## СИНХРОТРОННОЕ ИЗЛУЧЕНИЕ методы исследования структуры вешеств

200

### Г.В. Фетисов

### Г.В. Фетисов

# СИНХРОТРОННОЕ ИЗЛУЧЕНИЕ методы исследования структуры веществ

Под редакцией Л.А. Асланова

Допущено УМО по классическому университетскому образованию в качестве учебного пособия для студентов старших курсов, обучающихся по специальности 020101 (011000) - Химия



МОСКВА ФИЗМАТЛИТ<sup>®</sup> 2007 Фетисов Г. В. Синхротронное излучение. Методы исследования структуры веществ. / Под редакцией Л.А. Асланова. — М.: ФИЗМАТЛИТ, 2007. — 672 с. — ISBN 978-5-9221-0805-8.

Что такое синхротронное излучение (СИ), как оно получается и какими уникальными свойствами обладает? Что нового по сравнению с рентгеновскими лучами из рентгеновских трубок могут дать рентгеновские лучи из источников СИ для исследования атомной структуры веществ? Какие генераторы СИ уже есть в настоящее время и какие могут появиться в ближайшем будущем, где их можно найти и каковы их основные характеристики? Чем отличается проведение рентгеноструктурных и рентгеновских лучей и какие специальные устройства требуются и уже существуют для таких экспериментов? Какие рентгеновские дифракционные и спектральные измерения стали возможны в последнее время только благодаря появлению доступного СИ и как их проводить, а также что принципиально нового можно узнать о веществе из результатов этих измерений? Именно об этом рассказывается в шести главах данной книги.

Допущено УМО по классическому университетскому образованию в качестве учебного пособия для студентов старших курсов, обучающихся по специальности 020101 (011000) — Химия.

Рецензенты: д.ф.-м.н., профессор А.М. Балагуров, ЛНФ ОИЯИ; д.ф.-м.н., профессор А.В. Виноградов, ОКРФ ФИАН; д.ф.-м.н., В.Г. Тункин, Международный лазерный центр, МГУ

Учебное издание

ФЕТИСОВ Геннадий Владимирович

#### СИНХРОТРОННОЕ ИЗЛУЧЕНИЕ. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ ВЕЩЕСТВ

Редактор: Ярунин В.С. Оригинал-макет: Граменицкая Е.М. Оформление переплета: Алехина А.Ю.

Подписано в печать 29.01.07 Формат 70х100/16. Бумага офсетная. Печать офсетная. Усл. печ. л. 54,6. Уч.-изд. л. 59. Тираж 1000 экз. Заказ № 632

Издательская фирма «Физико-математическая литература» МАИК «Наука/Интерпериодика» 117997, Москва, ул. Профсоюзная, 90 E-mail: fizmat@maik.ru, fmlsale@maik.ru; http://www.fml.ru

Отпечатано с готовых диапозитивов в ППП «Типография «Наука» 121099, г. Москва, Шубинский пер., 6



© ФИЗМАТЛИТ, 2007 © Г.В. Фетисов, 2007

ISBN 978-5-9221-0805-8

#### оглавление

От редактора	7
Предисловие	9
Сокращения	10
Введение	14
Глава 1. Кое-что о рентгеноструктурном анализе, электромагнитном излучении,	
рентгеновских лучах, их свойствах и дифракции	17
1.1. Электромагнитное излучение и рентгеновские лучи	17
1.2. Свойства излучения рентгеновской трубки	20
1.3. Математическое описание бегущих волн (волновое уравнение)	27
1.4. Волновые свойства рентгеновских лучей         1.4.1. Преломление и зеркальное отражение рентгеновских лучей (33).	33
1.5. Корпускулярные свойства рентгеновских лучей	35
1.6. О дифракции света, как «родственника» рентгеновских лучей	55
1.7. Принципы рентгеновской кристаллографии	58
1.8. Интенсивность рассеяния рентгеновских лучей кристаллами — атомная структура 1.8.1. Рассеяние свободным электроном (74). 1.8.2. Рассеяние атомом и атомный фактор (78). 1.8.3. Рассеяние рентгеновских лучей кристаллом (82).	73
<ol> <li>1.9. Рентгеноструктурный анализ и фазы структурных факторов</li></ol>	87
Глава 2. Что такое синхротронное излучение?	91
2.1. Синхротронное излучение: его свойства и получение	93
2.2. Принципиальное устройство синхротрона	97
2.3. Основные параметры для характеристики источников СИ	104
2.4. Паразитическое СИ — источники 1-го поколения	109
2.5. Накопительные кольца — источники СИ 2-го поколения	111
2.6. Свойства СИ из поворотных магнитов	113

<ol> <li>2.7. Вставные магнитные устройства для генерирования СИ</li></ol>	117
<ul> <li>2.8. Источники СИ 3-го поколения</li></ul>	150 153
2.10. Действующие и строящиеся источники СИ и области их применения	193
Глава 3. Оборудование каналов СИ и экспериментальные станции	203
3.1. Каналы вывода пучков СИ	203
3.2. Средства контроля и диагностики пучков СИ	205
3.3. Устройства для управления пучками СИ	267
3.4. Транспортировка пучков СИ	324
3.5. Отбор и монохроматизация СИ для экспериментов	326
3.6. Экспериментальные станции	334
Глава 4. Рентгеноструктурный анализ на СИ	338
<ul> <li>4.1. Суть рентгеноструктурного анализа</li></ul>	340
4.2. Дифрактометрия монокристаллов на монохроматическом излучении 4.2.1. Рентгеновские дифрактометры (349). 4.2.2. Интегральная интенсивность брэгговского отражения (355).	346
4.3. Применения СИ в рентгеноструктурном анализе монокристаллов	360
<ul> <li>4.4. Дифрактометрия порошков</li> <li>4.4.1. Основная идея рентгеновской кристаллографии порошков (456).</li> <li>4.4.2. Экспериментальные методы порошкового рентгеноструктурного анализа (461).</li> <li>4.4.3. Применение СИ для расшифровки новых структур по дифрактограммам порошков (473).</li> <li>4.4.4. Энергодисперсионная дифрактометрия (479).</li> </ul>	456
Глава 5. <b>ХАFS спектроскопия для структурного анализа</b>	488 401
ольтринцины ллго спектросконии	ч <i>э</i> 1

	5.1.1. Измерение коэффициента поглощения (493).	
5.2.	Флуктуации спектра поглощения и нормализованная функция XAFS	495
5.3.	Причины возникновения XAFS и основы теории	497
5.4.	Методы измерения XAFS 5.4.1. Рентгеновское излучение для измерения XAFS (510). 5.4.2. Системы измерения интенсивности (512). 5.4.3. Образцы для исследования методами XAFS (513).	508
5.5.	Схемы измерения в XAFS спектроскопии 5.5.1. Метод прямого измерения ослабления интенсивности (съемка «напро- свет») (516). 5.5.2. Косвенные методы измерения (520).	515
5.6.	Измерение EXAFS в особых и экстремальных условиях	526
5.7.	Планирование и проведение экспериментов	527
5.8.	Первичная обработка экспериментальных данных	530
5.9.	Получение структурных данных из спектров EXAFS	534
5.10.	Предварительный анализ экспериментальных данных	535
5.11.	Определение структурных параметров 5.11.1. Метод наименьших квадратов (541). 5.11.2. Использование эталонов при структурном анализе (544). 5.11.3. Структурный анализ с теоретическим расчетом амплитуд и фаз рассеяния (546).	541
5.12.	Околопороговая тонкая структура спектра поглощения	549
5.13.	Тонкая структура аномальной дифракции рентгеновских лучей (DAFS)	557
5.14.	Применения спектроскопии XAFS. 5.14.1. Исследование аморфных веществ и жидкостей (562). 5.14.2. Исследование структуры расплавов (567). 5.14.3. Исследование оксидных систем и катализа- торов (568). 5.14.4. Проблемы охраны окружающей среды (569). 5.14.5. XAFS спектроскопия с разрешением по времени (570). 5.14.6. Примеры исследований методом XAFS в экстремальных условиях (573).	562
5.15.	Примеры применения метода DAFS	573
5.16.	Компьютерные программы для анализа XAFS	575
5.17.	Центры развития и применения метода спектроскопии XAFS	578
Глав	ва 6. Некоторые полезные формулы, таблицы и графики	580
6.1.	Введение	580
6.2.	Единицы измерения физических величин	581
6.3.	График преобразования $\lambda$ [Å]- $\varepsilon$ [кэВ] для фотонов	583
6.4.	Основные физические константы	583
6.5.	Прохождение быстрых электронов через вещество	585
6.6.	Прохождение рентгеновских фотонов через вещество	590

поглощения для некоторых химических элементов (596). 6.6.5. Показатель преломления (611). 6.6.6. Длина поглощения рентгеновских лучей и ее связь с показателем преломления и атомным фактором рассеяния (612).	
6.7. Энергетические характеристики пучков и импульсов рентгеновского излучения	613
<ul> <li>6.8. Формулы связи между рассеянием преломлением и отражением рентгеновских лучей.</li> <li>6.9. Формулы для зеркал полного внешнего отражения</li></ul>	614 615 616 617 618
Список литературы	636 664

#### От редактора

Экспериментальные методы и теоретические модели исследования двух из трех аспектов химической науки — термодинамики и кинетики — уже вошли в обиход химиков-синтетиков, значительно усилив их исследовательские возможности. К сожалению, дифракционные методы структурной химии стали широко применяться в практике химико-синтетических исследований лишь с 90-х годов XX века. Такое отставание объясняется существенными отличиями дифракционных (физических) методов исследования от химических, как по сути вовлекаемой теории, так и по своеобразию эксперимента, что требует от химика специальных дополнительных знаний.

Нужда в рентгеноструктурном анализе для химиков-синтетиков особенно возросла в последнее время с приходом нанотехнологий и биотехнологий, которые реально позволяют конструировать и создавать материалы с заданными уникальными физическими и химическими свойствами. Однако химикам, интенсивно занятым гонкой за новыми материалами и технологиями в своей области, трудно уследить за не менее стремительным развитием рентгеновских методов исследования. А здесь за последние два десятилетия произошли огромные изменения, как в разработке новых источников излучения и измерительных систем, так и в развитии самих методов исследования.

Например, с приходом синхротронного излучения и координатных рентгеновских детекторов, стало реальностью решение структуры новых веществ по рентгенограммам порошков, расшифровка структуры макромолекулярных веществ, исследование структуры по образцам микронных размеров и определение структур короткоживущих состояний. Наконец, развитие методов спектроскопии поглощения (XAFS)<sup>1</sup>) поставило их в один ряд с традиционными дифракционными методами структурного анализа и расширило поле доступных для структурного анализа объектов на аморфные, жидкие и газообразные материалы. И все это продолжает развиваться и совершенствоваться, постоянно предоставляя все новые возможности для исследования веществ и материалов. В результате возникли «ножницы» между реальными возможностями методов рентгеновского анализа структур и содержанием учебной литературы, в которой современные физические методы исследования излагались бы в достаточно доступной для химика-синтетика форме.

Представляемая читателю книга Г.В. Фетисова на ближайшие годы устраняет сложившийся разрыв. Она ориентирована на студентов химических специальностей 4–5 курсов. Химик-синтетик может, а ныне, лучше сказать, должен быть осведомлен о современных возможностях структурного анализа и должен быть готов к их использованию. Эта книга рассматривает не только существующие методы, но и те, которые еще разрабатываются и появятся в ближайшей перспективе. Тем самым неизбежное старение учебного пособия несколько отодвигается во времени.

Книга ограничивается методами, исследующими атомное и молекулярное строение веществ, т. е. работающими с очень высоким пространственным разрешением. При этом не затрагиваются более «грубые» по разрешению методы. Тем не менее, такой выбор позволил дать химикам-синтетикам достаточно полное первое представление о возможностях рентгеновских методов исследования структуры создаваемых ими веществ, не нарушая при этом целостный характер учебного пособия.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) XAFS — *X*-ray Absorption Fine Structure — тонкая структура спектров поглощения ренгеновских лучей.

