

УДК 621.386.8

РЕНТГЕНОВСКИЙ ЭШЕЛОН-МОНОХРОМАТОР
ИЗ ПИРОЛИТИЧЕСКОГО ГРАФИТА

© 1998 г. А. Г. Турьянский, И. В. Пиршин

Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН
Россия, 117924, Москва, В-333, Ленинский просп., 53

Поступила в редакцию 27.02.98 г.

Описана конструкция рентгеновского эшелон-монокроматора на основе полупрозрачных пластин пиролитического графита. Приведены результаты сравнительных измерений стандартных монокроматоров из пирографита толщиной 0,5–1 мм, полупрозрачных пластин толщиной 46–180 мкм и эшелон-монокроматора из трех полупрозрачных пластин. По сравнению с лучшим стандартным монокроматором достигнуто увеличение пикового и интегрального коэффициентов отражения на 55% и 13% соответственно. Показана возможность регулирования спектральной полосы.

Монокроматоры из пиролитического графита широко используются при рентгеновских измерениях с энергией излучения >5 кэВ. Это обусловлено рекордно высоким интегральным коэффициентом отражения пирографита R_s [1], возможностью нанесения пирографита на поверхность заданной формы [2, 3], а также снижением трудоемкости юстировки благодаря более низкой требуемой точности настройки такого монокроматора по углу, чем кристалл-монокроматоров из Si, Ge и кварца. Однако пиковый коэффициент отражения R_m , определяемый как отношение полной интенсивности дифракционно отраженного излучения к интенсивности падающего квазипараллельного монокроматического пучка, у пирографита меньше, чем у совершенных кристаллов Si и многослойных рентгеновских зеркал [4, 5], для которых $R_m > 0.7$. Кроме того, монокроматоры из пирографита, как и другие кристаллические монокроматоры, имеют фиксированную полосу пропускания, которую можно изменять только сменой монокроматора.

В данной работе предлагается заменить толстую монокроматическую пластину монокроматора последовательным рядом полупрозрачных пластин, для которых $(\mu_a + \mu_e)L < 1$, где μ_a – линейный коэффициент ослабления, μ_e – коэффициент экстинкции, L – длина пути излучения в материале. Как будет показано ниже, для мозаичных образцов пирографита с угловым разворотом блоков мозаики $<0.6^\circ$ в дифракционном положении коэффициент μ_e по порядку величины сравним с μ_a . При пространственном разнесении пластин вдоль пучка на расстояние, обеспечивающее свободный выход дифрагированного излучения, одновременно снижается влияние двух негативных факторов: ослабления, обусловленного рассеянием и фотопоглощением, а также дифракционного эк-

ранирования предшествующими слоями монокроматора. Поэтому при использовании эшелона из полупрозрачных пластин следует ожидать значительного увеличения отражательной способности по сравнению с монокроматором монолитной структурой.

В качестве исходного материала и контрольных образцов использовались пластины пиролитического графита толщиной 0,5 и 1 мм производства НИИ "Графит", поставляемые в качестве монокроматоров для рентгеновских дифрактометров. Из пластин вырезались образцы площадью 0,6–0,9 см² и толщиной d , равной 46–180 мкм. Приведенные здесь и далее значения d получены из измерений ослабления рентгеновского пучка при прохождении его под заданным углом к поверхности образца для табличных значений плотности 2,23 г/см³ и массового коэффициента ослабления пиролитического графита 4,67 см²/г. Измерения толщины механическим индикатором для всех пластин давали завышенные на 10–20 мкм значения, что, скорее всего, обусловлено неровностью их поверхности.

