро-

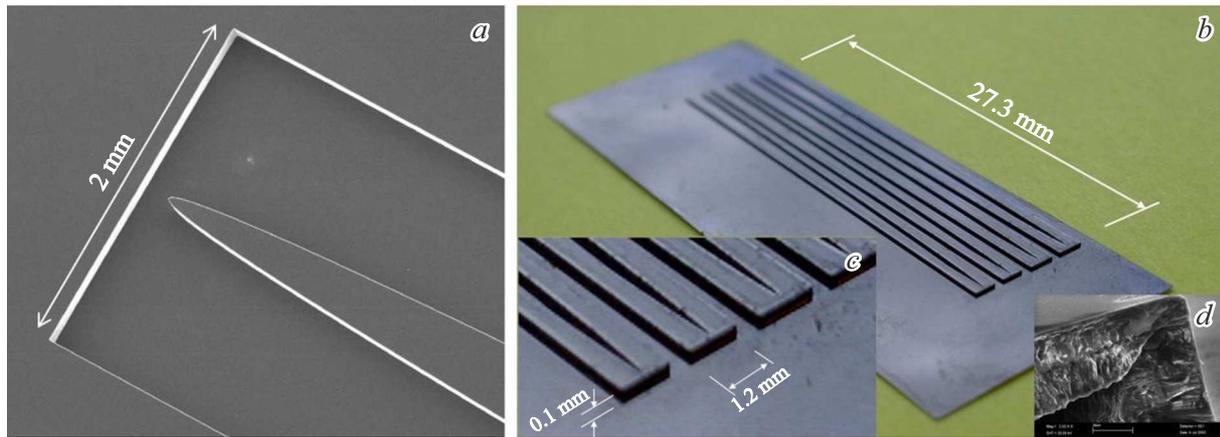


Рис. 1. *a* — изображение Si-формы в СЭМ; *b, c* — фотографии алмазной линзы с различным увеличением. Параметры линзы: радиус параболы — $5\ \mu\text{m}$, длина линзы — $27\ \text{mm}$, высота линзы — $100\ \mu\text{m}$, апертура линзы — $1\ \text{mm}$; *d* — СЭМ изображение поперечного сечения CVD-алмазной линзы.

матора и так называемый розовый пучок — пучок от источника, отраженный зеркалом для подавления высоких гармоник. Алмаз является оптимальным материалом, наиболее пригодным для использования во всех типах излучения, благодаря своей высокотемпературной стабильности: высокой теплопроводности (κ), низкому коэффициенту теплового расширения (α), а также и химической инертности. Термомеханически материалы могут быть ранжированы по коэффициенту κ/α [26,27], и при комнатной температуре коэффициент κ/α для алмаза в 100 раз лучше, чем для бериллия. Такой высокий коэффициент алмаза дает отличную термическую и рентгеновскую стабильность в монохроматорах с высокой тепловой нагрузкой для синхротронов и лазеров на свободных электронах (XFEL) [27–31]. Следует отметить, что бериллиевые линзы требуют более мощного охлаждения, чтобы избежать рекристаллизации материала и деформации профиля линзы [32].

Несмотря на все преимущества алмаза как материала для преломляющих линз, барьером для использования является сложность его обработки: алмаз является самым твердым материалом периодической системы и чрезвычайно химически инертным. За последние десятилетия были предприняты различные попытки изготовления алмазных линз с использованием технологии микроэлектромеханических систем (МЭМС), включая электронно-лучевую литографию с последующим реактивным ионным травлением. Появление лазеров с ультракороткими лазерными импульсами ($< 10\ \text{ps}$) позволило обрабатывать алмаз на основе технологии резки и абляции. Более того, было показано, что ионно-лучевая литография с прямым профилированием материала может быть успешно применена для изготовления алмазных микролинз.

В настоящем обзоре авторы представляют наиболее успешные примеры реализации алмазных линз с учетом их оптических характеристик и применимости как для

синхротронного излучения, так и для лабораторных рентгеновских источников.

1. Одномерные алмазные линзы, изготовленные по планарной МЭМС технологии

Первые алмазные преломляющие линзы были изготовлены с помощью метода трансферного формования, который основан на выращивании алмазов на предварительно нанесенном рисунке в кремниевой пластине (форме) [33]. После химического удаления формы получались свободно лежащие алмазные пленки, на стороне зарождения которых формировалась копия исходного рисунка. Кремниевые формы были изготовлены методом микрообработки кремния, включая фотолитографию и глубокое плазменное травление (рис. 1, *a*). Алмазные пленки были получены методом микроволнового химического осаждения из паровой фазы с использованием реакционных смесей CH_4/H_2 . Перед процессом осаждения формы засевались алмазными частицами размером $5\ \text{nm}$ в ультразвуковой ванне для обеспечения высокой плотности центров зарождения. Линзы были рассчитаны на фокусное расстояние $50\ \text{cm}$ при энергии излучения $9\ \text{keV}$, параметры линз представлены на рис. 1, *b, c*.

Оптические характеристики такой линзы были исследованы на ондуляторных станциях ESRF ID15 и ID22 с использованием монохроматического, розового и белого рентгеновского излучения в диапазоне энергий $6\text{--}40\ \text{keV}$. Для монохроматического пучка размер сфокусированного пучка составлял порядка $2\text{--}4\ \mu\text{m}$, для розового пучка — около $8\ \mu\text{m}$, а для белого пучка — $35\ \mu\text{m}$. После тестирования линзы в розовом пучке в течение $12\ \text{h}$ не наблюдалось ухудшения характеристик линзы. Затем стабильность линзы была подтверждена после $16\ \text{h}$ воздействия белого пучка. В неподвижном воздухе

температура линзы стабилизировалась на уровне 40°C через 15 min. Численное моделирование показало, что планарная параболическая линза из алмаза позволяет принять падающий поток до 500 W/mm^2 без деградации свойств линзы.

В силу особенностей технологии, эти линзы представляли собой поликристаллическую структуру. По сравнению с кремниевыми планарными линзами [34,35] исследуемые алмазные линзы показали существенные потери интенсивности в сфокусированном пучке из-за малоуглового рассеяния и поликристаллической дифракции. На полученном изображении фокусного пятна вблизи него наблюдались дополнительные сателлитные пятна, обусловленные малоугловым рассеянием [33]. Кроме того, мелкие ($< 10\ \mu\text{m}$) зерна поликристаллического алмаза и нанокристаллический алмаз ($\sim 5\ \text{nm}$), присутствующий на границе раздела алмаз-форма в начальной стадии роста (рис. 1, *d*), приводили к снижению теплопроводности по сравнению с монокристаллическим алмазом.

Подобный метод изготовления был применен для производства нанофокусирующих линз с малой апертурой с использованием поли- и нанокристаллических алмазов [36–38]. Эти линзы показали улучшенное качество и однородность, достигая разрешения фокусировки 210 nm для энергии рентгеновского излучения 11 keV. Однако максимальная глубина линзы в этом случае составляла $\sim 30\ \mu\text{m}$, что намного меньше, чем требуется для практического применения.

Другой подход к изготовлению алмазных линз заключался в использовании электронно-лучевой литографии и реактивного ионного травления [39–41]. Однако желаемые характеристики фокусировки не были достигнуты из-за низкого качества линз, обусловленного обеими стадиями изготовления. Значительные aberrации наблюдались из-за искажений формы линзы, вызванных литографией. Дополнительное рассеяние генерировалось шероховатостью поверхности линзы из-за неоптимального процесса травления. Кроме того, эти планарные линзы были изготовлены также с очень скромной глубиной ($< 40\ \mu\text{m}$) [39].

2. Одномерные алмазные линзы, изготовленные методом лазерной резки

За последнее десятилетие обработка алмазов сверхкороткими лазерными импульсами получила значительное развитие. Лазеры позволяют резать алмазы с большой точностью, не оставляя режущей кромки. Лазерная резка позволяет избегать деформации материала, поскольку тепловая нагрузка ограничена малым объемом. Именно поэтому было предложено создание алмазных линз на основе технологии лазерной резки.