Специфика исследований с использованием синхротронного излучения — их сосредоточение в крупных центрах коллективного пользования. Для доступа к этим методам необходимо ориентироваться в этом сложном мире услуг. Книга Г.В. Фетисова предоставляет и эту информацию. У читателя может возникнуть обманчивое впечатление недоступности для него экспериментальных установок меганауки. На самом деле, для доступа к ним достаточно найти тех специалистов, работающих на нужной ему экспериментальной станции, которые интересуются теми же проблемами или похожими объектами, и кооперироваться с ними. Интернет и электронная почта делают эту работу совсем не обременительной.

Книга Г.В. Фетисова — несомненно удачная во всех отношениях, и пусть она послужит дальнейшему расширению круга пользующихся современными дифракционными методами.

Профессор *Л. А. Асланов* Химический факультет МГУ им. М. В. Ломоносова

8

#### Предисловие

При написании этой книги предпринимались усилия для упрощения изложения, чтобы все было понятно широкому кругу читателей, среди которых могут быть и те, кто не сталкиваются с физикой и математикой ежедневно.

При чтении книги часто приходится иметь дело со свойствами рентгеновских лучей и физико-математическим описанием их взаимодействия с веществом. Эти процессы неизбежно и постоянно вовлекают понятия из физики электромагнитного излучения, причем в разной форме и с разной степенью сложности, часто выходящей за пределы физики, изучаемой в средней школе. Чтобы не заставлять читателя постоянно отвлекаться на обращение к специальной или справочной литературе за поиском объяснений тех или иных терминов и понятий, встречающихся в тексте, часть этих понятий и определений разъясняется прямо по тексту. Однако, при подготовке рукописи оказалось, что такие пояснения по свойствам волн и рентгеновского излучения приходится приводить так часто и в таких количествах, что они могут отвлекать от чтения об основном предмете — синхротронном излучении и его применениях. Чтобы не разбрасывать эти сведения по разным главам и не утруждать читателя постоянными поисками по многим параграфам и сноскам в этих параграфах, было решено собрать всю информацию о свойствах рентгеновских лучей и описании волн в одной вводной главе. Приводимая в этой главе информации относится к предметам, вынесенным в заголовок главы, и ни в коем случае не является полным изложением этих предметов. Даны лишь минимальные сведения, без которых могут возникать затруднения с пониманием материала в основных разделах.

Читатели, которые помнят университетские курсы волновой оптики и электродинамики, или уже хорошо знакомы с техникой рентгеновских исследований, могут смело пропустить первую главу, поскольку в ней не содержится ничего нового по сравнению с этими курсами. Те, кто сталкивается с рентгеновскими методами исследования структуры веществ впервые, могут найти здесь некоторые начальные сведения, достаточные для восприятия всех последующих тем.

Если кому-либо будет интересно изучить более полно и систематически вопросы, кратко рассматриваемы в этой вводной главе, то они могут сделать это самостоятельно, обратившись к любым университетским курсам электродинамики, физики твердого тела или теории и практики дифракции рентгеновских лучей. Для начала можно рекомендовать, например: Иверонова и Ревкевич (1978), Асланов (1983), Асланов и Треушников (1985), Русаков (1987) или Физическая энциклопедия (т. 4, 1994).

Автор выражает глубокую признательность тем из научного сообщества, кто любезно откликнулся на просьбу прислать для рассмотрения некоторые статьи: профессору Джону Рэру (Prof. John J. Rehr, Department of Physics, University of Washington, USA), А. Н. Попову (Dr. Alexander N. Popov, EMBL Hamburg Outstation, European Molecular Biology Laboratory, Hamburg, Germany) и А. А. Левченко (Dr. Andrey Levchenko, The Thermochemistry Facility at the University of California at Davis, USA).

#### Сокращения

Сокращения, сделанные автором, обозначены звездочкой (\*), сокращения без обозначения являются общепринятыми.

- APS Advanced Photon Source накопительное кольцо, один из трех крупнейших в мире источников СИ 3-го поколения, США).
- CCD Coupled Charge Device (см. ПЗС).
- CEBAF Continuous Electron Beam Accelerator Facility (непрерывный линейный ускоритель электронов на энергию 12 ГэВ) в лаборатории Томаса Джефферсона, (США, Вирджиния, Ньюпорт Ньюс).
- CESR Cornel Electron Storage Ring Корнельское электронное накопительное кольцо источник СИ 2-го поколения на энергию 5 Гэв в Корнельской лаборатории CHESS, Корнельский университет, США).
- CHESS The Cornell High Energy Synchrotron Source (Лаборатория СИ в Корнельском университете, США). Лаборатория CHESS создана для организации и проведения рентгеновских исследований на излучении накопительного кольца CESR в конце 1970-х годов, а в настоящее время контролирует все имеющиеся там пучки СИ и экспериментальные станции http://www.chess.cornell.edu/aboutus/xrysrc.htm.
- СМОS complementary metal-oxide-semiconductor (см. КМОП).
- СРА Chirped Pulse Amplification метод усиления мощности лазерных импульсов с помощью специальных оптических резонаторов с дифракционными решетками (принцип см., например, в статье Mourou and Umstadter, 2002).
- CVD Chemical Vapor Deposition химическое осаждение (пленок) из газовой фазы.
- DAFS Diffraction Anomalous Fine Structure тонкая структура аномальной дифракции.
- DESY Deutsches Elektronen-Synchrotron Германский Электронный Синхротрон (исследовательский центр, Гамбург, Германия).
- DOS Плотность электронных состояний.
- ERL Energy Recovery LINAC (см. ЛУР).
- ESRF the European Synchrotron Radiation Facility Европейский источник синхротронного излучения (Гренобль, Франция).
- EXAFS Extended X-ray Absorption Fine Structure Протяженная (дальняя) тонкая структура рентгеновского спектра поглощения. (Часть спектра, расположенная выше скачка поглощения и простирающаяся в интервале приблизительно от 30 эВ и до (1500–2000) эВ относительно края поглощения).
- FEL Free-Electron Laser лазер на свободных электронах (см. ЛСЭ).
- FWHM Full Width at Half of Maximum (ширина спектральной линии на половине высоты ее максимума) — мера спектрального разрешения и мера дисперсии в математической статистике.
- HASYLAB Hamburger Synchrotronstrahlungslaboratory Гамбургская Лаборатория Синхротронного Излучения. (Крупный исследовательский центр, располагающий рядом больших циклических и линейных ускорителей, Гамбург, Германия). См., например, DESY.
- ID insertion device вставное магнитное устройство для генерирования ондуляторного излучения на синхротронах или ускорителях электронов и позитронов — см. ВМУ.

IP — imaging plate — пластина с оптической памятью изображения.

INS-SOR — Institute for Nuclear Studies — Synchrotron Orbital Radiation (Япония).

- LCLS LINAC coherent light source Источник когерентного света на основе линейного ускорителя [название одного из крупнейших ускорителей заряженных частиц (электронов и позитронов), Стэнфорд, США], см. также SLAC, SSRL.
- LINAC Linear Accellerator линейный ускоритель (см. ЛИНАК).
- MARS Multy-pass Accelerator Recuperator Source Установка для генерирования
- когерентного УФ излучения на основе линейного ускорителя с рекуперацией энергии в ИЯФ, Новосибирск.
- NEXAFS Near-Edge X-ray Absorption Fine Structure Околопороговая тонкая структура рентгеновского спектра поглощения. [Часть спектра, ограниченная энергетическим интервалом ±(30–50) эВ относительно края поглощения]. То же самое, что и XANES, но для случая малого атомного номера поглотителя (например, атомов С, N, О...). Долгое время для обозначения указанной области равноправно использовались два названия NEXAFS и XANES.
- NIST National Institute of Standards and Technology Национальный институт стандартов и технологии (США).
- NSLS National Synchrotron Light Source Национальный источник синхротронного света (Брукхевенская Национальная Лаборатория, США).
- РАD Pixel Array Detector Детектор на диодной матрице.
- PDG Particle Data Group международная группа по физике частиц.
- PETRA Positron-Electron Tandem Ring Accelerator Электрон-позитронный двухкольцевой ускоритель (DESY, Гамбург, Германия).
- SASE Self-Amplified Spontaneous Emission самоусиливающееся спонтанное ондуляторное излучение (см. FEL).
- SLAC Stanford Linear Accelerator Center Стэнфордский Центр Линейных Ускорителей. (Крупный национальный исследовательский центр при Стэнфордском Университете. Стэнфорд, США).
- SPEAR Super Photon Electron Accelerator Ring Название синхротронного накопительного кольца.
- SRS Synchrotron Radiation Source Источник Синхротронного Излучения (Daresbury, Великобритания).
- SSRL Stanford Synchrotron Radiation Laboratory Стэнфордская Лаборатория Синхротронного Излучения. (Отдел национального ислледовательского центра SLAC при Стэнфордском Университете. Стэнфорд, США. Располагает двумя источниками СИ). См. также SPEAR, LCLS.
- TESLA TeV-Energy Superconducting Linear Accelerator Тера-электронволтный сверхпроводящий линейный ускоритель (DESY, Гамбург, Германия).
- TTF Tesla test facility Опытная установка ТЕСЛА (название опытной установки для отработки принципа ЛСЭ в режиме SASE в Германии).
- XAFS X-ray Absorption Fine Structure тонкая структура спектров поглощения рентгеновских лучей.
- ПВО XAFS измерение тонкой структуры спектров поглощения методом флуоресценции при полном внешнем отражении (XAFS при полном внешнем отражении или поверхностная XAFS).
- XANES X-ray Absorption Near Edge Structure Околопороговая (ближняя) тонкая структура спектра поглощения (энергия фотоэлектронов от края поглощения и до ~ 30-50 эВ выше энергии края поглощения). В последнее время под названием XANES стали подразумевать, как область околопороговой тонкой структуры за скачком поглощения, так и область спектра поглощения

шириной порядка 25 эВ до края поглощения, включая сам скачок поглощения (см. рис. 5.21).

- XFEL X-ray free-electron laser рентгеновский лазер на свободных электронах.
- XMCD рентгеновской спектроскопии магнитного циркулярного дихроизма.
- XMLD спектроскопия рентгеновского магнитного линейного дихроизма.
- ВМУ\* вставное магнитное устройство (для генерирования ондуляторного излучения на синхротронах или ускорителях электронов и позитронов) — см. ID.
- ВТСП высокотемпературный сверхпроводник.
- ВЧ высокочастотный/высокая частота.
- $\Gamma c \Gamma aycc,$  единица индукции магнитного поля (1  $\Gamma c = 10^{-4}$  Тл).
- ГэВ гигаэлектрон-вольт, единица энергии (1 ГэВ = 10<sup>9</sup> эВ).
- ИК-излучение инфракрасное излучение.
- ИКЧ излучение каналирующих частиц (для релятивистских заряженных частиц в каналах монокристалла, а также в нанотрубках).
- КИСИ Курчатовский Источник Синхротронного Излучения (источник СИ 2-го поколения в Курчатовском институте. См. КЦСИиНТ).
- КМОП комплементарная МОП-структура комплементарная структура металокисел-полупроводник — базовый кристалл интегральной схемы (см. CMOS).
- КО\* кристаллический ондулятор (ондулятор из монокристалла с периодически изогнутыми кристаллографическими плоскостями, служащими каналами для каналирования заряженных частиц).
- КПД коэффициент полезного действия.
- КТИ\* когерентное тормозное излучение (для релятивистских заряженных частиц в потенциалах атомов в монокристаллах).
- КЦСИиНТ Курчатовский центр синхротронного излучения и нанотехнологий (Москва), управляющая организация для КИСИ.
- $\kappa \to B$  килоэлектрон-вольт, единица энергии (1  $\kappa \to B = 10^3 \to B$ ).
- ЛИНАК линейный ускоритель (см. LINAC).
- ЛПЧД\* линейный позиционно чувствительный детектор.
- ЛСЭ лазер на свободных электронах.
- ЛУР\* Линейный ускоритель-рекуператор. Линейный ускоритель электронов с возвратом неизрасходованной электрической мощности пучка ускорителю при повторной проводке высокоэнергетических электронов через ЛИНАК (источник СИ 4-го поколения, см. ERL).
- ЛЭРИ\* лазерно-электронный источник рентгеновского излучения (источник излучения на принципе ОКР фотонов лазерного излучения на сгустках релятивистских электронов).
- МДП Металл-диэлектрик-полупроводник структура для микроэлектроники.
- МНК Метод наименьших квадратов.
- МОП базовый кристалл интегральной схемы со структурой метал-окисел-полупроводник.
- МПК многопроволочная камера.
- МППК многопроволочная пропорцаональная камера.
- МТПС многослойная тонкопленочная (синтеническая) структура.
- MэB мегаэлектрон-вольт, единица энергии (1 MэB =  $10^6$  эB).
- нм нанометр (1 нм =  $10^{-9}$  м = 10 Å).
- нс наносекунда (1 нс =  $10^{-9}$  с).
- ОИЯИ Объединенный институт ядерных исследований (Дубна, Россия).
- ОКР\* обратное комптоновское рассеяние (см. ОКЭ). ОКЭ\* обратный комптон-эффект (см. ОКР).
- ПВО полное внешнее отражение (рентгеновских лучей).