Измерительная схема на базе рентгеновского дифрактометра ДРОН-3 показана на рис. 1. Излучение рентгеновской трубки 1 с медным анодом монокроматизировалось монокристаллом 2 Si (111). Характеристическая линия $\text{CuK}_{\alpha 1}$ из дифракционно отраженного пучка вырезалась вертикальной щелью 3 шириной 0,05 мкм. Пучок дополнительно ограничивался по вертикали горизонтальной щелью 4 шириной 3 мм. Первая 8 и третья 10 по ходу рентгеновского пучка пластины пирографита устанавливались на поворотных втулках 5, 7, закрепленных на головках для ориентации монокристаллов. С помощью головок образцы перемещались вдоль пучка и перпендикулярно ему, а также поворачивались в плоскости, перпендикулярной пучку. Поворотом втулок вокруг осей O_2

и O_4 , совмещенных при юстировке с плоскостью рентгеновского пучка, проводилась независимая настройка пластин 8 и 10 на угол дифракции. Вторая по ходу рентгеновского пучка пластина 9 устанавливалась в стандартный держатель 6 плоских образцов, совмещенный с главной осью O_3 гониометра ГУР-8. Расстояние от оси O_3 до щели 11 составляло 190 мм, осевые расстояния O_2-O_3 , O_3-O_4 – 35 мм.

Перед установкой пластин в ряд согласно схеме, изображенной на рис. 1, проводились следующие измерения отдельных образцов пирографита.

1. Детектор 12 устанавливался по оси прямого пучка и измерялась интенсивность излучения I_0 . Затем в центральный держатель 6 поочередно помещались пластины пирографита, которые разворачивались на углы $\Theta_1 = 15^\circ$ и $\Theta_2 = 30^\circ$, и в этих положениях измерялись интенсивности I_1 и I_2 прошедшего через образец излучения. Ширина рентгеновского пучка вблизи оси O_3 составляла < 100 мкм. При развороте используемых нами образцов шириной b , равной 6–8 мм, на угол $\Theta > 10^\circ$ их размеры в направлении падающего излучения составляли $b \sin \Theta > 1$ мм, т.е. образцы полностью перекрывали прямой пучок. По результатам измерения ослабления при углах Θ_1 и Θ_2 определялась толщина d пластин (см. таблицу).

2. В положении детектора на оси прямого пучка качанием образцов вблизи брэгговского угла Θ_B находилось угловое положение, при котором наблюдался минимум интенсивности прошедшего пучка, т.е. экстинкция в результате дифракции была максимальна. В диапазоне углов $[\Theta_B - 2^\circ, \Theta_B + 2^\circ]$ при фиксированном положении детектора регистрировались угловые зависимости интенсивности пропускания $I^T(\Theta)$ (рис. 2). По полученным данным определялись угловая полуширина кривой пропускания $\Delta\omega_T$ (см. таблицу) и путем нормировки – угловая зависимость коэффициента пропускания $T(\Theta)$ и T_{\min} . Как видно из сравнения относительного изменения интенсивности

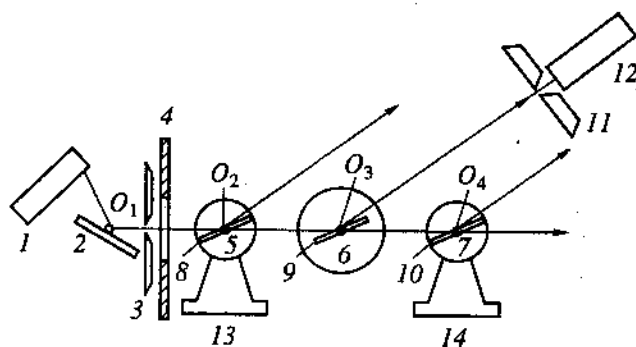


Рис. 1. Схема измерений: 1 – рентгеновская трубка, 2 – кристалл-монокроматор, 3, 11 – вертикальные щели, 4 – горизонтальная щель, 5, 7 – поворотные втулки, 6 – стандартный держатель, 8–10 – пластины пирографита, 12 – детектор, 13, 14 – головки для ориентации монокристаллов.

(рис. 2) и величин T_{\min} , в результате экстинкции ослабление вблизи брэгговского угла возрастает приблизительно вдвое.