Первые линзы с большой апертурой [42] были изготовлены с использованием коммерчески доступных монокристаллических алмазных пластин. Эти пластины

были выращены методом химического осаждения из паровой фазы (CVD) и предоставлены компанией Element Six Ltd. Параболические линзы были изготовлены компанией „Micro Usinage Laser“ (Grattentour, Франция) с помощью Nd-YAG-лазера (355 nm) с прецизионным гальванометрическим управлением луча, согласованным с перемещением алмазной подложки. Два типа СПЛ с переменным количеством одиночных линз были вырезаны лазером в алмазной пластине: один ряд состоял из двух одиночных линз с радиусом вершины параболы $200\ \mu\text{m}$; второй ряд — из пяти одиночных линз с радиусом параболы $500\ \mu\text{m}$. Геометрическая апертура обеих СПЛ составляла 1 mm, а глубина структур была равна толщине алмазной пластины $300\ \mu\text{m}$. Остаточная толщина алмаза между вершинами соседних парабол составляла $75\ \mu\text{m}$. Это значение может быть значительно уменьшено, но для первых тестов использовался консервативный подход для обеспечения механической прочности образца. Сканирующая электронная микроскопия, представленная на рис. 2, *a*, показала хорошее качество боковых стенок линзы, хотя на вершине параболы отмечалась некая шероховатость поверхности.

Эти алмазные линейные СПЛ были испытаны на стенде тестирования микрооптики ондуляторной станции ID06 (ESRF). Подробное описание эксперимента можно найти в [42], а здесь представлены только основные результаты. Вертикальный и горизонтальный размеры источника составляли 40 и $900\ \mu\text{m}$ (полная ширина на полувысоте, FWHM) соответственно. На рис. 2, *b* показаны СПЛ в держателе для испытаний на рентгеновской станции. СПЛ были установлены на расстоянии $L_1 = 60\ \text{m}$ от источника и ориентированы для фокусировки монохроматического излучения в вертикальном направлении (рис. 2, *c*). Измерение эффективности СПЛ и размера фокуса проводилось с помощью рентгеновской CCD-камеры высокого разрешения (размер пикселя $0.64\ \mu\text{m}$) в диапазоне энергий от 7 до 12 keV. Результаты измерений, проведенных при энергии 10 keV для СПЛ, состоящего из двух линз, представлены на рис. 2, *d*. При этой энергии расстояние изображения L_2 составляло 8 m, обеспечивая коэффициент уменьшения источника $\times 7.5$. Вертикальный размер изображения составлял $5.7\ \mu\text{m}$ (FWHM), что соответствовало эффективному размеру источника рентгеновского излучения $40\ \mu\text{m}$, измеренному с помощью интерферометра на основе борного волокна [43]. Равномерная интенсивность изображений сфокусированного пучка свидетельствует о высоком качестве боковых стенок линз — их хорошей вертикальности. Глубина фокуса составляла порядка нескольких сантиметров. Был измерен коэффициент усиления интенсивности (G), определяемый как интегральная интенсивность в фокальной плоскости, деленная на интегральную интенсивность из той же области без линзы на пути пучка, как описано в [3]. К сожалению, измеренный коэффициент усиления интенсивности, равный 35, оказался в два раза меньше расчетного значения, что можно объяснить паразитным

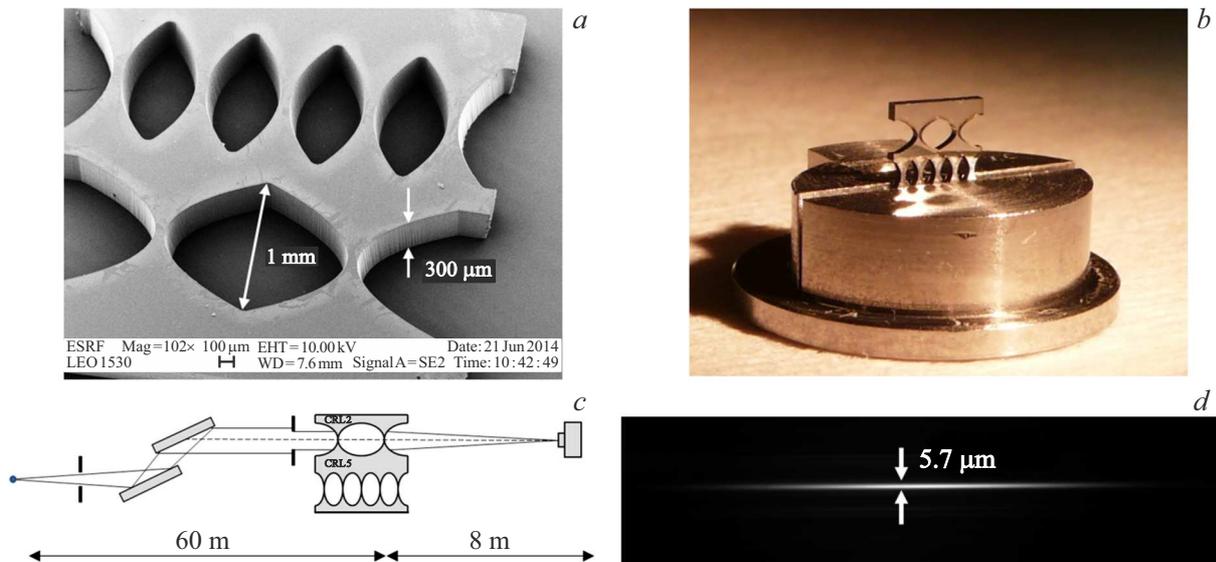


Рис. 2. *a* — СЭМ изображение алмазной линзы, изготовленной с помощью технологии лазерной резки; *b* — СПЛ, зажатые в держателях для рентгеновских испытаний; *c* — схема экспериментальной установки для измерений ID06; *d* — рентгеновское изображение фокальной линии, полученной для СПЛ с двумя одиночными линзами. Горизонтальный размер изображения составляет 300 μm, что соответствует толщине (глубине) алмазной пластины (3 × 3 mm). Вертикальная ширина фокальной линии составляет 5.7 μm (FWHM), что почти соответствует начальному размеру источника 40 μm.

рассеянием, вызванным шероховатостью поверхностей линз. Поскольку лазер был импульсным, а движение его луча не было полностью непрерывным, значительное количество материала испарялось в точках остановки, создавая нежелательный гребешкообразный профиль линзы.

Как и ожидалось, коэффициент усиления интенсивности для СПЛ, состоящей из пяти линз, был ниже, чем для СПЛ с двумя линзами, вследствие наличия большего количества отдельных линз (больше поверхностей и перешейков).

Полученное экспериментально значение коэффициента усиления может быть использовано для оценки шероховатости поверхности. Теоретическое значение G было рассчитано, как описано в [44], по формуле $G = \frac{AT_p}{B_v}$ с $T_p = \frac{1}{A} \sqrt{\frac{\pi R}{\mu N}} e^{-\mu N d} e^{-2N \left(\frac{2\pi d}{\lambda} \tau\right)^2}$, где A — физическая апертура линзы, B_v — вертикальный размер сфокусированного изображения, T_p — пропускание параболической СПЛ, N — число индивидуальных линз, d — линейный коэффициент поглощения, d — размер перешейка между линзами, δ — декремент показателя преломления, λ — длина волны излучения и τ — среднеквадратичная шероховатость поверхности. Таким образом, поскольку расхождение между теоретическими и экспериментальными значениями G в основном обусловлено шероховатостью поверхности, ее можно легко оценить. Для $\tau = 1.3 \mu\text{m}$ в приведенной выше формуле расчетное значение коэффициента усиления соответствует экспериментально полученному значению.