ПЗС – прибор с зарядовой связью – ССD (coupled charge device) – англ.

пиксель — pixel — picture cell element — элемент ячейки изображения (в цифровом представлении изображений).

- ППД\* полупроводниковый детектор.
- пс пикосекунда (10<sup>-12</sup> с).

ПЧД\* — позиционно чувствительный детектор (детектор регистрирующий факт попадания фотона и пространственные координаты события регистрации).

- РЛСЭ\* рентгеновский лазер на свободных электронах.
- РСА рентгеноструктурный анализ.
- СВЧ сверхвысокие частоты.
- СНЧ сверхнизкие частоты.
- СИ синхротронное излучение.
- ТИ\* тормозное излучение (для релятивистских заряженных частиц в потенциалах атомов).
- Тл Тесла, единица магнитной индукции (1 Тл = 10<sup>4</sup> Гс).
- ТэВ тераэлектрон-вольт (1 ТэВ =  $10^{12}$  эВ).
- УКВ ультракороткие волны.
- УФ-излучение ультрафиолетовое излучение.
- ФПЗС фоточувствительный прибор с зарядовой связью.
- фс фемтосекунда (10<sup>-15</sup> с).
- ФЭУ фотоэлектронный умножитель.
- ЭДД\* энергодисперсионная дифрактометрия.
- ЭДС электродвижущая сила.
- ЭОП электронно-оптический преобразователь.

#### Введение

Данная книга дает обзор новейшего поколения источников рентгеновских лучей — источников синхротронного излучения (СИ), а также их применения для исследования атомной структуры веществ. Синхротронное излучение, которое, в узком значении этого термина, является магнитотормозным электромагнитным излучением релятивистских частиц (электронов или позитронов) в циклических ускорителях, обладает чрезвычайно высокой спектральной яркостью в широком диапазоне длин волн, импульсным характером, сильнейшей поляризацией, а в ряде случаев высокой пространственной когерентностью. Источники СИ для прикладного использования, появившиеся сравнительно недавно, стали очень существенным дополнением к генераторам рентгеновских лучей с рентгеновскими трубками, которые славно служат человечеству уже более сотни лет.

Приход чрезвычайно яркого СИ в дополнение к излучению рентгеновских трубок очень сильно расширяет область применения рентгеновских лучей и сказывается на всех методах исследования материи. Сравнивать это излучение с рентгеновскими лучами из рентгеновских трубок все равно, что сравнивать излучение оптических лазеров со светом электрической лампочки накаливания. Хотя СИ стало доступно для широкого прикладного использования лишь в 1980-х годах, уже этот сравнительно короткий опыт работы с ним полностью подтверждает приведенное выше его сравнение по степени влияния на все области человеческой деятельности с приходом оптических лазеров. Возможно, что это сравнение окажется даже слабым, поскольку еще малая часть потенциала источников СИ освоена, постоянно появляются все новые технологии генерирования этого излучения, повышающие его потребительские свойства и доступность, и пока лишь сравнительно небольшая область его возможных применений реализована.

Не очень долгая история прикладного использования СИ в разных областях исследований не только привила потребителям вкус к замене обычных рентгеновских лучей более ярким синхротронным излучением, но выявила ряд направлений, в которых результаты могут быть получены только с помощью этого излучения. Такими областями стали исследования физических и химических процессов в реальном времени и изучение структуры объектов суб-микронных размеров, а также практическое применение синхротронного излучения в технологии материалов и в приборостроении.

Благодаря синхротронному излучению фантастически возросла чувствительность и разрешающая способность большинства аналитических методов, использующих в качестве зонда рентгеновские лучи, ультрафиолетовое или инфракрасное излучение. Практически рутинными стали исследования структуры и состава тончайших поверхностных слоев, межфазных и межслойных границ раздела в кристаллических материалах. Удалось поставить на поток расшифровку структур белков и биологических молекул, решение которых либо вообще было невыполнимо, либо являлось подвигом при работе с рентгеновскими трубками. С помощью рентгеновских лучей из источников СИ стали возможны исследования магнитных структур и магнитных превращений, сечение взаимодействия которых с рентгеновскими лучами чрезвычайно мало. Все это сделало СИ очень важным подспорьем, а зачастую необходимым инструментом для развития многих высокотехнологических областей человеческой деятельности, таких как материаловедение, химия, электроника, биология и т. п.

К сожалению, последние 20 лет развития этого мощнейшего средства исследования и контроля материалов, которое все больше становится еще и прикладным инструментом в микроприборостроении и технологии наноматериалов, прошло мимо большинства российских исследователей. Цель данной книги восполнить этот пробел для русскоязычных пользователей структурного анализа. Однако описание всех прикладных применений синхротронного излучения не может уместиться ни в какой книге разумной толщины. Например, довольно беглый обзор применения СИ для исследований только в химии занимает более 1300 страниц в коллективной монографии под редакцией К.Шама (Sham, 2002). Наш менее объемистый обзор охватывает сами источники излучения и рентгеновскую технику для работы с ними, но ограничен рассмотрением лишь одной частной проблемы его практического применения, связанной с исследованием атомного строения веществ в твердой фазе, а главным образом веществ в кристаллическом состоянии.

Данный обзор больше нацелен на читателей, которые только намереваются приспособить синхротронное излучение для своих исследований, а не на тех, кто уже с этим излучением работает. К сожалению, первых в России большинство, а литература, описывающая современное состояние этого инструмента исследования на русском языке, практически отсутствует. Такая ситуация приводит к необходимости расширения объема описаний техники, поскольку приходится рассматривать не только принципы методов и современные методики работы с ними, но делать это более подробно, указывая перспективу развития существующего инструментария и методик.

Книга состоит из 6 глав, две из которых (глава 1 и глава 6) являются вспомогательными. Первая из этих глав содержит общую информацию об электромагнитном излучении, его математическом описании и некоторых свойствах, а также минимальные сведения об основах рентгеноструктурного анализа, без которых читателю, не имеющему специальной подготовки, было бы трудно понять содержание основных глав книги. Последняя глава содержит некоторую сводку определений, современных фактических данных, формул и таблиц, которые, по мнению автора, могут быть полезны въедливым читателям. Там же содержится краткое описание наиболее интересных из существующих и строящихся источников СИ.

Первые две из основных глав полностью посвящены технике генерирования СИ и приборам для работы с ним. Глава 2 рассматривает свойства СИ и источники для его генерирования, причем, как уже существующие, так и те, которые могут появиться и появятся в ближайшее время. Здесь довольно подробно, но в виде доступном широкому кругу читателей, интересующихся методами глубокого исследования атомного строения вещества, рассмотрены свойства СИ, его природа и различные генераторы, включая синхротроны различных поколений, компактные источники СИ, комптоновские источники рентгеновских лучей, а также рентгеновские лазеры на свободных электронах.

В главе 3 даются сведения о современной технике оборудования пучков СИ для проведения собственных исследований. Здесь рассмотрены свойства, как традиционных, так и новейший рентгеновских детекторов, в том числе таких необычных для «рентгенщиков», с помощью которых можно измерять интенсивность и положение пучков СИ с огромным потоком фотонов. Описание средств формирования и контроля пучков СИ включает, как простейшие элементы рентгеновской оптики, например, заслонки, коллимирующие щели и поглощающие фильтры, так и гораздо более сложные: монокристальные монхроматоры и полихроматоры разного типа, рентгеновские зеркала полного внешнего отражения, а также появившиеся в последнее время уникальные элементы фокусирующей рентгеновской оптики — фокусирующие и преломляющие рентгеновские линзы и многослойные тонкопленочные синтетические зеркала высокоуглового отражения. Следующие две основные главы (главы 4 и 5) посвящены рассмотрению методов структурного анализа с использованием уникальных возможностей СИ, соответственно: методам рентгеноструктурного анализа (PCA), и сравнительно молодому методу экспериментального определения структуры веществ — исследованию тонкой структуры спектров поглощения рентгеновских лучей (XAFS). Все эти методы в последнюю четверть века испытали очень серьезную модификацию, благодаря появлению источников СИ с уникальной яркостью и свойствами, которое сильно расширило их аналитические возможности.

Приведенный в главах 4 и 5 обзор методов включает описание их главных принципов с разной степенью подробности. Более подробно излагаются те методы и возможности, которые реализуются только благодаря уникальным свойствам СИ. Методы, которые одинаково успешно работают на излучении рентгеновских трубок (монокристальная и порошковая дифрактометрия на монохроматическом излучении), рассмотрены тоже, но в более общих чертах. Много внимания уделено рассмотрению дифракционных методов рентгеноструктурного анализа на полихроматическом излучении (метод Лауэ и энергодисперсионная дифрактометрия), методов с использованием эффекта аномального рассеяния, дифрактометрии на микропучках и с разрешением по времени, а также методов структурного анализа с помощью XAFS, которые могут эффективно работать только на СИ. Изложены не только принципы использования экспериментальных результатов для PCA и алгоритмы для реализации этих принципов, но и инструментальные схемы экспериментов и методики их проведения на пучках СИ.

Все изложение сопровождается отсылками к литературным источникам, где можно познакомиться с рассматриваемой темой подробнее. В основном это статьи обзорного характера или монографии общим числом более 500 подробных ссылок.

Несмотря на то, что книга исходно нацелена на специалистов в структурной химии, она может быть полезна широкому кругу исследователей, работающих в области физического и химического материаловедения, молекулярной биологии, геологии и геохимии, а также студентам и аспирантам, осваивающим экспериментальные методы современного рентгеноструктурного анализа.

#### Глава З

### ОБОРУДОВАНИЕ КАНАЛОВ СИ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ СТАНЦИИ

Проведение исследований на синхротронном излучении сильно отличается от работы с лабораторными источниками рентгеновских лучей, во-первых, из-за огромной мощности излучения, которое способно расплавить самый тугоплавкий материал, не говоря об излучении рентгеновского лазера, который может превратить любое вещество в плазму. Второе отличие заключается в большой удаленности экспериментальной установки от источника излучения и необходимости персоналу работать с пучком излучения и экспериментальной установкой дистанционно из-за большой радиационной опасности. Наконец, в случае СИ исследователь практически всегда вынужден работать с перенастраиваемыми монохроматорами и рентгеновской оптикой, чего как правило не требуется при работе с характеристическим излучением рентгеновских трубок. Все это проявляется в особенностях оборудования канала вывода излучения из синхротрона, транспорта его к измерительным установкам и устройства самих измерительных установок, которые обычно называют экспериментальноми станциями.