3. Детектор 12 устанавливался в максимум дифракционного отражения (0002). При фиксированном положении детектора, ограниченного щелью 11 шириной 1 мм, проводилась запись интенсивности отражения $I^R(\Theta)$ при измерениях Θ в диапазоне $[\Theta_B - 2^\circ, \Theta_B + 2^\circ]$. После этого образец снимался, и проводилось контрольное измерение интенсивности прямого пучка I_0 . По полученным данным определялись интегральный коэффициент отражения R_s , пиковый коэффициент отражения R_m , полуширина $\Delta\omega_R$ и – после нормировки – угловые зависимости коэффициента отражения $R(\Theta)$. Эти измерения проводились как для полупрозрачных пластин, так и для контрольных образцов толщиной 0.5 и 1 мм (см. таблицу). Угловые положения, при которых наблюдался минимум пропускания и максимум отражения полупрозрачных пластин, совпадали.

Характеристики монокроматоров из пирографита

Образец	d , мкм	$R_s \cdot 10^5$	R_m	T_{\min}	$\Delta\omega_R$, град	$\Delta\omega_T$, град
Контрольный	1000	474	0.31	–	0.8	–
Контрольный	500	461	0.26	–	0.85	–
Контрольный	1000	527	0.28	–	1.05	–
Пластина 1	76	290	0.29	0.46	0.56	0.56
Пластина 2	46	204	0.22	0.60	0.50	0.50
Пластина 3	71	300	0.28	0.47	0.57	0.56
Пластина 4	180	370	0.25	0.26	0.82	0.92
Эшелон (P)	193	541	0.47	0.13	0.61	–
Эшелон (N)	193	595	0.35	0.23	0.92	–