Для улучшения шероховатости поверхности было предложено использование лазеров с увеличенной ча-

стотой импульсов, поскольку это приводит к более плавному распределению осажденной энергии в материале. В [45,46] применялись фемтосекундные лазеры на длине волны 1030 nm с высокой частотой повторения для изготовления планарных СПЛ на основе пластин поликристаллического CVD-алмаза толщиной 600 μm и длиной 8.5 mm. В одной алмазной пластине были изготовлены три СПЛ: первая линза была сформирована из трех одиночных линз с радиусом в вершине параболы 50 μm, вторая линза состояла из 6 одиночных линз с радиусом параболы 200 μm, а третья линза состояла из 14 линз с радиусом параболы 500 μm. Расстояние между вершинами соседних парабол составляло около 75 μm.

Сканирующая электронная микроскопия подтвердила, что поверхности линз имеют субмикронную шероховатость (0.3 μm) и небольшой угол отклонения от вертикальности (1.7°). Фокусирующие свойства СПЛ были проверены на микрофокусном рентгеновском источнике MetalJet (ExcillumTM) со струей жидкого галлия в качестве анода. Размер источника составлял 20 × 80 μm в вертикальном и горизонтальном направлениях соответственно. Предварительные испытания линз для фокусировки рентгеновского излучения (9.25 keV) показали удовлетворительные характеристики. При этом наблюдалось уширение пятна фокусировки на ~ 50% (по сравнению с расчетным значением для идеальной геометрии параболических отверстий); это связано с ненулевым конусом лазерного среза. По сравнению с предыдущими исследованиями [42] по обработке алмазных преломляющих линз пикосекундными лазерами, обработка фемтосекундным лазером позволила достичь

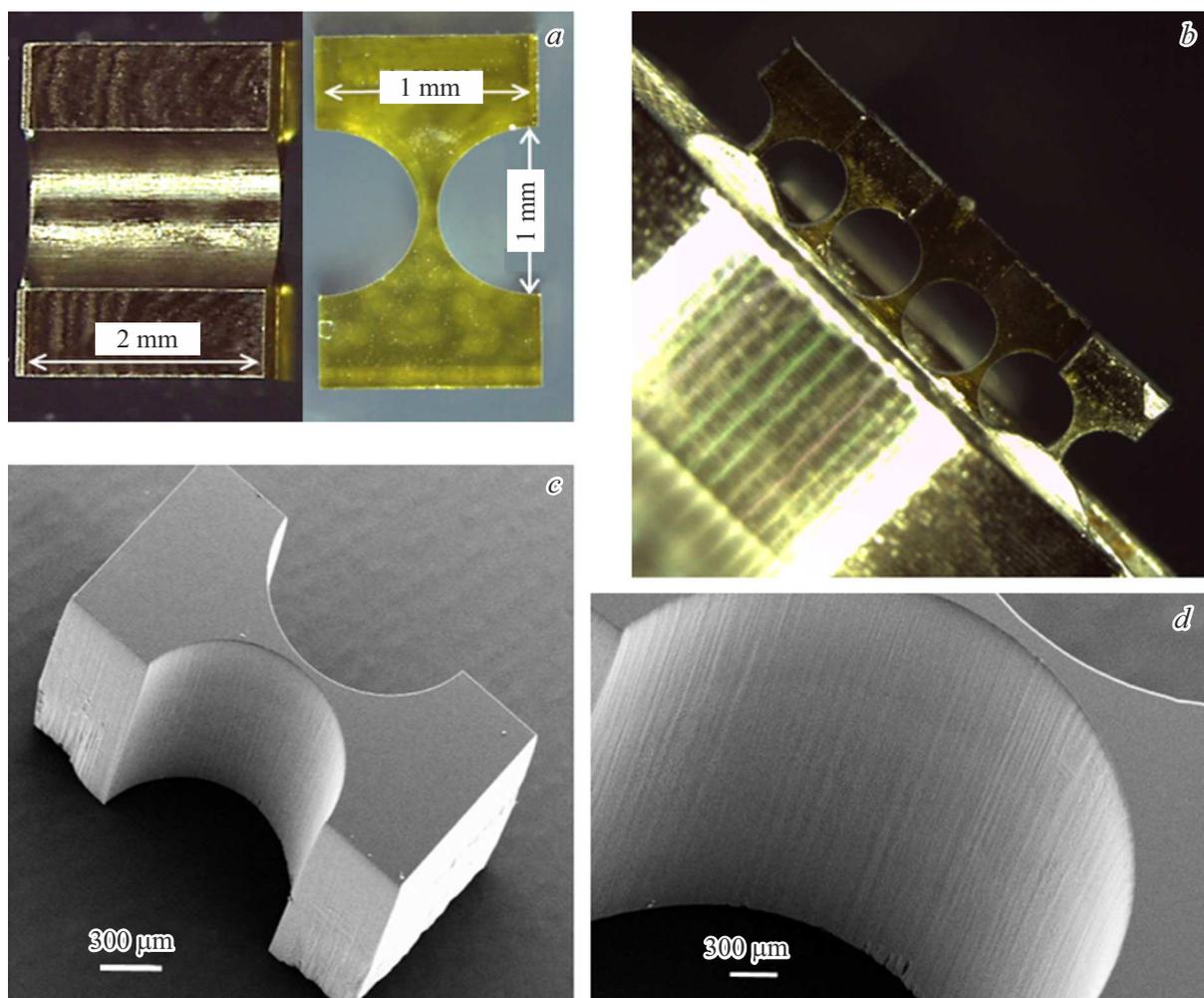


Рис. 3. *a* — фотографии цилиндрических линз. Каждая линза имеет радиус кривизны $R = 500 \mu\text{m}$ и геометрическую апертуру 1 mm, глубина структур была равна толщине алмазной пластины 1.2 mm. Толщина алмаза между вершинами последовательных цилиндров составляла $100 \mu\text{m}$; *b* — фотография сборки из пяти одиночных цилиндрических линз в держателе; *c* — СЭМ изображение линзы; *d* — СЭМ изображение стенки линзы.

более высокого качества и гладкости профиля линзы, однако улучшение вертикальности боковых стенок является критическим и требует дальнейшей доработки.

Внимательный читатель может заметить, что в [45,46] был использован поликристаллический алмаз, несмотря на предыдущие заявления о преимуществах монокристаллического материала. Это было сделано намеренно, ради исследовательского интереса, а также для сравнения результатов производственных процессов и оптических характеристик обеих линз.

Описанные выше линзы имели важную особенность — они были изготовлены из единой алмазной пластины. Это может быть рассматриваться как преимущество (простота настройки линз для их экспериментального использования), так и как недостаток — отсутствие гибкости в выборе количества линз в СПЛ (что может быть критично для некоторых приложений, так как фокусное расстояние СПЛ зависит от коли-

чества линз и энергии используемого рентгеновского излучения). В этой связи необходимо использовать СПЛ, состоящие из отдельных алмазных линз, которые физически не связаны друг с другом. Для этой цели были изготовлены линейные индивидуальные цилиндрические линзы (рис. 3, *a*) с использованием коммерчески доступных пластин монокристаллического алмаза (тип Па), выращенных методом химического осаждения из паровой фазы [47]. Цилиндрические профили линз были изготовлены в „Almax easyLab bvba“ (Бельгия) с использованием пикосекундного Nd: YAG-лазера. Для экспериментальных исследований одиночные линзы были состыкованы в СПЛ, как показано на рис. 3, *c*. СЭМ изображение (рис. 3, *d*) показывает улучшенное качество боковых стенок линзы, а именно их шероховатость и вертикальность.

Составленные линзы были испытаны на станции ID06 (ESRF) [47]. Вертикальный размер фокальной линии

соответствовал предсказанному значению (в соответствии с коэффициентом уменьшения). Равномерность линейного фокуса в горизонтальном направлении указывает на высокую степень вертикальности стенок линзы. Среднеквадратичная шероховатость поверхности была экспериментально определена по результатам измерений коэффициента усиления и составила $1.2\ \mu\text{m}$.

Как видно, в данном исследовании мы существенно увеличили глубину линз до $1.2\ \text{mm}$ по сравнению с глубиной $300\ \mu\text{m}$ в предыдущей работе [42]. Однако дальнейшее увеличение толщины и аспектного отношения алмазной линзы неизбежно ухудшит вертикальность боковых стенок линзы, приводя к значительным aberrациям фокусировки рентгеновского излучения. Для решения этой проблемы была предложена измененная геометрия изготовления, позволяющий создавать даже двумерный параболический профиль. Этот подход будет представлен в разд. 3.

