



РЕНТГЕНОВСКАЯ И АЛМАЗНАЯ ОПТИКА. НОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ПРИБОРЫ ДЛЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОРЫВА

X-RAY AND DIAMOND OPTICS. NEW MATERIALS AND DEVICES FOR TECHNOLOGICAL BREAKTHROUGH

С.А.Терентьев, к.т.н., директор ФГБНУ "Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов", (ORCID: 0000-0002-7992-3611) / s.ter@bk.ru
S.A.Terentyev, Cand. of Sc. (Technical), Director of FSBI "Technological Institute for Superhard and Novel Carbon Materials"

DOI: 10.22184/1993-8578.2020.13.3-4.168.173

Получено: 08.06.2020 г.



20 марта Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов отметил 25-летний юбилей. За прошедшее с момента основания время в институте были разработаны уникальные технологии получения искусственных алмазов, сверхтвердых материалов и элементов на их основе, множество приборов для оптической электроники и рентгеновской оптики, а также инструментов по измерениям и исследованиям сверхтвердых материалов, о которых уже сообщалось в репортажах нашему журналу. О достижениях института, полученных результатах, популяризации науки и перспективах дальнейших исследований рассказывает директор института, кандидат технических наук Сергей Александрович Терентьев.

On March 20, the Technological Institute of Superhard and New Carbon Materials celebrated its 25th anniversary. Since then, the institute has

developed unique technologies for producing artificial diamonds, superhard materials and elements based on them, many instruments for optical electronics and X-ray optics, as well as instruments for measuring and researching superhard materials, which were already reported in our reports to the magazine. Director of the Institute, Candidate of Technical Sciences Sergey Alexandrovich Terentyev talks about the achievements of the Institute, the results achieved, the popularization of science and the prospects for further research.

Сергей Александрович, расскажите, пожалуйста, с чем подходит институт к своему юбилею? Что сделано за четверть века его существования?

В этом году мы отмечаем 25-летие нашего института. Четверть века назад собрался небольшой

коллектив, объединенный идеей создания нового направления – выращивания сверхтвердых материалов и алмазов. Эта цель легла в основу создаваемого в то время технологического центра. Имея опыт работы с высокими давлениями и температурами, позволяющий

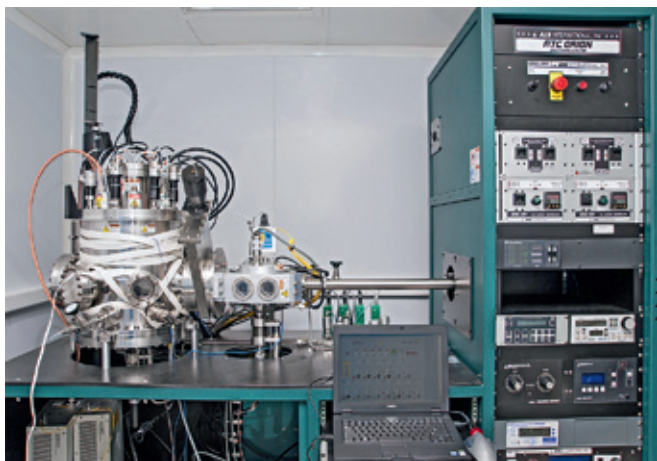


Рис.1. Установка для металлизации алмазной (и не только) поверхности с 6-ю магнетронами

Fig.1. Installation for metallization of a diamond (and not only) surface with 6 magnetrons

создавать искусственные алмазы в виде монокристаллов, возникла идея выращивать такие алмазы, встретить которые в природе невозможно. Как известно алмаз, являясь кристаллом из атомов углерода, имеет способность растворять в себе в значительных количествах (до 1000 ppm) только соседние атомы по таблице Менделеева, а именно: бор и азот. В природе примерно 98% кристаллов алмаза содержат примеси азота в количествах более 5 ppm и только 2% кристаллов можно отнести к малоазотному типу IIa. Цвет таких кристаллов может меняться от бесцветного до насыщенного коричневого с оттенками желтого в зависимости от концентрации азота и соотношения количества оптически-активных центров на его основе. Постростовые воздействия в виде природной радиации или следов пластической деформации могут добавить к желто-коричневой палитре цветов еще зеленые или розовые оттенки (GR1, NV-центры).

Создание искусственных алмазов с наперед заданными оптическими и электрофизическими свойствами, в том числе и структурно-совершенных, для элементов алмазной электроники и рентгеновской оптики – важная задача современной науки.