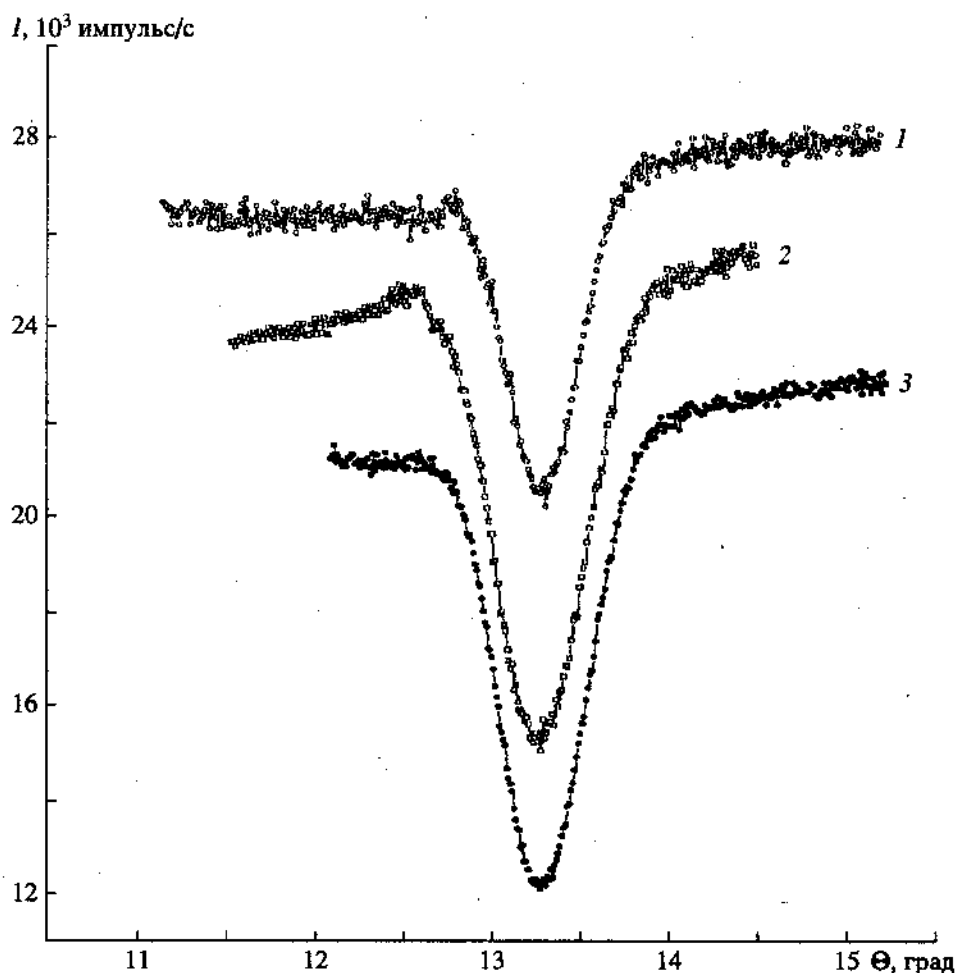


Рис. 2. Угловые зависимости интенсивности пропускания отдельных пластин эшелон-монокроматора при Θ -качании ($2\Theta = 0 = \text{const}$): 1 – пластины 8 (см. рис. 1); 2 – пластины 9; 3 – пластины 10.

Для установки в эшелон-монокроматор выбирались пластины с наибольшим отношением $R_m/(1 - T)$. Для юстировки эшелона детектор 12 устанавливался по оси прямого пучка. Пластины 8–10 помещались соответственно в держатели 5–7 и настраивались последовательно. При этом сначала каждая пластина пирографита устанавливалась параллельно пучку и перемещалась перпендикулярно ему до максимального ослабления сигнала, вызванного перекрытием прямого пучка. Затем вращением вокруг осей O_2 – O_4 находилось угловое положение, при котором обеспечивался минимум коэффициента пропускания, что соответствует максимуму коэффициента отражения (см. выше). После этого проводилось угловое сканирование детектором 12 в диапазоне углов 2Θ от -2° до $+32^\circ$ (рис. 3). Наблюдаемое на диаграмме угловое смещение $2\Delta\Theta$ дифракционных пиков обусловлено линейным сдвигом s в противоположные стороны осей вращения первой и третьей пластин эшелона относительно оси вра-

щения детектора. Для геометрии измерения согласно рис. 1 имеем следующую зависимость:

$$2\Delta\Theta = \text{arctg} [s \sin 2\Theta / \sqrt{R^2 - (s \sin 2\Theta)^2}]. \quad (1)$$

В нашей установке $s = 35$ мм, $R = 190$ мм и отсюда $\Delta_1(2\Theta) = -\Delta_3(2\Theta) = 4.7^\circ$, что и наблюдается на угловой диаграмме. Линейное смещение приводит также к изменению угла падения излучения на детектор на эту же величину, однако из-за малости изменения угла увеличением ослабления в бериллиевом окне детектора можно пренебречь.

По окончании сканирования проводилось контрольное измерение интенсивности прямого пучка I_0 . Пиковый коэффициент отражения эшелона R_m определялся как $(I_{m1} + I_{m2} + I_{m3})/I_0$, где I_{m1} , I_{m2} , I_{m3} – максимумы интенсивности на угловой диаграмме сканирования. Оси вращения O_2 , O_4 не были связаны с электромеханическим приводом, что не позволило измерить интегральную интенсивность отражения эшелона при синхронном