Задача оборудования канала синхротронного излучения заключается в отборе рентгеновских лучей из спектра, поставляемого источником СИ, модифицирования отобранных рентгеновских лучей с помощью специальной рентгеновской оптики согласно требованиям конкретного эксперимента и подачи их в экспериментальную станцию, где результат их взаимодействия с образцом должен быть зарегистрирован и проанализирован. Вся эта работа проводится за радиационной защитой, которая предохраняет экспериментатора от вредного воздействия рентгеновского излучения (см. схему на рис. 3.1). Поскольку каждый конкретный эксперимент предъявляет свои требования к свойствам излучения, таким как, например, энергия (длина волны), энергетический интервал ( $\Delta E$ ), сходимость/расходимость лучей, поляризация, размер фокусного пятна и интенсивность, а технические свойства точек отбора СИ различны даже на одном накопительном кольце, то невозможно создать универсальное оборудование, пригодное для всех пучков, поэтому каждый пучок оборудуется индивидуально, хотя при этом могут использоваться одинаковые, более или менее стандартные, оптические элементы.

#### 3.1. Каналы вывода пучков СИ

Рентгеновское излучение из точек генерации СИ в накопительном кольце подводится к экспериментальным установкам, в которых исследуются образцы по специально оборудованным вакуумным каналам. Кольцо синхротрона обычно располагается внутри тоннеля, бетонные стены которого служат для персонала, работающего на синхротроне, биологической защитой от жесткого и очень интенсивного рентгеновского излучения. Все экспериментальные установки располагаются вне тоннеля, а пучки синхротронного излучения из поворотных магнитов или вставных устройств накопительного кольца выводятся через стену биологической защиты, как схематически изображено на рис. 3.1.



Рис. 3.1. Схематическое изображение оборудования канала синхротронного излучения с пультом управления и экспериментальной установкой

Поскольку пучки СИ отбираются под малыми углами к траектории кольца (обычно не более 10 градусов, а чаще 5-7 градусов), то при толщине стены даже порядка 0,5 м для выхода за стену тоннеля канал должен иметь длину минимум 5 м. На самом деле, с учетом зазора между кольцом и стеной тоннеля, вакуумный канал, выводящий пучок СИ за пределы тоннеля в экспериментальную зону, имеет длину не менее 10 м. После вывода пучка «белого» синхротронного излучения в экспериментальную зону необходимо привести его свойства (сечение пучка, сходимость или расходимость его лучей, спектр, яркость и поляризацию) в соответствие с требованиями конкретного эксперимента и затем подать подготовленный пучок на исследуемый образец в экспериментальной установке. Принимая во внимание длину рентгенооптического блока, необходимого для спектральной и геометрической подготовки пучка, суммарное расстояние от точки испускания СИ в кольце до исследуемого образца может составлять 20 и более метров. Транспортировка пучка синхротронного излучения на такие большие расстояния с минимальными потерями интенсивности от источника к образцу существенно более сложна по сравнению с лабораторными рентгенодифракционными и рентгеноспектральными установками. Пучок синхротронного излучения, как правило, ведется по вакуумному каналу на всем пути от выхода в экспериментальную зону вплоть до экспериментальной установки.

Канал для вывода рентгеновских лучей из кольца в экспериментальную зону (к порту пучка, от которого начинается пользовательская часть канала) представляет собой прямолинейную трубу из нержавеющей стали закрытую с торцов вакуумно плотными бериллиевыми окнами, пропускающими рентгеновское излучение. Обычно пользовательская часть канала СИ оборудуется заслонками, позволяющими перекрывать пучок, коллимирующими щелями, ограничивающими его размеры, а также фокусирующей оптикой, концентрирующей пучок излучения на образец, и монохроматорами, отбирающими из непрерывного спектра СИ длину волны, необходимую для эксперимента. Все это — элементы рентгеновской оптики. Особенность условий работы элементов рентгеновской оптики на пучках синхротронного излучения состоит в том, что они должны без заметных термических деформаций выдерживать сильные тепловые нагрузки, которые могут в 15 и более раз превосходить тепловую плотность на поверхности Солнца, поэтому их часто снабжают устройствами внутреннего охлаждения или системами теплоотвода.

Еще одной особенностью работы на синхротронном излучении является то, что для снижения влияния внешнего фона на результаты измерений экспериментальная установка (например, рентгеновский дифрактометр или спектрометр) размещается в специальном защитном домике. Высокая интенсивность пучка СИ является главным достоинством для экспериментатора, в то же время из-за этого требуется очень серьезная радиационная защита. В процессе проведения эксперимента персонал, проводящий эксперимент, обязан находиться вне домика, где расположена экспериментальная установка с исследуемым образцом, в специальной комнате с пультом дистанционного управления экспериментом, чтобы избежать случайного облучения. Поэтому работа на синхротронном источнике требует полной автоматизация эксперимента с дистанционным управлением всеми частями установки. Таким образом, как показано на схеме рис. 3.1, канал синхротронного излучения состоит из канала вывода пучка из синхротрона в экспериментальную зону, рентгенооптического блока, где происходит подготовка пучка для эксперимента, домика с экспериментальной установкой и помещения для операторов, дистанционно управляющих эксперимен-TOM.

Входные монохроматоры и фокусирующие зеркала при работе на синхротронном излучении должны обязательно находиться в вакууме, чтобы не было загрязнения поверхности веществами, входящими в состав атмосферы, которые могут ускоряться и вбиваться в поверхность мощным потоком высокоэнергетических фотонов. Вакуум также *предотвращает нагрев* частей оптической системы *за счет конвекции* атмосферы, а также загрязнение синхротронного излучения флуоресцентным излучением от атомов атмосферного воздуха. Кроме того, первые элементы рентгенооптической системы снабжаются принудительным охлаждением, чтобы предотвратить их перегрев или даже расплавление прямым пучком белого СИ и не допустить геометрические аберрации, связанные с локальным термическим расширением. Охлаждение элементов рентгенооптической системы и вакуумирование камер, в которых они располагаются, особенно важно, когда на элемент действует весь спектр синхротронного излучения, несущий очень большую энергию, которая при поглощении превращается в тепло.

#### 3.2. Средства контроля и диагностики пучков СИ

Чтобы работать с пучками синхротронного излучения, прежде всего надо их «видеть» и иметь полное представление об их яркости, спектре, направлении распространения, форме и положении, то есть ставить диагноз состоянию пучка. Для этого в ряде точек канала СИ устанавливают средства диагностики пучка (рис. 3.2).

В случае видимого света большую часть этих сведений можно было бы получить прямо с помощью зрения. Но так как рентгеновские лучи не видимы для человеческого глаза, то информацию о них приходится получать косвенно, используя специальные средства и приборы, чувствительные к рентгеновскому излучению. Эти средства условно можно разделить на две группы: средства обнаружения пучков и средства определения их интенсивности и спектрального состава. Как правило, между этими группами существует пересечение, то есть средства обнаружения рентгеновских лучей до некоторой степени могут говорить о яркости излучения, а



Точки контроля характеристик пучка

Рис. 3.2. Типичные компоненты оборудования канала СИ и важнейшие точки контроля параметров пучка в пределах пользовательской части канала и экспериментальной станции

средства измерения интенсивности практически всегда могут обнаруживать положение пучков, хотя не всегда с их помощью это просто сделать.

Из всех средств диагностики рентгеновских пучков прежде всего стоит рассмотреть рентгеновские детекторы. Почему? Во-первых, детектор, как правило, является одной из самых сложных и ответственных частей любой рентгеновской установки. Во-вторых, детектор является главной частью эксперимента по исследованию материалов с помощью рентгеновских лучей, правда, после исследуемого образца, поскольку без образца эксперимент вообще не имеет смысла, тогда как без детектора он просто невозможен. Кому-нибудь может показаться, что это не правда, так как, например, в рентгенографии часто применяют фотопленку или флуоресцентные экраны. Но и фотопленка, и флуоресцентные экраны тоже являются представителями семейства рентгеновских детекторов. Поэтому в данном разделе постараемся в общих чертах рассмотреть многообразие детекторов рентгеновского излучения, которые применяются в рентгеновских экспериментах на синхротронном излучении, чтобы дальше можно было понимать принцип измерений, которые являются целью всего данного обзора.

Здесь не ставится задача рассмотреть все многообразие рентгеновских детекторов и детали их устройства. Интерес представляет лишь обзор современных систем детектирования, которые наиболее подходят для измерения рентгеновских дифрактограмм или для рентгеновской спектроскопии с использованием СИ, а также сравнение их характеристик, которые важны для пользователя. Основное внимание будет уделено координатным детекторам, также называемых позиционно чувствительными детекторами или ПЧД, которые позволяют наиболее полно реализовать достоинства синхротронного излучения. Такое рассмотрение может оказаться полезным, как для общего представления о современных дифрактометрических и спектральных установках, используемых на источниках СИ, так и для понимания того, на каких из имеющихся установок можно получить оптимальный результат рентгеновских дифракционных или спектральных измерений. **3.2.1. Детекторы рентгеновского излучения.** Рентгеновский детектор — это устройство для регистрации и определения интенсивности рентгеновских лучей. Существует множество типов рентгеновских детекторов, различающихся между собой принципом действия и техническими характеристиками. Однако, выбор детектора для работы на синхротронном излучении, по сравнению с измерениями на излучении рентгеновских трубок, представляет собой более сложную задачу из-за чрезвычайно высокой его яркости и интенсивности. Правда, есть и один момент, упрощающий решение этой задачи, поскольку в случае синхротрона, благодаря исключительно высокой интенсивности излучения и большим расстояниям между рентгенооптичечскими элементами, значительно меньше ограничений, связанных с размерами детекторов.

Принцип детектирования и определения интенсивности потока невидимых для человеческого глаза рентгеновских лучей основан на поглощении рентгеновского фотона в чувствительном материале детектора и преобразовании поглощенной энергии в сигнал или изображение, которое можно интерпретировать как величину связанную с числом поглощенных фотонов, а иногда и с их энергией и координатами точки поглощения.

Методы регистрации рентгеновских лучей делятся на фотографические, где поглощенные фотоматериалом рентгеновские кванты создают почернение фотоэмульсии, плотность которого может быть в дальнейшем сопоставлена с интенсивностью рентгеновских лучей, и электронные, когда поглощенные рентгеновские фотоны создают в активной среде детектора электрические заряды, которые могут измеряться и пересчитываться в интенсивности потока фотонов. Каждый из этих способов регистрации рентгеновских лучей находит свое применение в рентгеновской технике, хотя применение фотографических методов постоянно снижается и в последнее время они используются лишь в очень специфических случаях <sup>1</sup>). Более прогрессивны электронные методы, которые позволяют автоматизировать процесс измерений, чтобы проводить их дистанционно и повысить их производительность и точность. Наибольший интерес среди электронных детекторов для нас представляют пропорциональные счетчики, действующие в режиме счета отдельных квантов, и ионизационные камеры, позволяющие измерять мощные интегральные потоки фотонов порядка 10<sup>13</sup> фотон/с и выше. Первые интересны в качестве конечных измерительных устройств в рентгеновских дифрактометрических установках или рентгеновских спектрометрах, тогда как вторые необходимы для слежения за интенсивностью первичного пучка (мониторинг интенсивности пучка).

Перечень типов детекторов, применяемых в рентгеноструктурном и рентгеноспектральном анализах, а также перспективных детекторов, разрабатываемых в последние годы, перечислен в табл. 3.1. Внутри каждого из этих типов имеется множество разных промышленно производимых моделей детекторов, и все это многообразие находит свое применение. К сожалению, идеальных детекторов, пригодных на все

<sup>&</sup>lt;sup>1)</sup> Хотя фотопленка является почти идеальным координатным детектором, который может быть изогнут почти по любой поверхности и обеспечивает одновременную регистрацию дифрактограмм в широком диапазоне углов, она обладает большим количеством недостатков (см., например, Асланов, 1983). Главным из них является то, что она не позволяет следить за процессом съемки в режиме on-line. Полученный результат можно оценить только после завершения эксперимента, а в случае экспериментальной ошибки или неудовлетворительного качества фотоматериала, измерения порой повторить сложно или почти невозможно, особенно на установке коллективного пользования, такой, как источник СИ. Поэтому, несмотря на то, что фотографический метод регистрации рентгеновских лучей исторически был самым первым, сейчас он в чистом виде применяется редко.