По мере развития технологии получения искусственных алмазов появилась возможность создавать полупроводниковые алмазы, легированные атомами бора в больших концентрациях. Это, фактически, новое вещество, не встречающееся в природе, оказалось очень востребованным в современной электронике. Природные голубые алмазы с примесями бора очень дороги и содержат



Рис.2. Лабораторный источник рентгеновского излучения для тестирования элементов рентгеновской оптики

Fig.2. Laboratory X-ray source for testing elements of X-ray optics

неконтролируемые концентрации примесей бора, что делает их практическое применение чрезвычайно затруднительным и "штучным", организовать промышленные масштабы производства приборов на их основе невозможно. Таким образом, в нашем институте научились получать искусственные полупроводниковые алмазы с высокими концентрациями атомов бора, которые активно применяются как элементы электронных устройств – диодов Шоттки. Технически это реализовано следующим образом. На подложку из сильнолегированного бором монокристалла алмаза осаждается слой высокочистого алмаза методом осаждения из газовой фазы, в результате чего получается единый монокристалл. После нанесения металлических контактов мы получаем электронный элемент – диод Шоттки. Это уже сертифицированный элемент электроники, на основе которого можно создавать более сложные схемы для решения ряда важных задач, таких как детектирование ионизирующих излучений, ультрафиолета и многих других.

Примерно 10 лет тому назад мы начали работать с задачами, связанными с созданием элементов для рентгеновской оптики.

Мировые научные центры синхротронного излучения (СИ) в последние годы активно занимаются созданием установок 4-го поколения. По сути, это рентгеновский лазер на свободных электронах. Главная цель таких разработок – повышение яркости и когерентности пучка фотонов как инструмента для исследования различных материалов, в том числе химических соединений и биологических структур, имеющих наноразмерный масштаб.



Рис.3. Стенд для акусто-электронных измерений планарных структур на алмазе

Fig.3. A stand for acousto-electronic measurements of planar structures on diamond.

Использование такого лазера позволяет по одной молекуле вещества, помещенного в пучке когерентных фотонов, получить информацию о структуре этой молекулы до момента ее термического разрушения в потоке фотонов. С помощью нового лазера появляется возможность расшифровать пространственную структуру белков и нанокристаллов.

Предложенная сотрудником DEZY Евгением Салдиным с коллегами оптическая схема с использованием алмазного монохроматора для повышения яркости СИ, впоследствии названная

селф-сидинг (self-seeding), не могла быть реализована без использования структурно-совершенных монокристаллов алмаза.

Мировые производители крупных монокристаллов алмаза, такие как Де-Бирс и Сумитомо, были не в состоянии тогда (около 2010 г.) предложить алмазный материал, отвечающий требованиям рентгеновской оптики. Изготовленный в ТИСНУМ образец такого алмаза после предварительной аттестации был отправлен в Аргонскую национальную лабораторию (Чикаго, США) для тестирования в качестве рентгеновского зеркала. Испытания превзошли все ожидания, отражательная способность оказалась практически 100%. Начиная с этого момента алмазная рентгеновская оптика превратилась из теории в практику.

Алмазный монохроматор из структурно-совершенного алмаза был изготовлен в ТИСНУМ в 2011 году и отправлен для эксперимента в SLAC (Стэнфордский линейный ускоритель, Калифорния, США), где впервые была продемонстрирована возможность использования алмазной рентгеновской оптики в лазере на свободных электронах. Оптическая схема с использованием селф-сидинга позволила уменьшить разброс энергии фотонов в 40 раз с 20 eV до 0,5 eV.

Настройка такого лазера весьма сложная задача, поскольку включает в себя регулировку большого количества взаимосвязанных элементов, таких как режимы работы ондуляторов, поворотных магнитов и пр. При этом необходимо полу-

чать мгновенную информацию о качестве синхротронного пучка. Одним из инструментов для наблюдения за качеством такого пучка является энергетический спектрометр. Принцип работы такого спектрометра основан на том, что брегговские углы отражения различны для фотонов с разной энергией. Очевидно, что построить малогабаритный спектрометр высокого разрешения является сложной задачей, так как для увеличения разрешающей способности требуется как можно дальше отнести детектор от кристалла анализатора. Для современных источников СИ необходимы спектрометры с разрешающей способностью не хуже 0,1 eV. Одним из решений