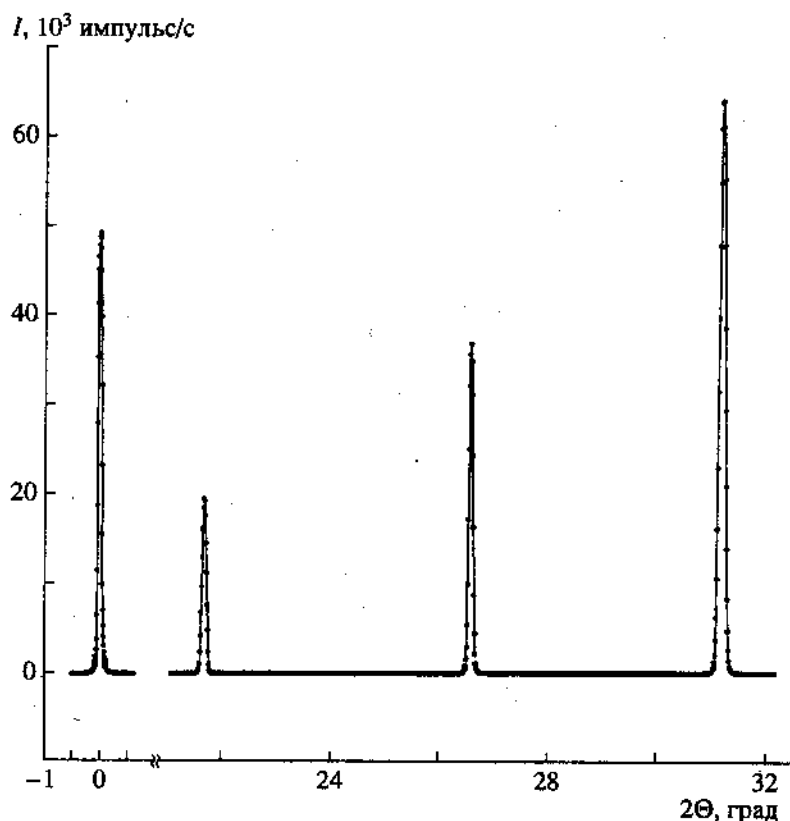


Рис. 3. Угловая зависимость интенсивности отражения и пропускания эшелон-монохроматором при 2Θ -сканировании детектором ($\Theta = 13.2^\circ = \text{const}$).

вращения пластин. По полученным данным уширение углового профиля пучка при его прохождении через образец толщиной <100 мкм составило 0.003° , т.е. пренебрежимо мало по сравнению с полуширинами $\Delta\omega_R$ и $\Delta\omega_T$ кривых качания при $2\Theta = \text{const}$ (см. таблицу). Это означает, что величина R_i и угловые зависимости коэффициента отражения эшелона $R^e(\Theta)$ можно рассчитать из экспериментальных кривых отражения и пропускания каждой отдельной пластины. В общем случае для эшелона из n пластин можно записать

$$R_s = \int_{\varphi_1}^{\varphi_2} R(\Theta) d\Theta = \int_{\varphi_1}^{\varphi_2} [R_1(\Theta + \Delta\varphi_1) + \sum_{i=2}^n R_i(\Theta + \Delta\varphi_i) \prod_{i=2}^n T_{i-1}(\Theta + \Delta\varphi_i)] d\Theta, \quad (2)$$

где $T_i(\Theta + \Delta\varphi_i)$ и $R_i(\Theta + \Delta\varphi_i)$ — соответственно коэффициенты пропускания и отражения i -й пластины; $\Delta\varphi_i$ — угол отклонения i -й пластины от текущего угла качания Θ ; $[\varphi_1, \varphi_2]$ — диапазон согласованного углового качания пластин эшелона ($\varphi_1 < \Theta < \varphi_2$).

В качестве текущего угла удобно выбрать угол поворота первой (входной) пластины эшелона.

Тогда $\varphi_1 = 0$, а остальные углы φ_i можно рассматривать как углы разворота пластин эшелона относительно входной пластины. В качестве примера на рис. 4 показаны измеренная зависимость $R(\Theta)$ для центральной пластины эшелона (кривая 1) и расчетные зависимости для эшелона из трех пластин при нулевых углах разворота (параллельная ориентация) и при развороте второй и третьей пластины соответственно на 0.35° и -0.35° относительно первой (кривые 2 и 3). Соответствующие указанным ориентациям параметры эшелона помечены в таблице буквами P и N . Как видно из приведенных данных, при развороте пластин полуширина кривой $R(\Theta)$ и, следовательно, полоса пропускания в отраженном излучении увеличиваются. При этом, несмотря на уменьшение R_m , значительно возрастает R_s , поскольку ослабление излучения за счет экстинкции резко падает. По той же причине в непараллельной ориентации коэффициент пропускания эшелона увеличивается вдвое.

Как видно из таблицы, при оптимальной настройке эшелон-монохроматор по пиковому и интегральному коэффициентам отражения превосходит стандартные промышленные образцы массивного пирографита. Однако при этом монохроматизированное излучение разделяется на несколько пучков.