3. Одномерные и двумерные алмазные линзы, изготовленные по технологии лазерной абляции

В настоящее время доступны мощные лазеры с ультракороткими импульсами в пикосекундном и фемтосекундном диапазонах, позволяющие в режиме лазерной абляции создавать точные трехмерные структуры путем контролируемого послонного испарения.

Двумерные [48] и линейные [49] преломляющие линзы были изготовлены в Технологическом институте сверхтвердых и новых углеродных материалов (ТИСНУМ, Россия, Троицк) методом лазерной абляции из высококачественного синтетического монокристаллического алмазного материала (тип Па). Кристаллы подложки были выращены методом температурного градиента в условиях высокого давления (5 GPa) и высокой температуры (1750 K) (НРНТ) [50]. Для одномерных линз кристаллы были разрезаны наносекундным лазером на прямоугольные пластины со следующими размерами: толщина $500\ \mu\text{m}$, длина $2.5\ \text{mm}$ и ширина $1.5\ \text{mm}$. Для двумерных линз кристаллы разрезали на круглые диски толщиной $510 \pm 10\ \mu\text{m}$ и диаметром $1.5\ \text{mm}$. Плоские поверхности механически полировались до микрошероховатости $\sim 5\ \text{nm}$. Профили параболических линз обрабатывались пикосекундным лазером Nd:YAG (длина волны $355\ \text{nm}$), работающим на третьей гармонике. Лазерный луч, сфокусированный в пятно размером $10\ \mu\text{m}$, сканировал по пластине, снимая алмазный материал слой за слоем со скоростью удаления $1\ \mu\text{m}$ за один проход. Схема сканирования корректировалась для каждого слоя, чтобы получить параболическую поверхность. При частоте импульсов $500\ \text{kHz}$ изготовление отдельной линзы занимало около $15\ \text{min}$. На рис. 4,а показано СЭМ изображение двумерной алмазной линзы, изготовленной описанным способом. Для оценки профиля линзы и радиуса в вершине параболы одна линза была разрезана

лазером через ось вращения (рис. 4, б). Оценки показывают, что радиус R параболы на краях линзы составляет $200\ \mu\text{m}$, а в вершине параболы радиус был близок к $190\ \mu\text{m}$, что означает относительную ошибку радиуса в 5%. Шероховатость поверхности в вершине параболы $\sim 1\ \mu\text{m}$ (от пика до впадины) была измерена с помощью атомно-силового микроскопа.

СЭМ изображения линейной параболической алмазной линзы показаны на рис. 4, с, d. По сравнению с ранее испытанными линзами, изготовленными методом лазерной резки [42,45,46], отличительными особенностями новых линз являются метод обработки профиля и, как следствие, геометрия линзы: например, одномерный профиль не имеет ограничений ни по апертуре и ширине линзы, ни по глубине профиля. В отличие от линз, вырезанных из одной пластины, новые линзы свободны от проблемы неперпендикулярности боковых стенок.

Линзы были испытаны как на синхротронных источниках (ESRF и Argonne Photon Source), так и на лабораторных установках рентгеновского излучения Rigaku MultiMax-9 с вращающимся анодным генератором и микрофокусного источника MetalJet с использованием $\text{CuK}\alpha$ и $\text{GaK}\alpha$ соответственно. Подробные экспериментальные результаты, полученные с использованием методов рентгеновской визуализации и фокусировки, были опубликованы в работах [48,49,51,52]. Эксперименты подтвердили значение относительной погрешности радиуса 5–10%, поэтому фокусировка без aberrаций не была достигнута, а фокальная линия (в случае 1D-линз) или фокальное пятно (для 2D-линз) были немного размазаны. Шероховатость поверхности, оцененная через измерения коэффициента усиления, дала среднеквадратичные значения $\tau = 0.7\ \mu\text{m}$ для одномерных линз и $\tau = 1.2\ \mu\text{m}$ для двумерных линз. Последнее значение хорошо соответствует измерениям, полученным с помощью атомно-силового микроскопа.

Стоит отметить, что в работе [53] фемтосекундная лазерная микрообработка также использовалась для изготовления двумерных линз, аналогичных описанным в разд. 3, с параболоидами малого радиуса кривизны ($\sim 105\ \mu\text{m}$) диаметром $450\ \mu\text{m}$, выполненных в монокристаллических алмазных пластинах, полученных методом химического осаждения из паровой фазы. С помощью одной линзы была продемонстрирована перефокусировка источника поворотного магнита в практически гауссовый профиль при энергии фотонов $13.8\ \text{keV}$. СПЛ, состоящая из трех линз, сфокусировала излучение от ондулятора в пятно размером $52\ \mu\text{m}$ (вертикально) $\times 21\ \mu\text{m}$ (горизонтально) при энергии $12\ \text{keV}$. Измеренный коэффициент усиления интенсивности СПЛ составил 53, что делает такие линзы пригодными для задач по умеренной фокусировке рентгеновских пучков с высокой плотностью мощности.

В [54] авторы провели тщательный анализ тепловой нагрузки и тепловых свойств алмаза и бериллия, которые являются распространенными материалами для