Рис.4. Технологические лазеры для обработки кристаллов алмаза

Fig.4. Technological lasers for processing diamond crystals

такой задачи является использование изогнутого кристалла анализатора, имеющего постоянный радиус изгиба и изготовленного из структурно-совершенного монокристалла алмаза. Структурно-совершенные пластины из кремния также могут быть использованы в качестве кристалла анализатора в таких схемах, однако имеют ряд недостатков по сравнению с алмазом, а именно: более высокое поглощение, низкую теплопроводность и, следовательно, деформацию при термическом разогреве в пучках фотонов высоких энергий. На стабильность работы такой конструкции также оказывает влияние и материал держателя, его тепловое расширение и как следствие изменение условий деформации кристалла. Для устранения таких проблем было принято решение держатель кристалла изготовить полностью из алмаза. Прототип такого держателя был испытан в 2013 году.

Приобретенный опыт в изготовлении полностью алмазных держателей пригодился и при создании оптического элемента для энергетического спектрометра. В данной конструкции тонкая пластина алмаза, жестко крепится одним концом в конструкции держателя и нагружается со свободного конца клиновидным элементом, причем для обеспечения равномерности изгиба такая пластина должна иметь форму равнобедренного треугольника с закрепленным основанием и нагружаемой вершиной. Работы по созданию таких оптических элементов осложнялись тем, что в мире отсутствовали технологии обработки тонких алмазных пластин. Расчеты показывали, что толщина такого элемента должна составлять от 30 до 20 мкм при длине 5–6 мм. Причем для ряда задач требуется использовать пластину с кристаллографическим направлением (111), имеющую максимальную твердость, и практически не поддающуюся стандартной механической обработке.

Решение технических проблем по изготовлению тонких алмазных пластин позволило создать оптический элемент для энергетического спектрометра с заданным радиусом изгиба алмазного кристалла.

Достигнутые результаты в области создания алмазной рентгеновской оптики были опубликованы в MRS BULLETIN.

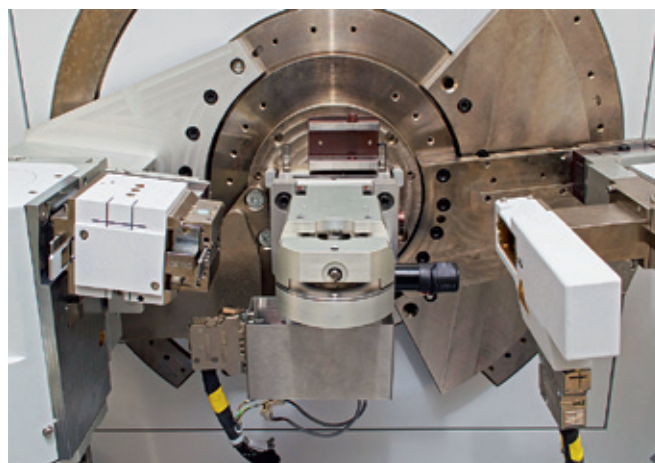


Рис.5. Рентгеновский дифрактометр
Fig.5. X-ray diffractometer

Дальнейшее развитие направления алмазной рентгеновской оптики мы видим в тесном сотрудничестве с мировыми центрами синхротронного излучения, включая строящийся в Новосибирске источник 4-го поколения "СКИФ".

В предыдущем репортаже говорилось о внесении сотрудниками компании в реестр СИ РФ новых приборов, обещали сообщить нам в будущем, каких именно. Так что это за приборы, сколько наименований, что с их помощью измеряют?

За последний год мы существенно расширили спектр приборов в область как достаточно неслож-



Рис.6. CVD-реактор для осаждения алмаза из газовой фазы
Fig.6. CVD reactor for the deposition of diamond from the gas phase



Рис.7. Сканирующий электронный микроскоп
Fig.7. Electron scanning microscope



Рис.8. Установка для высокоразрешающей рентгеновской топографии
Fig.8. Installation for high-resolution x-ray topography



Рис.9. Установка для изучения оптических свойств алмаза методом рамановской спектроскопии
Fig.9. Installation for studying the optical properties of diamond by Raman spectroscopy

ных моделей для технической диагностики, так и научных установок, позволяющих проводить принципиально новые исследования, недоступные ранее.