Технология	Тип конвертера	Размерность		
Рентгеновская пленка	Эмульсия AgBr	Двухкоординатный		
Запоминающие фосфо́ры (IP — пластины с оптической памятью)	BaFBr:Eu <sup>+2</sup>	Двухкоординатный		
Сцинтилляционные кристаллы	NaI, CsI	Точечный		
Газоразрядные	Ar, Xe	Точечные, линейные, двухкоординатные		
Телевизионные	Φοςφόρ	Двухкоординатный		
ПЗС	Φοςφόρ	Двухкоординатный		
Кремниевые диоды	Монокристалл Si	Линейные, двухкоординатные		
Лавинные диоды	Монокристалл Si	Точечные, линейные		
Новые р	азрабатываемые типы детект	горов		
Пиксельные матрицы	Si, GaAs, CdZnTe	Двухкоординатный		
Плоские панели из аморфного кремния + фосфо́р	CsI, Cd <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S	Двухкоординатный		
Плоские панели из аморфного кремния + фотопроводник	PbI <sub>2</sub> , CdZnTe, TlBr, HgI <sub>2</sub>	Двухкоординатный		

Таблица 3.1. Детекторы, применяемые в рентгеновских экспериментах на синхротронном излучении, и детекторы находящиеся в стадии разработки. (таблица заимствована из Gruner et al., 2001)

случаи жизни, нет, и даже нельзя сказать, что детектор того или иного типа лучше других. Примерные характеристики разных детекторов указаны в табл. 3.2, а более подробно они будут обсуждаться далее.

Для регистрации излучения на синхротронных пучках чаще всего применяют электронные детекторы, т. е. приборы, вырабатывающие электрический импульс при поглощении гамма-кванта в чувствительном объеме детектора. По принципу преобразования  $\Delta E \Rightarrow q$  энергии поглощенного излучения в электрические сигналы рентгеновские детекторы с электронной регистрацией можно разделить (см. ГОСТ 14105-69) на ионизационные, действие которых основано на ионизации вещества, и радиолюминесцентные, в том числе сцинтилляционные, использующие люминесценцию вещества под действием ионизирующего излучения. Ионизационные детекторы, в свою очередь, делятся на газонаполненные и твердотельные, в зависимости от детектирующей среды.

По виду выходных сигналов электронные детекторы, в свою очередь, разделяются на *дискретные*, на выходе которых образуется последовательность электрических сигналов (импульсов) от отдельных частиц, и *аналоговые*, на выходе которых сигналы от отдельных частиц не различаются, а регистрируется поток частиц, информация о котором получается по значению электрического тока в выходной

Детектор	Энергетический диапазон счета	$\Delta E/E$ при 5,9 кэВ	Мертвое время на событие	Максимальная скорость счета
	(кэВ)	(%)	(мкс)	(c <sup>-1</sup> )
Газонаполненная иониза- ционная камера (в токо- вом режиме) <sup>1</sup> )	0,2-250	_	_	10 <sup>11</sup>
Газонаполненный пропорциональный счетчик	0,2–50	15	0,2	10 <sup>6</sup>
Многопроволочные и ми кростриповые пропорциональные детекторы	3–50	20	0,2	$10^{6}/{\rm mm}^{2}$
Сцинтилляционный де- тектор [NaI(Tl)]	$3 - 10^{6}$	40	0,25	$2\cdot 10^6$
Энергодисперсионный полупроводниковый детектор	$1 - 10^{6}$	3	0,5-30	$2\cdot 10^5$
Поверхностно-барьерный полупроводниковый детектор (в токовом режиме)	0,1–20	_	_	10 <sup>8</sup>
Лавинные фотодиоды	0,1–50	20	0,001	10 <sup>8</sup>
ПЗС-детекторы (ССD- детекторы)	0,1-70	_	_	_
Сверхпроводниковые де- текторы	0,1-4	< 0, 5	100	$5 \cdot 10^3$
Пластины с оптической памятью (IP-детекторы)	4-80	_	_	_

Таблица 3.2. Свойства наиболее распространенных промышленно производимых рентгеновских детекторов ( $\Delta E$  измеряется, как ширина спектрального пика на половине высоты). Данные взяты из Thompson (2001)

цепи детектора. Надо сказать, что деление детекторов на аналоговые и дискретные условно, поскольку при уменьшении интенсивности облучения, т.е. с уменьшением загрузки детектора, аналоговый детектор переходит в дискретный режим. В спектрометрической аппаратуре в основном используются импульсные (дискретные) пропорциональные детекторы, тогда как для мониторинга мощных пучков излучения приходится применять аналоговые детекторы, такие как, например, газоразрядные ионизационные камеры.

Рентгеновские детекторы можно классифицировать еще и по геометрическому признаку регистрации излучения. В этом смысле детекторы делятся на *точечные* (нуль-мерные), позволяющие измерять интенсивность рентгеновских квантов в точке пространства, где расположено узкое приемное окно счетчика, и *позиционно* 

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Максимальная скорость счета ионизационных камер зависит от типа и давления заполняющего газа, и в принципе может быть на много порядков выше показанной примерной величины, о чем будет рассказано дальше.

*чувствительные детекторы* (ПЧД), которые способны одновременно измерять интенсивность потока квантов и с высокой точностью определять пространственные координаты падения фотона на чувствительный элемент детектора<sup>1</sup>).

В рентгеноструктурном анализе, как правило, эксперименты проводятся на монохроматическом излучении. При этом регистрируется дифракционная картина, представляющая набор линий или рефлексов от кристаллического вещества, наблюдаемых при различных углах относительно направления первичного луча. Такой метод называется дифрактометрией с дисперсией по углам 2). Для измерения пространственного распределения интенсивности с помощью точечного детектора в этом случае необходимо проводить ряд измерений интенсивности при последовательном перемещении детектора (метод сканирования рефлексов). Процедура сканирования осуществляется с помощью прецизионного механического устройства, называемого рентгеновским гониометром, на котором устанавливается детектор с узкой приемной апертурой, и которое обеспечивает его точное перемещение по угловым, а иногда и линейным координатам. Из-за механических перемещений процесс измерения пространственного распределения интенсивности рентгеновского спектра точечным детектором занимает много времени, причем львиная доля этого времени уходит на перемещение детектора из одной точки в другую. Кроме того, стоимость прецизионного гониометра часто на порядок превосходит стоимость устанавливаемого на нем детектора. Для устранения этих неприятных проблем в последние два десятилетия стали все шире применять координатные счетчики квантов (ПЧД), которые одновременно могут регистрировать число фотонов и определять их координаты в довольно широкой области пространства. При одновременной регистрации множества рефлексов с помощью ПЧД резко снижается негативное влияние нестабильности интенсивности первичного пучка во времени (что является неизбежным свойством источников СИ, работающих в импульсном режиме) на точность получаемого результата, и, в сотни раз сокращаются затраты времени на процесс измерений.

Чтобы разобраться, какой из детекторов является оптимальным для каких-либо конкретных измерений, надо прежде всего знать параметры, которыми характеризуется детектор, и сопоставить их с требованиями эксперимента.

**3.2.1.1.** Основные характеристики рентгеновских детекторов. Качество детекторов характеризуется множеством технических параметров, из которых для пользователя наиболее существенными являются:

1) Эффективность детектирования — вероятность регистрации частиц или фотонов при их попадании в рабочий объем детектора, которая определяется как отношение числа фотонов достигших приемного окна детектора к числу фотонов зарегистрированных прибором, т.е. поглощенных в активном объеме детектора и оставивших о себе сигналы, зарегистрированные измерительной цепью или измерительной средой (в случае фотопленки или пластин с оптической памятью). Эту величину иногда еще называют эффективностью поглощения или квантовой эф-фективностью детектора.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Фотопластинка или фотопленка по предлагаемой классификации является двухкоординатным ПЧД, поскольку позволяет определить две координаты фотографического рефлекса, вызванного попаданием фотона.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) Существует также метод энергодисперсионной дифрактометрии, в котором используется непрерывный спектр рентгеновских лучей (белое излучение), а измерение дифракции проводится в энергетических координатах с использованием специальных энергодисперсионных детекторов, способных различать рентгеновские кванты с близкими энергиями (т. е. с помощью детекторов, обладающих высоким спектральным разрешением).

Квантовая эффективность детектирования (DQE) является средней мерой эффективности и шумовых характеристик детектора и определяется формулой

$$DQE = \frac{(S_0/N_0)^2}{(S_i/N_i)^2},$$
(3.1)

где S обозначает величину полезного сигнала, а N величину шума. Индексы 0 и i указывают на отношение величин соответственно к входу и выходу детектора. Уменьшение величины DQE является показателем ухудшения эффективности детектора из-за отношения сигнал/шум. Для источника рентгеновских лучей с пуассоновским распределением выхода фотонов собственный шум (абсолютная погрешность) равен корню квадратному из числа излучаемых фотонов, поэтому отношение сигнал/шум на входе детектора  $S_i/N_i = (S_i)^{1/2}$ , т.е. определяется квадратным корнем из числа фотонов, упавших на детектора.

Идеальный детектор не должен вносить собственный шум в измерения, т.е. должен оставлять на выходе неизменным входное отношение сигнал/шум, поэтому для него квантовая эффективность детектирования должна равняться единице. Реальные детекторы всегда добавляют собственный шум в процессе регистрации и обработки сигналов, поэтому у них DQE < 1.

Данная характеристика не имеет размерности, поэтому для нее не важно, что входной и выходной сигналы обычно имеют различную природу (например, на входе фотоны, а на выходе электроны и т.п.). Она связана с вероятностным характером взаимодействия рентгеновских квантов с детектором и обычно лежит в пределах от 0,5 до 1,0 для большинства рентгеновских детекторов. Для одного и того же детектора эффективность обычно сильно зависит от энергии регистрируемых фотонов, и эффективности детекторов разных типов детекторов сильно различаются между собой (рис. 3.3).

В идеале было бы желательно, чтобы детектор был эффективен по отношению к регистрации рабочей энергии излучения и игнорировал фоновые составляющие, т. е. идеальный детектор должен иметь единичную эффективность поглощения для фотонов с энергией, используемой в эксперименте и нулевую эффективность по отношению ко всем другим фотонам, хотя на практике таких детекторов не существует.

2) Временное разрешение (время разрешения) — минимальный интервал времени между прохождением двух частиц через детектор, когда они регистрируются порознь, как отдельные события, т.е. когда сигналы детектора не накладываются друг на друга и детектор может работать в режиме счета отдельных квантов.

3) Мертвое время (время восстановления) — время, за которое детектор, зарегистрировавший одну частицу, успевает вернуться в исходное состояние и быть готовым для регистрации следующей частицы. Частицы, прошедшие через детектор за это время, не регистрируются, независимо от того, поглотились они или нет. Этот эффект связан с процессами релаксации и рекомбинации, происходящими внутри детектора после эффективного поглощения фотона. Время нечувствительности является мерой инерционности детектора. Оно ограничивает максимальную интенсивность излучения, которую может регистрировать детектор. Примерные значения мертвого времени разных детекторов указаны в табл. 3.2.

4) Пропорциональность детектора. Этот параметр характеризует пропорциональность между полезным электрическим импульсом детектора и энергией фотона, который вызвал этот импульс, и тесно связан с энергетическим разрешением детектора и его мертвым временем.

5) Токовая чувствительность или просто чувствительность детектора: определяется как отношение элементарного приращения тока к соответствующему при-



Рис. 3.3. Сравнение зависимости эффективности детектирования от длины волны регистрируемого излучения для разных детекторов. 1 — сцинтилляционный детектор NaI(Tl) с толщиной сцинтиллятора 1 мм; 2 — то же при толщине сцинтиллятора 3 мм; 3 — пропорциональный ксеноновый детектор длиной 20 мм при давлении газа 43 кПа; 4 — пропорциональный криптоновый детектор длиной 22 мм при давлении 73 кПа; 5 — аргоновый счетчик Гейгера длиной 100 мм при давлении 73 кПа. Для сравнения указаны эффективности регистрации на рентгеновскую фотопленку для ряда характеристических длин волн (точки, отмеченные цифрой 6). На графиках видны скачки изменения эффективности, связанные со скачками поглощения рентгеновских лучей химическими элементами, входящими в состав рабочей среды детектора. (Асланов, 1983)

ращению плотности потока излучения в месте расположения детектора и имеет размерность [A/(фотон/cm<sup>2</sup>/c)]. Токовая чувствительность характеризует *минимальное* число фотонов в единицу времени, которое может быть зарегистрировано и распознано по сравнению с собственным шумом детектора. Чувствительность детектора сильно зависит от отношения сигнал/шум, а поэтому влияет на точность измерения интенсивности.