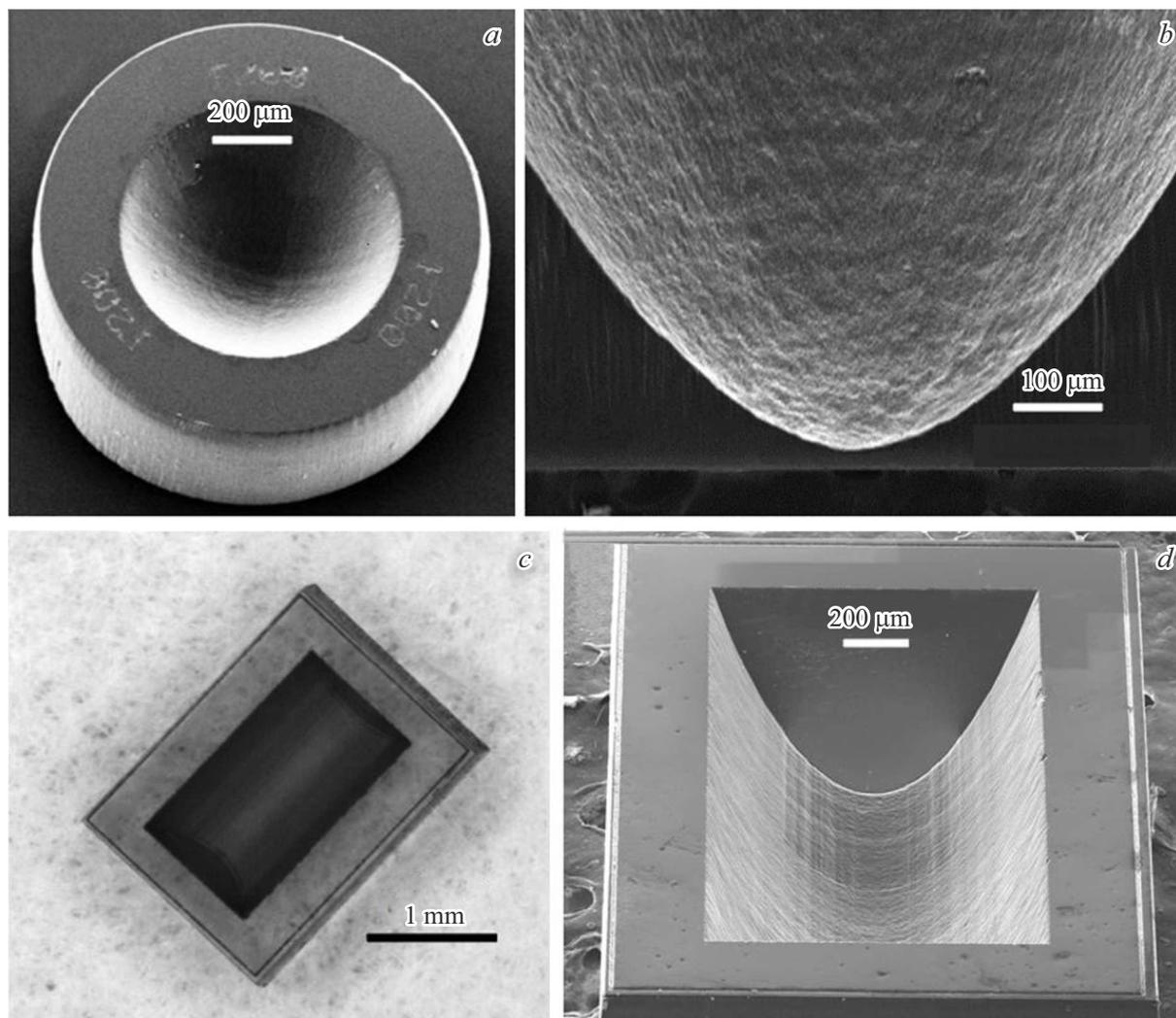


Рис. 4. *a* — СЭМ изображение двумерной алмазной линзы; *b* — СЭМ изображение линзы, разрезанной лазером через ось вращения. Радиус кривизны R в вершине параболы составлял $200\ \mu\text{m}$, геометрическая апертура A составляла $\sim 1\ \text{mm}$, а толщина материала d в вершине параболы составляла $30\ \mu\text{m}$; *c* — фотография $1D$ -алмазной линзы; *d* — ее СЭМ изображение. Радиус кривизны в вершине параболы $R = 200\ \mu\text{m}$, геометрическая апертура $A = 870\ \mu\text{m}$, длина $L = 1.5\ \text{mm}$, толщина материала в вершине параболы $d = 30\ \mu\text{m}$.

рентгеновской преломляющей оптики. Было обнаружено, что алмазная линза нагревается меньше, чем эквивалентная бериллиевая линза при энергиях выше $18\ \text{keV}$. Благодаря более низкому коэффициенту теплового расширения алмазная линза может сохранять свою работоспособность и в более низком энергетическом диапазоне $10\text{--}18\ \text{keV}$, даже несмотря на то, что ее повышение температуры выше, чем у бериллиевой.

4. Двумерные алмазные микролинзы, изготовленные с помощью ионно-лучевой литографии

Несмотря на успешное использование, метод лазерной абляции имеет существенные ограничения по ка-

честву изготавливаемых линз, так как лазерный луч обычно имеет неоднородную форму и неравномерное пространственное распределение энергии, что приводит к сильному радиационному повреждению абляционной поверхности. Ранее описанные линзы в той или иной степени имели значительные микрошероховатости поверхности и отклонения параболической формы от проектного профиля. Это не позволило достичь разрешения лучше $500\ \text{nm}$ в режиме микроскопии [48,49]. Кроме того, лазерная абляция не позволяет изготавливать линзы с радиусом менее $50\ \mu\text{m}$, что необходимо для снижения дифракционного предела рентгеновской преломляющей оптики.

Для изготовления качественных линз с малыми радиусами было предложено использовать другой альтернативный метод обработки алмазов — ионно-лучевую без-

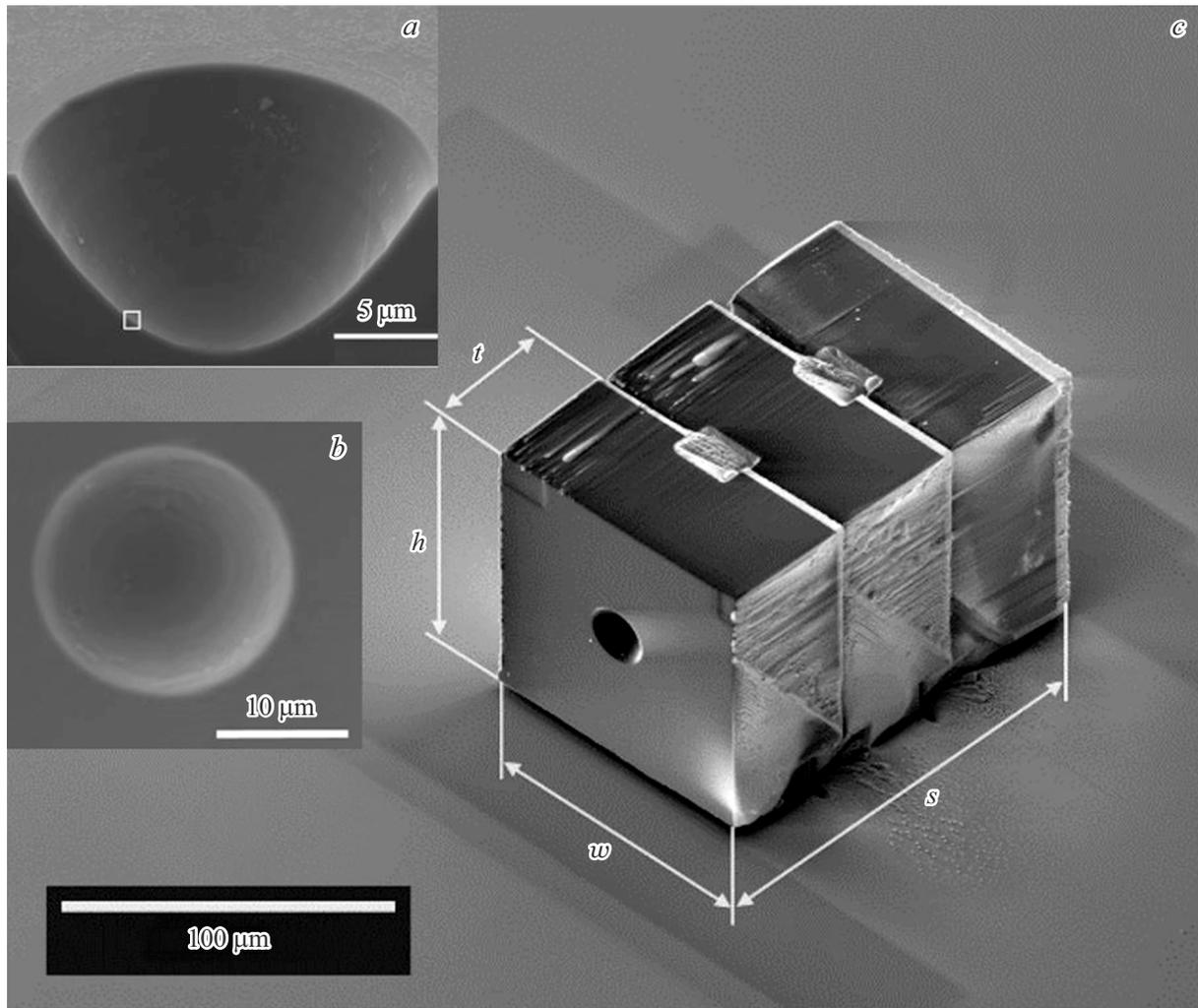


Рис. 5. *a* — наклоненные (54°) СЭМ изображения микролинзы, разрезанной пополам; *b* — СЭМ изображение изготовленной алмазной микролинзы, показывающее округлость апертуры линзы; *c* — СЭМ изображение сложенных алмазных микролинз, демонстрирующее точное позиционирование отдельных полулинз относительно друг друга. Размеры показаны в изометрии: толщина t — составляет $42\ \mu\text{m}$; высота h и ширина w равны между собой и составляют $w = h = 96\ \mu\text{m}$.

масочную литографию [55]. Ионно-лучевая литография позволяет формировать трехмерные профили поверхности высокого разрешения в процессе взаимодействия тонко сфокусированного ионного пучка (диаметром до $5\ \text{nm}$) с образцом. Было продемонстрировано, что ионно-лучевая литография может быть применена для изготовления двумерных параболических алмазных микролинз, представляющих большой интерес для нанофокусировки рентгеновских лучей и микроскопии высокого разрешения.