Среди первых можно отметить портативный компактный твердомер, работающий на принципах инструментального индентирования. Данный прибор позволяет проводить измерения твердости и модуля упругости в полевых условиях по аналогии с ультразвуковыми и динамическими твердомерами, но отличается гораздо лучшей чувствительностью, точностью измерений и спектром материалов, на которых можно проводить измерения.

Кроме того, еще один прибор – автоматизированный микротвердомер по шкале Виккерса – проходит стадию испытаний с целью утверждения типа средства измерения и внесения в Государственный реестр средств измерений. Этой осенью мы планируем вывод на отечественный рынок этого востребованного в повседневных измерениях прибора.

В области научных приборов мы существенно продвинулись в сторону комбинированных измерений твердости одновременно с методами оптической спектроскопии. Такие исследования стали возможны благодаря запатентованной конструкции прозрачного индентора из совершенного монокристалла алмаза, через который производится измерение спектров непосредственно во время его внедрения в поверхность материала. Область применения этой технологии огромна – от изучения фазовых переходов при локальном давлении в новых веществах до исследований процессов в тонких подповерхностных слоях или при полимеризации материалов, используемых в аддитивных технологиях.

Расскажите, пожалуйста, нашим читателям о деятельности компании по работе с талантливой молодежью, студенчеством.

Мы активно сотрудничаем с ведущими вузами РФ не только в плане подготовки специалистов, но и в борьбе за талантливую молодежь. В этом плане не могу не отметить усилия сотрудника ТИСНУМ Владимира Николаевича Решетова, который активно работает со школьниками и учителями. Он неоднократно, как профессор МИФИ и МФТИ, принимал участие во Всероссийском форуме "ПроеКТОрия", выезжал на научные смены в "Сириус" и прямо во время самоизоляции выступил на проводившейся в Сочи школе с лекцией "Космос мирным не бывает?".

Не планируете ли вы, помимо студентов, работать со школьниками?

Троицк – это наукоград, и школы у нас особые. Наш институт всегда помогал учителям физики в подготовке к традиционному фестивалю для школьников – "Физический марафон: Шаг в науку". Последние годы благодаря нашему участию команда Троицкого лицея регулярно занимает призовые места и выигрывает этот научный марафон.

Каждый год наши специалисты выступают с научно-популярными рассказами на регулярных Школах учителей, проходящих в Троицке и Красной Пахре, на школьных "Королевских чтениях" и других мероприятиях. Ссылки на все эти события можно найти на сайте нашего института tishnum.ru или сайте nanoscan.info.

Талантливая молодежь наукограда Троицк действительно нуждается в особом внимании, и здесь все научные и культурные учреждения нашего города стараются помочь тем, кто может и хочет заниматься творческим трудом. Здесь не нужно никого понукать, многие сотрудники готовы к такого рода подвигам. Здесь, главное им не мешать и предоставлять научные площадки нашего института для такой благой деятельности. К нам постоянно приходят школьники и студенты на экскурсии, и, видя радость и готовность к встрече с новым и неизвестным в глазах сотрудников, они выбирают науку и посвящают ей свою жизнь.

На сайте компании выкладывались лекции, которые записывались в период вынужденной изоляции и стали доступны благодаря энтузиазму и политике популяризации науки института. Вы оцениваете эффект от этих мероприятий?

ФГБНУ ТИСНУМ с первых дней своего создания уделял большое внимание популяризации научных достижений. В "нулевые" мы плотно сотрудничали с журналом "Вокруг света" и наши сотрудники регулярно публиковали в нем научно-популярные статьи про нанотехнологии, атомно-силовую микроскопию и методы выращивания особо чистых алмазов.

Многие сюжеты для познавательных передач снимались на территории нашего института. Сейчас мы активно сотрудничаем с такой еженедельной передачей, как "Чудо техники", и телевизионным каналом "Отражение" Общественного телевидения России. Ведущие специалисты ТИСНУМ являются завсегдатями такой передачи,



Рис.10. Установки для кристаллизации структурно-совершенных монокристаллов алмаза

Fig.10. Plants for crystallization of structurally perfect single crystals of diamond



Рис.11. Сканирующий нанотвердометр "НаноСкан-4D"

Fig.11. Scanning Nanohardometer "NanoScan-4D"

как "Российские радиоуниверситеты" радиостанции "Маяк". За время вынужденного карантина в онлайн-режиме записаны три передачи, одна из которых посвящена участию нашего института в создании рентгеновского лазера на свободных электронах. Они будут в эфире и доступны на сайте радиостанции в середине июня текущего года. ■