6) Динамический диапазон детектора — характеристика, определяющая наименьшую и наибольшую интенсивность, которую может практически измерить данный детектор. Наименьшая измеряемая интенсивность определяется собственным фоном или шумом детектора. Собственный, не связанный с рентгеновским излучением, фон вызывается либо космическим излучением, попадающим в детектор, либо радиоактивным загрязнением, либо электрическими шумами в электрических цепях детектора. В зависимости от типа детектора эта величина может быть от нескольких импульсов в минуту, например, в случае пропорциональных счетчиков до нескольких сотен импульсов в минуту, например, для счетчиков Гейгера-Мюллера. Максимальная интенсивность, при которой счетчик еще может работать, определяется его мертвым временем. Величина максимальной скорости счета является особенно важной характеристикой в случае детектора, применяемого для работы с такими мощными источниками рентгеновского излучения, как синхротроны. Минимальная скорость счета также очень важна, так как она определяет чувствительность и точность аналитического прибора, в котором используется данный детектор. Примерные значения максимальной скорости счета для разных детекторов приведены в табл. 3.2.

7) Спектральная разрешающая способность (или энергетическое/амплитудное разрешение детектора) — определяет минимальную разницу  $\delta E$  в энергии двух фотонов, при которой детектор еще способен эту разницу различать. Энергия детектором точно измеряться не может в силу статистического характера преобразования энергии фотонов<sup>1</sup>) в электрические сигналы, а определяется с некоторой вероятностью. В результате, при регистрации моноэнергетических фотонов вместо резкого пика интенсивности с нулевой шириной на графике зависимости от энергии (длины волны) получается некоторое распределение с максимумом около их реальной энергии. Для широкого класса детекторов это распределение близко к гауссовскому (нормальному). В качестве параметра, характеризующего энергетическое разрешение таких детекторов, используют величину  $\delta_{1/2}$ , равную отношению ширины распределения на половине высоты его максимума к значению параметра, соответствующего максимуму или центру распределения на шкале энергий или длин волн. Этим параметром может быть либо энергия фотонов, либо длина волны излучения, либо величина электрического импульса, связанная с энергией регистрируемого излучения. Отношение  $\delta_{1/2}$  называется относительным разрешением детектора и является одной из основных характеристик спектрометрических приборов. Величина  $(\delta_{1/2})^{-1}$ , обратная относительному разрешению, называется спектральной разрешающей способностью детектора. Мерой спектрального разрешения детектора обычно служит относительная ширина линии, получаемой при измерении монохроматического у-излучения. Количественно она определяется отношением  $\Delta E/E$  (или  $\Delta\lambda/\lambda$  при работе в шкале длин волн), где  $\Delta E$  — ширина линии на половине ее высоты (в энергетических единицах) измеряемая данным детектором, а Е — энергия регистрируемых моноэнергетических у-квантов. Иногда в литературе в качестве меры разрешающей способности указывают просто абсолютное значение величины  $\Delta E$ , хотя следует иметь в виду, что эта величина зависит от энергии регистрируемого излучения, тогда как характеристика  $\delta_{1/2}$  инвариантна, т.е. от энергии не зависит. Наличие энергетического разрешения у детектора является очень ценным параметром, определяющим возможность повышения качества измерений, поскольку часто позволяет существенно снизить паразитический фон и даже отделить мешающие спектральные линии, например, при использовании характеристического излучения рентгеновской трубки. Существуют детекторы со столь высокой спектральной разрешающей способностью, что могут самостоятельно анализировать энергетические спектры фотонов (энергодисперсионные детекторы) и работать в качестве спектрометров. Примерные значения энергетического разрешения разных детекторов приведены в табл. 3.3.

8) Пространственное разрешение (для координатных детекторов) — точность, с которой детектор способен локализовать положение частицы в пространстве. Данная характеристика показывает способность детектора различать соседние в пространстве сигналы, как независимые.

9) Временная стабильность детектора часто бывает параметром определяющим точность рентгеноструктурного или рентгеноспектрального анализа. Требования к этому параметру, например, в рентгеноструктурном анализе довольно строги, поскольку интенсивности дифракционных рефлексов должны определяться с относительной погрешностью не более 1%.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) При воздействии на детектор однородного потока моноэнергетических квантов потери энергии  $\Delta E$  для отдельных фотонов могут быть различны, и этот разброс описывается функцией плотности вероятности определенного вида.

10) Радиационная стойкость детектора является параметром, прямо влияющим на временную стабильность, поскольку радиационные повреждения постепенно снижают чувствительность детектора.

3.2.1.2. Ионизационные детекторы. Ионизационные детекторы составляют самый обширный класс детекторов, применяемых для регистрации рентгеновских лучей. Рентгеновские лучи и гамма-кванты не могут ионизировать молекулы и атомы непосредственно, поскольку не обладают электрическим зарядом, но они вызывают ионизацию вещества через вторичные процессы, такие как фотоэффект, комптонэффект и образование электрон-позитронных пар. Каждый из этих эффектов сильнее всего проявляется при свойственной ему энергии фотонов (см. рис. 1.4 и пояснения к нему). В случае мягких рентгеновских лучей (энергия от 5 до 50 кэВ), которые используются в рентгеноструктурном анализе и рентгеновской спектроскопии, вклад в ионизацию элементов от комптон-эффекта мал, а энергия фотонов еще недостаточна для образования электрон-позитронных пар. Поэтому для мягких рентгеновских лучей основным механизмом ионизации в среде из атомов с большим Z можно считать фотоэффект<sup>1</sup>). Ионизационные пары зарядов, генерируемые поглощенным в среде детектора фотоном, могут собираться и измеряться как импульс тока во внешней цепи детектора, несущий информацию о факте регистрации фотона, а часто и об его энергии.

В ионизационных детекторах поглощенная энергия  $\Delta E$  фотона может за счет фотоэффекта в активном объеме детектора породить m пар носителей заряда  $\pm q_0$  противоположного знака<sup>2</sup>), которые переносятся приложенным к детектору электрическим полем к собирающим электродам определенной конфигурации. Во многих ионизационных детекторах процесс переноса сопровождается *умножением заряда*,

<sup>&</sup>lt;sup>1)</sup> Фотоэффект — это результат взаимодействия рентгеновского фотона с одной из внутренних оболочек атома активной среды детектора. Если энергия кванта Екв превышает энергию связи электрона на K-оболочке ( $E_K$ ), то энергетически он может выбить электрон с любой электронной оболочки атома, но наиболее вероятно освобождение K-электрона, который в результате фотоэффекта приобретает кинетическую энергию  $E_{\scriptscriptstyle 9}=E_{\scriptscriptstyle {
m KB}}-E_K$  и далее сам способен вызывать ионизацию других атомов. Если же  $E_K > E_{\rm KB} > E_L$ , то наиболее вероятен фотоэффект на L-оболочке, и т. д. В ионизированном в результате фотоэффекта атоме происходит переход электрона с внешней оболочки на освободившуюся внутреннюю и при этом испускается рентгеновский квант, а, возможно, и оже-электрон. Важной особенностью фотоэффекта является то, что энергия, сообщаемая вторичным заряженным частицам, близка к энергии детектируемого кванта (по крайней мере при  $E_{\rm KB} \gg E_K$ ), и поэтому выделившаяся при их торможении энергия  $\Delta E \approx E_{\text{кв}}$ . Рентгеновский квант, испускаемый ионизированным атомом, также с большой вероятностью поглощается в детекторе в результате вторичного фотовзаимодействия. В этом случае равенство  $\Delta E = E_{\mbox{\tiny KB}}$  выполняется точно, что обеспечивает абсолютную адекватность преобразования в результате фотоэффекта. Вероятность фотоэффекта быстро снижается с ростом энергии квантов (примерно пропорционально  $1/(E_{
m kB})^3$  в области энергий  $E_{\rm \tiny KB} < 100$  кэВ) и очень сильно зависит от атомного номера Z (с ростом атомного номера растет как  $Z^5$ ), поэтому для детекторов стараются использовать материалы с высоким Z.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) Например, энергии полностью поглощенного кванта Си  $K\alpha$ -излучения (8050 эВ) достаточно для ионизации 358 атомов Хе (энергия ионизации  $E_0 = 22,5$  эВ) или 227 атомов Аг ( $E_0 = 29$  эВ). Фотон с более высокой энергией, естественно, способен создать большее число электрон-ионных пар. Значительно большее число носителей заряда (пары электрон-дырка) может быть создано фотоном в полупроводнике, поскольку его  $E_0 \sim 3$  эВ, тогда как в газах  $E_0 \sim 30$  эВ, поэтому в полупроводниковом детекторе при том же  $\Delta E$  создается в 10 раз больше носителей заряда, чем в газовой ионизационной камере, и этот заряд при определенном электронном усилении уже можно измерять.

так что в выходной цепи детектора протекает усиленный кратковременный импульс тока i(t) с интегральным зарядом

$$Q = q_0 m(\Delta E) M = q(\Delta E), \qquad (3.2)$$

где  $M \ge 1$  представляет коэффициент умножения заряда. Если механизм умножения заряда отсутствует, то величина заряда, генерируемого одним поглощенным фотоном, мала, чтобы быть измеренной на фоне собственного электрического шума детектора. В таких детекторах приходится применять дополнительное усиление импульсов с помощью внешних малошумящих предусилителей (как, например, в полупроводниковых детекторах), или довольствоваться измерением суммарного заряда от поглощения многих фотонов, накопленного за определенный промежуток времени (например, в ионизационных камерах), т. е. измерением величины интегрального потока квантов.

Газонаполненные ионизационные детекторы. Многочисленную группу ионизационных детекторов, применяемых в рентгеновской технике, составляют газоразрядные детекторы. Все ионизационные детекторы, в том числе и газонаполненные, строятся по принципу электрического конденсатора с двумя электродами, на которые подается постоянное напряжение, и непроводящей средой между ними, которая служит чувствительным объемом детектора. Газоразрядные детекторы изготавливаются в виде герметичного металлического баллона, заполненного газовой смесью определенного состава, в котором имеются два собирающих электрода, находящиеся под постоянным напряжением. В качестве активной среды обычно применяют инертные газы — чаще всего аргон или ксенон с различными добавками, — которые в нормальных условиях не обладает электрической проводимостью. В корпусе детектора должно быть окошко из прозрачного для рентгеновских лучей материала, через которое рентгеновские кванты попадают внутрь газовой камеры.

Первоначальным событием, которое вызывает обнаружение рентгеновского фотона, является его поглощение атомом газа, сопровождающееся испусканием фотоэлектрона либо оже-электрона и образованием положительно заряженного иона газа (*образование электрон-ионных nap*). Если в газовой камере детектора отсутствует направленное электрическое поле, то ионизационные заряды движутся хаотически и, в конце концов, рекомбинируют между собой. Если постоянное напряжение подаваемое на детектор достаточно велико, чтобы переносить ионизационные заряды до соответствующих собирающих электродов, то после попадания фотона в активный объем на электродах накапливается определенный заряд и в замкнутой цепи детектора создается импульс тока (разряд). Во время этого импульса положительные ионы, присоединяя недостающие электроны, нейтрализуются и снова способны участвовать в процессах детектирования.

Число пар ион-электрон образующихся в камере газоразрядного детектора при поглощении рентгеновского фотона зависит от энергии фотона и состава газовой смеси. При постоянной энергии детектируемых рентгеновских квантов величина и характер электрического импульса в цепи детектора существенным образом зависит от напряжения на его электродах, а говоря точнее, от напряженности электрического поля в детекторе. Эта зависимость может быть представлена графиком вольт-амперной характеристики газоразрядного счетчика (рис. 3.4), на которой ясно различимы несколько характерных областей.