Безмасочное прямое „фрезерование“ алмазных линз проводилось с использованием системы Zeiss CrossBeam 540 FIB-SEM, оснащенной источником ионов жидкого галлия. Для контроля формы и геометрии изготовленных образцов использовалась *in-situ* сканирующая электронная микроскопия. Двумерные алмазные полулинзы были созданы в монокристаллической алмазной пластине (100) толщиной $40\ \mu\text{m}$. Радиус кривизны од-

ной параболической поверхности и физическая апертура были заданы равными 5 и $20\ \mu\text{m}$ соответственно. Процесс формирования одной полулинзы занял $\sim 2.5\ \text{h}$. Как показала СЭМ (рис. 5, *a*), линзы были практически свободны от выраженных низкочастотных и высокочастотных модуляций формы с погрешностью формы $< 200\ \text{nm}$ и шероховатостью поверхности $30\ \text{nm}$ [55,56]. Результаты СЭМ также показали, что апертура линзы имеет практически идеальную круглую форму, что дополнительно подтверждает высокую точность позиционирования ионного пучка (рис. 5, *b*). Единичные линзы были составлены в СПЛ в рамках одного технологического процесса (рис. 5, *c*) с высокой точностью настройки, что было дополнительно подтверждено рентгеновским фазово-контрастным имиджингом. Оптические характеристики СПЛ были успешно протестированы на станции P14, DESY, где была показана дифракционно-ограниченная фокусировка рентгеновского излучения и

продемонстрированы гауссовы профили интенсивности вдоль оптической оси.

Заключение

В обзоре продемонстрированы возможности создания алмазной преломляющей оптики с использованием различных технологий обработки алмазов, включая МЭМС, лазерную резку и абляцию, а также ионно-лучевую литографию. Экспериментальные исследования образцов линз были проведены на синхротронных и лабораторных источниках рентгеновского излучения. Линзы, изготовленные с помощью лазерных технологий, имеют среднюю шероховатость поверхности $\sim 1 \mu\text{m}$, что существенно ограничивает их применение на современных синхротронах. Качество поверхности может быть значительно улучшено путем последующей полировки поверхности механическими методами [57,58] или с использованием сфокусированного ионного пучка [56]. Возможно, лазерная водоструйная технология обработки алмаза позволит добиться более обнадеживающих результатов по сравнению с традиционными методами сухой лазерной резки и абляции. В настоящее время производством алмазных линз методом лазерной абляции с последующей механической полировкой занимается PALM Scientific [59]. Первые шаги изготовления алмазных линз для синхротрона PETRA III предпринимаются на DESY [60]. Что касается микролинз, изготавливаемых с помощью ионного пучка (FIB), то они имеют достаточно гладкую поверхность и могут быть использованы в качестве объектива для темнопольной рентгеновской микроскопии [17].

В связи с запуском и строительством синхротронов четвертого поколения, обеспечивающих практически коаксиально симметричные пучки предельно малой расходимости ($\sim 10 \mu\text{rad}$), применение алмазных линз в качестве фронтальной оптики для коллимации и фокусировки представляется крайне перспективным. Установленные во фронт-энде (Front-end), сразу после выхода излучения из ондуляторов, такие линзы смогут захватывать и передавать весь пучок на экспериментальную станцию практически без потерь. В отличие от бериллия идеально высокие термо- и радиационная стойкости алмаза позволяют использовать алмазную оптику в белом излучении практически без охлаждения. Более того, монокристаллический алмаз не вносит нежелательного диффузного рассеяния в проходящее излучение.

Однако оптика из совершенного монокристаллического алмаза может представлять неудобства в методах спектроскопии (EXAFS/XANES) при использовании протяженного спектрального диапазона. На определенных энергиях рентгеновского излучения некоторые кристаллические плоскости могут оказаться в брегговском положении, удовлетворяя условиям дифракции, что приводит к потерям интенсивности, так называемым глитчам, которые приводят к артефактам в измерении.

Возникновение глитчей — паразитных брегговских рефлексов — было подробно рассмотрено в [61–66].

Альтернативой монокристаллам может стать нанополукристаллический алмаз (NPD) [67–70], получаемый путем процесса спекания в многонаковальном прессе при высоких давлениях ($\sim 15 \text{ GPa}$) и температурах ($\sim 2500^\circ\text{C}$), посредством прямого превращения чистого графита. Размер алмазных кристаллитов может варьироваться в широком диапазоне от 10 до 100 nm.

К сожалению, уникальная технология синтеза NPD реализована только в Японии, где Sumitomo Electrical Industry изготавливают режущий инструмент, а университет Ehime обеспечивает весь мир наковальнями для проведения исследований по высокому давлению. Учитывая, что Россия занимает ведущие позиции в мире в физике высоких давлений и технологии синтеза сверхтвердых материалов, включая алмазы, было бы целесообразным разработать отечественную NPD-технология, которая будет крайне востребована для создания синхротронной оптики, научного и технологического инструментария.

В обзоре мы стремились ознакомить читателя с основными и наиболее значимыми тенденциями в области алмазной рентгеновской СПЛ оптики, не претендуя при этом на полное цитирование работ, выполненных в этой области.

Благодарности

Авторы выражают благодарность коллективу МНИЦ „Когерентная рентгеновская оптика для установок МегаСАЙНС“ Балтийского Федерального Университета.

Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке Российской Федерации в лице Министерства науки и высшего образования, соглашение № 075-15-2021-1350 от 5 октября 2021 г. (внутренний номер 15.СИН.21.0004).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] R. Dimper, H. Reichert, P. Raimondi, L. Sanchez Ortis, F. Sette, J. Suzini. *Orange Book* (ESRF, Grenoble, France 2015), http://www.esrf.eu/Apache_files/Upgrade/ESRF-orange-book.pdf
- [2] A. Snigirev, I. Snigireva, V. Kohn, S. Kuznetsov, I. Schelokov. *Rev. Sci. Instrum.*, **66**, 5496 91995). DOI: 10.1063/1.1146073
- [3] A. Snigirev, V. Kohn, I. Snigireva, B. Lengeler. *Nature*, **384**, 49 (1996). DOI: 10.1038/384049a0
- [4] A.I. Chumakov, R. Ruffer, O. Leopold, A. Barla, H. Thiess, T. Asthalter, B.P. Doyle, A. Snigirev, A.Q.R. Baron. *Appl. Phys. Lett.*, **77**, 31 (2000). DOI: 10.1063/1.126867