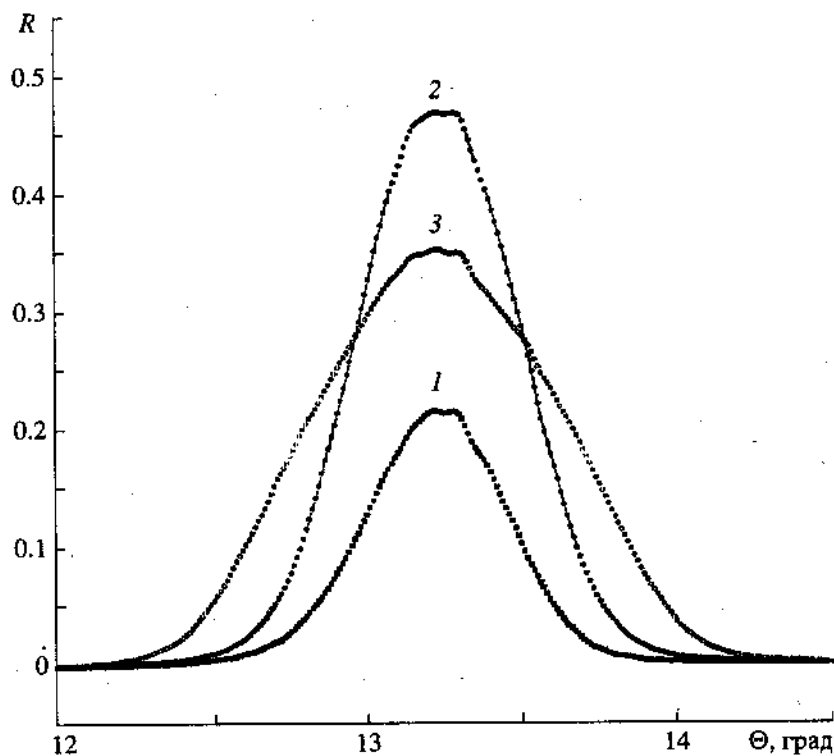


Рис. 4. Угловые зависимости коэффициента отражения при Θ -качении: 1 – центральной пластины эшелон-монокроматора; 2 – эшелон-монокроматора при взаимно параллельном расположении пластин пирографита; 3 – эшелон-монокроматора при фиксированном повороте второй и третьей пластины относительно первой соответственно на 0.35° и -0.35° .

Заметим, что минимальное допустимое значение расстояний O_2-O_3 и O_3-O_4 между поворотными осями эшелона при сохранении возможности поворота на 360° равно ширине b пластины. Для наиболее часто используемого излучения CuK_α при $b = 6$ мм смещение крайних пучков относительно центрального составляет 2.7 мм. Диаметр входного окна большинства детекторов > 10 мм (например, у БДС-7 он равен 16 мм), поэтому, несмотря на расщепление, монохроматизированный эшелонный пучок может направляться через многощелевую диафрагму на один детектор.

Предложенный эшелон-монокроматор наиболее эффективен в рентгеновских рефлектометрах и малоугловых камерах. В позиции кристалла-анализатора его можно использовать в рентгеновских дифрактометрах при фазовом анализе. Возможности использования других свойств эше-

лона (разделение спектральных линий и регулировка рабочей полосы спектра) будут подробнее рассмотрены в следующей публикации.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Freund A.K., Munkholm A., Brennan S. // Proc. SPIE. Int. Soc. Opt. Eng. 1996. V. 2856. P. 69.
2. Antonov A.A., Baryshev V.B., Grigoryeva I.G., et al. // Nucl. Instrum. and Methods. 1991. V. A308. P. 442.
3. Beckhoff B., Kanngiesser B., Malzer W. // Proc. SPIE. Int. Soc. Opt. Eng. 1996. V. 2859. P. 190.
4. Вазина А.А., Герасимов В.С., Коган М.Т. и др. // Аппаратура и методы рентгеновского анализа. 1981. Вып. 26. С. 3.
5. Барби Т. мл. Рентгеновская оптика и микроскопия / Под ред. Г. Шмаля, Д. Рудольфа. М.: Мир, 1987. С. 204.