Основными типами газоразрядных детекторов являются *ионизационные камеры*, *пропорциональные счетчики* и *счетчики Гейгера*. Принципиального различия в конструкции этих детекторов нет, но они отличаются по величине рабочего напряжения (электрического поля в газовом объеме), которое и определяет их свойства. Неко-



Рис. 3.4. Зависимость амплитуды импульса тока i, выраженной числом электронов, в газоразрядном счетчике от приложенного к электродам счетчика напряжения U. Линия 1 - для излучения  $MoK\alpha$ ; линия 2 - для Си  $K\alpha$ . I - область насыщения (область работы ионизационной камеры); II — область полной пропорциональности с газовым усилением (область работы пропорционального счетчика); III — область неполной пропорциональности; IV — область равных импульсов (область счетчиков Гейгера), V — область непрерывного разряда. Кривые 1 и 2 для фотонов с разной энергией в областях I–II параллельны и отстоят друг от друга, что свидетельствует о пропорциональности электрических импульсов энергии регистрируемого излучения и о наличии энергетического разрешения в ионизационных камерах и пропорциональных счетчиках

торые типы газоразрядных детекторов обладают *механизмом газового усиления* <sup>1</sup>) импульса.

Счетчик Гейгера, известный также под названием счетчик Гейгера-Мюллера, является наиболее старым детектором рентгеновских лучей. Счетчик Гейгера представляет собой, как правило, цилиндрический катод, вдоль оси, которого натянута проволока — анод. Система заполнена газовой смесью, состоящей из инертного газа с добавкой молекул спирта или какого-либо галогенного газа, чтобы упростить процесс ионизации, а между анодом и катодом приложено высокое напряжение. Счетчики Гейгера работают при напряжениях, обеспечивающих лавинный электрический пробой среды при возникновении в ней свободных зарядов (область VI на рис. 3.4). При прохождении через счетчик заряженной частицы или гамма-кванта происходит

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Газовое усиление в газонаполненных детекторах обусловлено тем, что фотоэлектроны, возникающие при первичной ионизации в момент поглощения рентгеновского кванта, ускоряются электрическим полем детектора на пути к электроду-коллектору настолько, что их энергии становится достаточно для ионизации других атомов в чувствительной среде. Электроны вторичной ионизации, в свою очередь, ускоряются и ионизируют другие молекулы, в результате чего вблизи коллектора образуется *лавина ударной ионизации* и происходит усиление электрического импульса. Таким образом число носителей заряда, приходящих на коллектор, может существенно превышать число зарядов, созданных при первичной ионизации. Степень газового усиления характеризуется *коэффициентом газового* усиления M, который зависит от напряжения между электродами детектора, состава и давления газовой среды. В некоторых случаях M может достигать  $10^6$ , хотя обычно его величина лежит в пределах  $10^2 - 10^4$ . В сцинтилляционных детекторах также применяется принцип умножения заряда, но это умножение происходит не за счет механизмов внутреннего усиления, а обеспечивается внешним усилением в фото-электронном умножителе (ФЭУ).

ионизация газа. Образующиеся электроны, двигаясь к положительному электроду нити, попадают в область сильного электрического поля, ускоряются и уже сами ионизуют молекулы газа, что приводит к коронному разряду и току через счетчик. Амплитуда сигнала достигает нескольких вольт и легко измеряется. Счетчик Гейгера регистрирует лишь факт попадания в него частицы или фотона, но не позволяет измерить их энергию. Этот счетчик работает при напряжении 1000 вольт и выше, что значительно больше, чем в пропорциональных счетчиках. Ионизирующий рентгеновский фотон, попадающий в счетчик Гейгера, вызывает электрический разряд между его электродами, создающий импульс в несколько десятков вольт независимо от энергии поглощенного фотона. Каждый такой разряд соответствует одному поглощенному рентгеновскому кванту (или одной какой-либо заряженной частице). Однако, из-за большой величины напряжения на счетчике, процесс лавины в нем оказывается очень длительным (лавина длится более 100 мкс), а последующая релаксация электрического поля в счетчике, определяемая аккумулированием положительных ионов на катоде достигает 150-300 мкс после поглощения ионизирующей частицы или фотона. В течение этого промежутка счетчик нечувствителен к другим квантам и этот период является *мертвым временем* счетчика. Из-за большого мертвого времени счетчики Гейгера-Мюллера в рентгеноструктурном анализе в настоящее время не применяются.

Пропорциональный счетчик имеет такую же конструкцию, как и счетчик Гейгера. Однако за счет подбора напряжения питания и состава газовой смеси в пропорциональном счетчике при ионизации газа пролетевшей заряженной частицей или фотоном коронного разряда не происходит. Под действием электрического поля, создаваемого вблизи положительного электрода, первичные частицы производят вторичную ионизацию и создают электрические лавины, что приводит к усилению первичной ионизации, созданной пролетевшей через счетчик частицей в  $10^3 - 10^6$  раз. Пропорциональный счетчик, в отличие от счетчика Гейгера, позволяет не только регистрировать факт попадания, но и определять энергию зарегистрированных частиц.

Ионизационная камера, также, как и пропорциональный счетчик или счетчик Гейгера заполнена газвой смесью, имеет анод и катод. Однако, по сравнению с пропорциональным счетчиком напряжение питания в ионизационной камере меньше и усиления ионизации в ней не происходит. В зависимости от требований эксперимента для измерения энергии частиц используется либо только электронная компонента токового импульса, либо электронная и ионная.

Рассмотрим устройство и свойства этих детекторов более подробно, так как многие из них широко используются при работе с синхротронным излучением.

Ионизационные камеры. Этот тип газонаполненных детекторов можно по праву назвать наиболее распространенным на источниках синхротронного излучения, поскольку это основной монитор интенсивности пучков первичного излучения практически во всех экспериментах с рентгеновскими лучами. Ионизационными камерами принято называть газоразрядные детекторы, работающие при напряжениях из диапазона насыщения (область I на рис. 3.4). Эти приборы обычно используются в качестве интегрирующих детекторов при измерениях потока фотонов в пучке, а не для регистрации отдельных квантов. Главным их достоинством, обеспечивающим им широкое применение на всех источниках СИ, является способность пропускать через себя почти без ослабления мощные потоки фотонов и измерять их интенсивность при уровнях потока  $10^{12}$  фотон/с и выше, что лежит далеко за пределами предельной скорости счета прочих детекторов. Прошедшие через ионизационную камеру почти не ослабленные лучи далее могут спокойно использоваться для дифракционных или спектральных экспериментов. По устройству ионизационная камера является типичным конденсатором, диэлектрической прокладкой которого служит газ. Ионизация газа при поглощении рентгеновских лучей делает диэлектрическую прокладку проводящей и она начинает пропускать ток по замкнутой цепи конденсатора, находящегося под напряжением (рис. 3.5). Величина этого тока пропорциональна числу поглощенных фотонов, а следовательно и интенсивности проходящего пучка рентгеновских лучей.



Рис. 3.5. Принципиальная схема простейшей ионизационной камеры. Интенсивность падающего на камеру пучка обозначена символом *I*<sub>o</sub>, а интенсивность прошедшего через камеру пучка *I*. Интенсивность тока камеры, связанная с поглощенной частью *I*<sub>absorbed</sub> потока фотонов, имеет величину порядка микроампера и измеряется микроамперметром. Устройства для преобразования и усиления тока на схеме не показаны

Конструктивно ионизационная камера представляет собой заполненную газом прямоугольную коробку с тонкими входным и выходным прозрачными для рентгеновских лучей окнами, расположенными напротив друг друга (см. рис. 3.5).

Внутри этой камеры располагаются две параллельные электродные пластинки, между которыми создается электрическое поле с напряжением порядка 10 В/см. При прохождении рентгеновских лучей через газ часть фотонов падающего кучка поглощается в газе, производя его ионизацию. В результате этой ионизации образуется определенное равновесное число электрон-ионных пар, которое зависит от интенсивности пучка, энергии фотонов и скорости рекомбинации возникших пар. Если напряжение между электродами камеры достигает величины, при которой все ионизационные заряды способны без рекомбинации дойти до соответствующих электродов (режим насыщения, рис. 3.4), то ток, протекающий через камеру, зависит только от энергии и числа квантов, поглощаемых в единицу времени. Дальнейшее повышение напряжения в пределах области насыщения не влияет на число носителей заряда. Обычно на ионизационную камеру подается отрицательное напряжение смещения величиной порядка 300 В, а измеряется ток положительных ионов. Величина импульса тока от попадания одного фотона в ионизационную камеру равна суммарному заряду электронов произведенных в акте поглощения <sup>1</sup>). Величина полного тока ионизации, возникающего в ионизационной камере, обычно измеряется микроамперами, поэтому для надежного измерения его как правило усиливают с

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Ионизационный ток  $i_{\text{ик}}$  в цепи ионизационной камеры определится выражением  $i_{\text{ик}} = q(N_i - N_r)$ , где q — заряд электрона,  $N_i$  — число ионов газа, образованных поглощенным рентгеновским излучением,  $N_r$  — число ионов поглотивших электроны и рекомбинировавших на пути к катоду,  $(N_i - N_r)$  — число ионов, приходящих на катод в единицу времени.

помощью малошумящего усилителя тока и преобразуют в электрический сигнал с напряжением порядка нескольких вольт. Все, что делает ионизационная камера разделяет своим электрическим полем образовавшиеся положительно заряженные ионы и отрицательно заряженные электроны, разводя их соответственно к катоду и аноду, и измеряет получающийся при этом ток, величина которого пропорциональна числу поглощенных фотонов.

В ионизационном объеме поглощается лишь малая часть фотонов пучка, проходящего через камеру, а ослабление интенсивности пучка рентгеновских лучей после прохождения через газ определяется обычным выражением (1.37) при известных пути поглощения t и коэффициенте поглощения  $\mu$ . Потерянная в процессе поглощения часть интенсивности первичного пучка рентгеновских лучей  $I_{\rm absorbed}$  определяется формулой, показанной на рис. 3.5. Число поглощенных фотонов можно оценить по соответствующей им части потерянной интенсивности, т.е. как

$$I_{\text{absorbed}} = (I_0 - I) = I_0 [1 - \exp(-\mu t)].$$
(3.3)

Из этой величины, если знать энергию  $V_0$  образования одной электрон-ионной пары в газе <sup>1</sup>), можно вычислить число фотонов, поглощенных ионизационной камерой. Число электрон-ионных пар, производимое одним фотоном при полном поглощении в газе, зависит от энергии  $E_0$  порога ионизации газа, значения которой для газов, наиболее часто используюемых в качестве рабочей среды ионизационных камер, приведены в табл. 3.3, и от энергии E фотона и равно  $E/E_0$ . В то же время число поглощенных фотонов в секунду равно величине поглощенной части интенсивности пучка. Связанный с этим числом ток  $i_{\rm ик}$  ионизационной камеры равен числу полученных в процессе ионизации электронов в секунду, умноженному на заряд q электрона, т.е.  $i_{\rm ик} = (E/E_0) q$  (Кл/с). При этом существует равенство между этим током и поглощенным потоком фотонов с поправкой на коэффициент конверсии фотонов в электрон-ионные пары  $E/E_0$ , т.е.  $i_{\rm ик} = (E/E_0)q \cdot I_{\rm absorbed}$ . Это соотношение позволяет по измеренному ионизационной камерой току  $i_{\rm ик}$  определять интенсивность  $I_0$  первичного пучка рентгеновских лучей, входящих в камеру, если переписать формулу (3.3) для  $I_0$ .

$$I_0 = i_{{}_{\mathsf{H}\mathsf{K}}} \frac{1}{(E/E_0)q} \frac{1}{1 - \exp\left(-\mu t\right)} = K_{{}_{\mathsf{H}\mathsf{K}}} \times i_{{}_{\mathsf{H}\mathsf{K}}}.$$
(3.4)

В полученной формуле символом  $K_{\rm ик}$  обозначен коэффициент конверсии энергии фотонов в электрон-ионные пары, интенсивность измеряется в единицах [фотон/с], заряд электрона  $q = 1,602 \cdot 10^{-19}$  [Кл], ток в амперах (1 A = 1 Кл/с), длина поглощения t в [см], линейный коэффициент поглощения  $\mu$  [см<sup>-1</sup>]. Для газа поглощение сильно зависит от давления, поэтому более подходящей мерой поглощения является массовый коэффициент поглощения, который прямо связан с линейным коэффициентом поглощения и легко получается по формуле (1.9).