- [5] J.Y. Zhao, E.E. Alp, T.S. Toellner, W. Sturhahn, H. Sinn, D. Shu. *Rev. Sci. Instrum.*, **73**, 1611 (2002). DOI: 10.1063/1.1445823
- [6] G.B.M. Vaughan, J.P. Wright, A. Bytchkov, M. Rossat, H. Gleyzolle, I. Snigireva, A. Snigirev. *J. Synchrotron Rad.*, **18**, 125 (2011). DOI: 10.1107/S0909049510044365
- [7] A. Narikov, M. Polikarpov, A. Barannikov, N. Klimova, A. Lushnikov, I. Lyatun, G. Bourenkov, D. Zverev, I. Panormov, A. Sinitsyn, I. Snigireva, A. Snigirev. *J. Synchrotron Rad.*, **26**, 1208 (2019). DOI: 10.1107/S1600577519005708
- [8] M. Polikarpov, I. Snigireva, A. Snigirev. *J. Synchrotron Rad.*, **21**, 484 (2014). DOI: 10.1107/S1600577514001003
- [9] A. Snigirev, I. Snigireva, M. Lyubomirskiy, V. Kohn, V. Yunkin, S. Kuznetsov. *Opt. Express*, **22**, 25842 (2014). DOI: 10.1364/OE.22.025842
- [10] M. Lyubomirskiy, I. Snigireva, V. Kohn, S. Kuznetsov, V. Yunkin, G. Vaughan, A. Snigirev. *J. Synchrotron Rad.*, **23**, 1104 (2016). DOI: 10.1107/S160057751601153X
- [11] D. Zverev, A. Barannikov, I. Snigireva, A. Snigirev. *Opt. Express*, **25**, 28469 (2017). DOI: 10.1364/OE.25.028469
- [12] M. Drakopoulos, A. Snigirev, I. Snigireva, J. Schilling. *Appl. Phys. Lett.*, **86**, 3 (2005). DOI: 10.1063/1.1843282
- [13] A. Snigirev, I. Snigireva, V. Kohn, V. Yunkin, S. Kuznetsov, M. Grigoriev, T. Roth, G. Vaughan, C. Detlefs. *Phys. Rev. Lett.*, **103**, 064801 (2009). DOI: 10.1103/PhysRevLett.103.064801
- [14] A. Bosak, I. Snigireva, A. Snigirev. *Adv. Mater.*, **22**, 3256 (2010). DOI: 10.1002/adma.201000173
- [15] P. Ershov, S. Kuznetsov, I. Snigireva, V. Yunkin, A. Goikhman, A. Snigirev. *J. Appl. Cryst.*, **46**, 1475 (2013). DOI: 10.1107/S0021889813021468
- [16] D.V. Byelov, J.M. Meijer, I. Snigireva, A. Snigirev, L. Rossi, E. van den Pol, A. Kuijck, A. Philipse, A. Imhof, A. van Blaaderen, G.J. Vroeghe, A.V. Petukhov. *RSC Adv.*, **3**, 15670 (2013). DOI: 10.1039/c3ra41223g
- [17] H. Simons, A. King, W. Ludwig, C. Detlefs, W. Pantleon, S. Schmidt, I. Snigireva, A. Snigirev, H.F. Poulsen. *Nat. Commun.*, **6**, 6098 (2015). DOI: 10.1038/ncomms7098
- [18] N. Dubrovinskaya, L. Dubrovinsky, N.A. Sapoletova, A. Abakumov, A. Tunner, M. Hanfland, E. Bykova, M. Bykov, C. Prescher, V.B. Prakapenka, S. Petitgirard, I. Chuvashova, B. Gasharova, Y.L. Mathis, P. Ershov, I. Snigireva, A. Snigirev. *Sci. Adv.*, **2**, e1600341 (2016). DOI: 10.1126/sciadv.1600341
- [19] K.V. Falch, D. Casari, M. Di Michiel, C. Detlefs, A. Snigirev, I. Snigireva, V. Honkimaki, R. Mathiesen. *J. Mater. Sci.*, **52**, 3497 (2017). DOI: 10.1007/s10853-016-0643-8
- [20] K.V. Falch, M. Lyubomirskiy, D. Casari, A. Snigirev, I. Snigireva, C. Detlefs, M. Di Michiel, I. Lyatun, R. Mathiesen. *Ultramicroscopy*, **184**, 267 (2018). DOI: 10.1016/j.ultramic.2017.10.001
- [21] M. Polikarpov, G. Bourenkov, I. Snigireva, A. Snigirev, S. Zimmermann, K. Csankó, S. Brockhauser, T. Schneider. *Acta Cryst.*, **D 75**, 947 (2019). DOI: 10.1107/S2059798319011379
- [22] A.P. Chumakov, K. Napol'skii, A.V. Petukhov, A. Snigirev, I. Snigireva, I.V. Roslyakov, S.V. Grigoriev. *J. Appl. Cryst.*, **52**, 1095 (2019). DOI: 10.1107/S1600577519011221
- [23] S. Lyatun, D. Zverev, P. Ershov, I. Lyatun, O. Konovalov, I. Snigireva, A. Snigirev. *J. Synchrotron Rad.*, **26**, 1572 (2019). DOI: 10.1107/S1600577519007896
- [24] D. Zverev, I. Snigireva, V. Kohn, S. Kuznetsov, V. Yunkin, A. Snigirev. *Opt. Express*, **28**, 21856 (2020). DOI: 10.1364/OE.389940
- [25] D. Zverev, I. Snigireva, M. Sorokovikov, V. Yunkin, S. Kuznetsov, A. Snigirev. *Opt. Express*, **29**, 35038 (2021). DOI: 10.1364/OE.434656
- [26] A.M. Khounsary, R.K. Smither, S. Davey, A. Purohit. *SPIE*, **1739**, 628 (1992).
- [27] P.B. Fernandez, T. Graber, W.K. Lee, D.M. Mills, C.S. Rogers, L. Assoufid. *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A*, **400**, 476 (1997). DOI: 10.1016/S0168-9002(97)01014-0
- [28] Yu.V. Shvyd'ko, S. Stoupin, A. Cunsolo, A. Said, X. Huang. *Nat. Phys.*, **6**, 196 (2010). DOI: 10.1038/nphys1506
- [29] J. Amann, W. Berg, V. Blank, F.J. Decker, Y. Ding, P. Emma, Y. Feng, J. Frisch, D. Fritz, J. Hastings, Z. Huang, J. Krzywinski, R. Lindberg, H. Loos, A. Lutman, H.-D. Nuhn, D. Ratner, J. Rzepiela, D. Shu, Yu. Shvyd'ko, S. Spampinati, S. Stoupin, S. Terentyev, E. Trakhtenberg, D. Walz, J. Welch, J. Wu, A. Zholents, D. Zhu. *Nat. Photon.*, **6**, 693 (2012). DOI: 10.1038/nphoton.2012.180
- [30] S. Stoupin, S.A. Terentyev, V.D. Blank, Yu.V. Shvyd'ko, K. Goetze, L. Assoufid, S.N. Polyakov, M.S. Kuznetsov, N.V. Kornilov, J. Katsoudas, R. Alonso-Mori, M. Chollet, Y. Feng, J.M. Glowina, H. Lemke, A. Robert, M. Sikorski, S. Song, D. Zhu. *Opt. Express*, **21**, 30932 (2013). DOI: 10.1107/S1600577514013028
- [31] S. Stoupin, S.A. Terentyev, V.D. Blank, Yu.V. Shvyd'ko, K. Goetze, L. Assoufid, S.N. Polyakov, M.S. Kuznetsov, N.V. Kornilov, J. Katsoudas, R. Alonso-Mori, M. Chollet, Y. Feng, J.M. Glowina, H. Lemke, A. Robert, M. Sikorski, S. Song, D. Zhu. *J. Appl. Crystallogr.*, **47**, 1329 (2014). DOI: 10.1107/S1600577514013028
- [32] L. Zhang, A. Snigirev, I. Snigireva, G. Naylor, F. Zontone, M. Di Michiel, P. Elleaume. *SPIE*, **5539**, 48 (2004). DOI: 10.1117/12.568105
- [33] A. Snigirev, V. Yunkin, I. Snigireva, M. Di Michiel, M. Drakopoulos, S. Kuznetsov. *SPIE*, **4783**, 1 (2002). DOI: 10.1117/12.451011
- [34] I. Snigireva, A. Snigirev, C. Rau, T. Weitkamp, V. Aristov, M. Grigoriev, S. Kuznetsov, L. Shabelnikov, Y. Yunkin, M. Hoffmann, E. Voges. *Nucl. Instrum. Methods A*, **467–468**, 982 (2001). DOI: 10.1016/S0168-9002(01)00556-3
- [35] A. Snigirev, I. Snigireva, M. Grigoriev, V. Yunkin, M. Di Michiel, S. Kuznetsov, G. Vaughan. *SPIE*, **6705**, 670506 (2007). DOI: 10.1117/12.733609
- [36] L. Alianelli, J.S. Sawhney, A. Malik, J.L. Fox, P.W. May, R. Stevens, I.M. Loader, M.C. Wilson. *J. Appl. Phys.*, **108**, 123107 (2010). DOI: 10.1063/1.3517060
- [37] A.M. Malik, O.J. Fox, L. Alianelli, A.M. Korsunsky, R. Stevens, I.M. Loader, M.C. Wilson, I. Pape, K.J.S. Sawhney, P.W. May. *J. Micromech. Microeng.*, **23**, 125018 (2013). DOI: 10.1088/0960-1317/23/12/125018
- [38] O.J. Fox, L. Alianelli, A.M. Malik, I. Pape, P.W. May, K.J.S. Sawhney. *Opt. Express*, **22**, 7657 (2014). DOI: 10.1364/OE.22.007657
- [39] B. Nohammer, J. Hoszowska, A.K. Freund, C. David. *J. Synchrotron Rad.*, **10**, 168 (2003). DOI: 10.1107/S0909049502019532
- [40] A.F. Isakovic, A. Stein, J.B. Warren, S. Narayanan, M. Sprung, A.R. Sandy, K. Evans-Lutterodt. *J. Synchrotron Rad.*, **16**, 8 (2009). DOI: 10.1107/S0909049508033736

- [41] M. Lyubomirskiy, P. Boye, J.M. Feldkamp, J. Patommel, S. Schoeder, A. Schropp, M. Burghammer, C. Wild, C.G. Schroer. *J. Synchrotron Rad.*, **26**, 1554 (2019). DOI: 10.1107/S1600577519007082
- [42] M. Polikarpov, I. Snigireva, J. Morse, V. Yunkin, S. Kuznetsov, A. Snigirev. *J. Synchrotron Rad.*, **22**, 23 (2015). DOI: 10.1107/S1600577514021742
- [43] V. Kohn, I. Snigireva, A. Snigirev. *Phys. Rev. Lett.*, **85**, 2745 (2000). DOI: 10.1103/PhysRevLett.85.2745
- [44] B. Lengeler, C. Schroer, J. Tummler, B. Benner, M. Richwin, A. Snigirev, I. Snigireva, M. Drakopoulos. *J. Synchrotron Rad.*, **6**, 1153 (1999). DOI: 10.1107/S0909049599009747
- [45] T.V. Kononenko, V.M. Gololobov, V.I. Konov. *Appl. Phys. A*, **122**, 258 (2016). DOI: 10.1007/s00339-016-9789-0
- [46] M. Polikarpov, T.V. Kononenko, V.G. Ralchenko, E.E. Ashkinazib, V.I. Konov, P. Ershov, S. Kuznetsov, V. Yunkin, I. Snigireva, V.M. Polikarpov, A. Snigirev. *SPIE*, **9963**, 99630Q (2016). DOI: 10.1117/12.2238029
- [47] M. Polikarpov, I. Snigireva, A. Snigirev. *AIP Conf. Proceed.*, **1741**, 040024-1 (2016). DOI: 10.1063/1.4952896
- [48] S. Terentyev, V. Blank, S. Polyakov, S. Zholudev, A. Snigireva, M. Polikarpov, T. Kolpdziej, J. Qian, H. Zhou, Yu. Shvyd'ko. *Appl. Phys. Lett.*, **107**, 111108 (2015). DOI: 10.1063/1.4931357
- [49] S. Terentyev, M. Polikarpov, I. Snigireva, M. Di Michiel, S. Zholudev, V. Yunkin, S. Kuznetsov, V. Blank, A. Snigirev. *J. Synchrotron Rad.*, **24**, 103 (2017). DOI: 10.1107/S1600577516017331
- [50] S.N. Polyakov, V.N. Denisov, N.V. Kuzmin, M.S. Kuznetsov, S.Yu. Martyushov, S.A. Nosukhin, S.A. Terentiev, V.D. Blank. *Diamond Relat. Mater.*, **20**, 726 (2011). DOI: 10.1016/j.diamond.2011.03.012
- [51] M. Polikarpov, A. Barannikov, D. Zverev, S.A. Terentiev, S.N. Polyakov, S.I. Zholudev, S.Yu. Martyushov, V.N. Denisov, N.V. Kornilov, I. Snigireva, V.D. Blank, A. Snigirev. *SPIE*, **9964**, 99640J (2016). DOI: 10.1117/12.2238798
- [52] S.I. Zholudev, S.A. Terentiev, S.N. Polyakov, S.Yu. Martyushov, V.N. Denisov, N.V. Kornilov, M.V. Polikarpov, A. Snigirev, I. Snigireva, V.D. Blank. *AIP Conf. Proceed.*, **1764**, 020006 (2016). DOI: 10.1063/1.4961134
- [53] S. Antipov, S.V. Baryshev, J.E. Buyler, O. Antipova, Z. Liu, S. Stoupin. *J. Synchrotron Rad.*, **23**, 163 (2016). DOI: 10.1107/S1600577515020639
- [54] S. Antipov, S. Baryshev, S. Baturin, G. Chen, R. Kostin, S. Stoupin. *SPIE*, **9963**, 9963OR (2016). DOI: 10.1117/12.2238442
- [55] P. Medvedskaya, I. Lyatun, S. Shevyrtalov, M. Polikarpov, I. Snigireva, V. Yunkin, A. Snigirev. *Opt. Express*, **28**, 4773 (2020). DOI: 10.1364/OE.384647
- [56] P. Medvedskaya, I. Lyatun, S. Shevyrtalov, M. Polikarpov, I. Snigireva, V. Yunkin, A. Snigirev. *SPIE*, **11491**, 1149111 (2020). DOI: 10.1117/12.2568427
- [57] S. Antipov, E. Gomez, T. Roth, R. Selestre. *SPIE*, **11837**, 1183706 (2021). DOI: 10.1117/12.2595470
- [58] R. Selestre, S. Antipov, E. Gomez, T. Zinn, R. Barrett, T. Roth. *J. Synchrotron Rad.*, **29**, 629 (2022). DOI: 10.1107/S1600577522001795
- [59] Электронный ресурс. Режим доступа: <https://www.palm-scientific.com>
- [60] Электронный ресурс. Режим доступа: https://innovation.desy.de/technologies/diamondoptics/index_eng.html
- [61] M. Polikarpov, H. Emerich, N. Klimova, I. Snigireva, V. Savin, A. Snigirev. *Phys. Stat. Solidi B*, **255**, 1700229 (2018). DOI: 10.1002/pssb.201700229
- [62] Q. Zhang, M. Polikarpov, N. Klimova, H.B. Larsen, R. Mathiesen, H. Emerich, G. Thorkildsen, I. Snigireva, A. Snigirev. *J. Synchrotron Rad.*, **26**, 109 (2018). DOI: 10.1107/S1600577518014856
- [63] N. Klimova, O. Yefanov, I. Snigireva, A. Snigirev. *Crystals*, **11**, 504 (2021). DOI: 10.3390/cryst11050504
- [64] N. Klimova, I. Snigireva, A. Snigirev, O. Yefanov. *Crystals*, **11**, 1561 (2021). DOI: 10.3390/cryst11121561
- [65] N. Klimova, I. Snigireva, A. Snigirev, O. Yefanov. *J. Synchrotron Rad.*, **29**, 369 (2022). DOI: 10.1107/S1600577521013667
- [66] N. Klimova, A. Snigirev. *J. Surf. Investigations*, **17**, 1094 (2023). DOI: 10.1134/S102745102305021X
- [67] H. Sumiya, K. Harano, K. Arimoto, H. Kagi, S. Odake, T. Irifune. *Jpn. J. Appl. Phys.*, **48**, 120206 (009). DOI: 10.1143/JJAP.48.120206
- [68] H. Ohfuji, T. Okuchi, S. Odake, H. Kagi, H. Sumiya, T. Irifune. *Diamond Related Mater.*, **19**, 1040 (2010). DOI: 10.1016/j.diamond.2010.02.015
- [69] T. Irifune, C. Ueda, S. Ohshita, H. Ohfuji, T. Kunimoto, T. Shinmei. *High Pressure Research*, **40**, 96 (2020). DOI: 10.1080/08957959.2019.1700981
- [70] I. Snigireva, T. Irifune, T. Shinmei, P. Medvedskaya, S. Shevyrtalov, G. Bourenkov, M. Polikarpov, S. Rashchenko, A. Snigirev, I. Lyatun. *SPIE*, **11837**, 1183703 (2021). DOI: 10.1117/12.259467