Таблица 3.3. Энергия ионизации *E*<sub>0</sub> для создания одной электрон-ионной пары в газах, чаще всего используемых в качестве рабочей среды газонаполненных детекторов. (Thompson, 2001)

Газ	He	Ν	Воздух	Ne	Ar	Kr	Xe
Энергия ионизации (эВ)	41	36	34,4	36,3	26	24	22

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Эти значения для газов, применяемых для наполнения детекторов, приведены в табл. 3.3.

Коэффициент конверсии  $K_{\rm ик}$  реальных ионизационных камер обычно учитывает не только величины, участвующие в формуле (3.4), но и полный коэффициент конверсии потока фотонов в ток, включая эффективность других элементов измерительной цепи детектора, таких как усилитель тока, амплитудно-частотный преобразователь, выпрямитель и эффективность микроамперметра или вольтметра. Учитывая сильную зависимость тока ионизационных камер от энергии фотонов, типа камеры и давления заполняющего ее газа, как правило для каждой конкретной камеры вместе с ее измерительной цепью строят (часто просто рассчитывают теоретически) градуировочные графики соотношения между коэффициентом конверсии и энергией



Рис. 3.6. Зависимость эффективности детектирования фотонов от энергии для газонаполненной ионизационной камеры длиной 10 см при наполнении ее разными газами при атмосферном давлении. (Thompson, 2001)

фотонов (см. ADC catalogue 2004).

Эффективность детекторов данного типа определяется длиной активной части камеры (ионизационного объема), свойствами заполняющего газа (рабочей среды) и сечением поглощения рентгеновских лучей при энергии, которой обладают фотоны пучка, проходящего через камеру. Данные по эффективности поглощения фотонов с разной энергией в ионизационных камерах с различным наполнением при атмосферном давлении приведены на рис. 3.6.

Достоинством ионизационной камеры является простота, надежность и высокая стойкость к действию излучения. В прин-

ципе, ионизационная камера может измерять как интегральные потоки излучения, так и считать отдельные кванты. Поскольку число пар зарядов первичной ионизации, возникающих в ионизационной камере, зависит от энергии ионизирующих квантов, то в режиме счета квантов ионизационная камера обладает энергетическим разрешением (что наглядно следует из того, что линии 1 и 2, соответствующие фотонам разных энергий, на участке I графика рис. 3.4 далеко отстоят друг от друга). Но из-за малого уровня сигнала для измерения отдельных квантов требуется многократное его усиление с помощью электронных усилителей, неизбежно дающих дополнительный шум и снижающих точность счета.

Чувствительность газовых ионизационных камер (т.е. минимальный поток фотонов, который может быть надежно зарегистрирован) невысока и камера обычно начинает уверенную регистрацию при потоке около 10<sup>2</sup> фотон/с. По этой причине они редко применяется для счета квантов, хотя широко используются в качестве пролетных мониторов интегрального потока фотонов в первичном пучке рентгеновских лучей или синхротронного излучения.

Надо отметить, что при использовании ионизационных камер в качестве мониторов интенсивности пучков рентгеновских лучей (в отличие от газонаполненных детекторов, работающих в режиме счета фотонов) приходится следить не за эффективностью регистрации, а за тем, чтобы высокая интенсивность пучка не приводила к нарушению пропорциональности между токовым сигналом камеры и интенсивностью. Если в счетчиках квантов обычно стараются использовать газовые среды, обеспечи-

вающие полное поглощение фотонов, попавших в детектор, чтобы зарегистрировать все фотоны, то в камерах-мониторах приходится следить за тем, чтобы поглощаемые фотоны не приводили к слишком большой концентрации ионно-электронных пар ионизации и чтобы сигнал тока от камеры не превышал 1 мкА. Обычно в газонаполненных детекторах, работающих при больших потоках ионизирующего излучения наблюдается нарушение пропорциональности между током детектора и интенсивностью излучения при возрастании тока до некоторого предела (обычно больше  $\sim 1~{
m mkA}$ ). Это происходит из-за возрастания объемной рекомбинации электрон-ионных пар при их большой концентрации и из-за экранирования приложенного к детектору напряжения смещения большой концентрацией заряженных ионов, что в свою очередь усиливает процессы рекомбинации внутри детектора без образования тока. Экспериментальное исследование поведения ионизационных камер при облучении высокими потоками фотонов от поворотных магнитов и ондуляторов, проводившиеся на источнике Spring-8 (Sato et al., 1997), показали, что при интенсивности пучка порядка 10<sup>12</sup> фотон/с наибольшие искажения в показаниях детектора наблюдаются при их заполнении тяжелыми газами, такими как криптон. Более точные измерения получались при наполнении камер азотом. Исследователи пришли к выводу, что для измерения интенсивностей порядка 10<sup>14</sup> фотон/с и выше следует наполнять ионизационные камеры гелием с примесью высокомолекулярных газов, а еще лучше было бы использовать смесь гелия с азотом. Ондако, в обоих случаях возникает проблема получения однородной смеси сильно различных по весу газов в камере. Поэтому ионизационные камеры-мониторы обычно наполняют азотом и повышают напряжение питания камеры с ростом интенсивности (Sato, Toyokawa, Kohmura, et al., 1998), конечно, не выходя за пределы режима насыщения, в котором должна работать ионизационная камера. При мониторинге очень высоких потоков фотонов используют камеры заполненные чистым гелием при атмосферном давлении.

Пропорциональные газоразрядные счетчики. Эти приборы, в отличие от ионизационных камер, которые рассматривались выше, являются счетчиками фотонов, а не измерителями их интегрального потока, и работают в области напряжений II, где действует *механизм газового усиления* (см. сноску выше), существенно увеличивающий число электронов, приходящих на коллекторный анод детектора по сравнению с числом электронов, возникающих в акте первичной ионизации газа.

От ионизационной камеры пропорциональный счетчик принципиально отличается тем, что все попавшие в него фотоны должны полностью поглощаться в рабочем объеме, чтобы можно было посчитать их число, и детектор нацелен на то, чтобы получить сигнал от каждого из этих фотонов. Из-за того, что электрический заряд при первичной ионизации газа в процессе поглощения одного фотона очень мал, для его регистрации требуется механизм усиления, доводящий сигнал до уровня, который можно надежно измерить амперметром или вольтметром. Таким механизмом является механизм газового усиления сигнала первичной ионизации процессами вторичной ионизации. По этой причине пропорциональные счетчики работают с более высоким напряжением между анодом и катодом, чем ионизационные камеры.

Конструктивно пропорциональные счетчики отличаются от ионизационных камер тем, что у них только одно окно, через которое фотоны попадают в рабочий объем, а анод в пропорциональном счетчике изготавливается в виде тонкой нити (диаметром несколько десятков микрон) или острия, чтобы создать вблизи анода значительно большую напряженность электрического поля, чем в остальном пространстве меж-
ду анодом и катодом<sup>1</sup>). Наиболее распространены пропорциональные счетчики с цилиндрическим рабочим объемом, где катодом является металлический цилиндр, являющийся либо корпусом счетчика, либо находящийся в контакте с корпусом<sup>2</sup>), внутри которого аксиально натянута тонкая проволока-анод (рис. 3.7).



Рис. 3.7. Принципиальная схема рентгеновского пропорционального счетчика: И — источник излучения, V<sub>o</sub> — источник высокого напряжения

Каждый поглощенный фотон создает в промежутке AB газового объема детектора (см. схему рис. 3.8) определенное число  $n_0$  электрон-ионных пар, электроны которых под действием электрического поля дрейфуют к нити анода. Эти дрейфующие электроны постепенно ускоряются до критической энергии, когда любой из электронов сам способен ионизировать атомы газа, и вблизи анодной нити вызывают лавину ударной ионизации, которая создает во внешней цепи детектора импульс тока или на нагрузочном сопротивлении импульс напряжения от 1 до 100 мВ достаточный для регистрации фотона <sup>3</sup>). После дополнительного формирования и усиления внешней электронной схемой импульс детектора поступает в регистрирующее (анализирующее или запоминающее) электронное устройство.

Несмотря на механизм вторичной ионизации, при любой постоянной разности потенциалов из области II рис. 3.4 и неизменном составе газа коэффициент газового усиления M остается постоянным, то есть импульс тока в детекторе пропорционален числу электронов первичной ионизации и, следовательно, энергии поглощенного фотона, т. е. пропорциональный счетчик способен различать энергию регистрируемых фотонов.

Форма электронно-ионной лавины вблизи анода сильно зависит от значения коэффициента газового усиления M. При 10 < M < 100 лавина имеет форму капли в направлении прихода электронов на анод; при  $10^2 < M < 10^4$  лавина становится сердцеобразной, вытянутой в направлении прихода электронов. При  $M > 10^4$  лавина

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) В цилиндрическом пропорциональном счетчике напряженность электрического поля  $E \sim r^{-1}$ , где r — расстояние частицы до нити (рис. 3.8), и увеличивается при приближении к аноду.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) Например, для повышения эффективности детектирования иногда изготавливают двухкамерные счетчики, в которых каждая камера является отдельным счетчиком, но обе камеры соединены с общим корпусом.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup>) При дальнейшем повышении напряжения между анодом и катодом процесс образования лавины выходит за пределы режима пропорциональности и газовый счетчик переходит в режим счетчика Гейгера.

полностью охватывает анод и тогда начинает нарушаться пропорциональность между  $n_0$  и амплитудой сигнала. Размер лавины вдоль проволочного анода растет с увеличением M от долей мм до нескольких мм. Пропорциональность между ионизацией и амплитудой электрического импульса достигается обычно при  $M = 10 \div 10^5$ .

При работе пропорционального счетчика имеет место несколько явлений, отрицательно сказывающихся на его свойствах, и с которыми приходится бороться. Во-первых, это накопление электростатического заряда, экранирующего анод. Причина заключается в том, что в процессе газового усиления положительные ионы, подвижность которых приблизительно в 10<sup>3</sup> раз меньше подвижности электронов, не успевают достигать катода, чтобы рекомбинировать на нем, до того как уже следующая лавина вызовется новым фотоном (т.е. при высоких загрузках счетчик не успевает релаксировать). Положительные ионы, остающиеся от регистрации предыдущих фотонов, накапливаются около нити анода и экранируют ее. Накопление положительного электростатического заряда вблизи анода уменьшает газовое усиление и понижает эффективность счетчи-



Рис. 3.8. Механизм работы пропорционального счетчика:  $r_K$  — радиус камеры счетчика;  $r_a$  — радиус анодной проволоки; (A - B) — зона первичной ионизации;  $(r_K - r_0)$  — зона дрейфа первичных фотоэлектронов;  $(r_0 - r_a)$  — зона лавин

ка. Этот эффект может быть значительным при работе *отпаянных пропорцио*нальных счетчиков в потоках выше 10<sup>5</sup> фотон/мм<sup>2</sup>/с. Для устранения эффекта экранирования пропорциональные счетчики часто делают проточными (рис. 3.9).



Рис. 3.9. Схема пропорционального проточного газоразрядного детектора

В проточном счетчике газовая смесь из специального баллона постоянно протекает через камеру счетчика и уносит накапливающийся ионный заряд. В проточных счетчиках постоянство коэффициента газового усиления может сохраняться при очень высоких загрузках (>  $10^5$  фотон·мм<sup>-2</sup>·c<sup>-1</sup>).

Фотоэлектронная эмиссия с катода — еще одно явление, свойственное пропорциональному счетчику и отрицательно влияющее на его рабочие характеристики. Этот эффект связан с неизбежным образованием при вторичных столкновениях возбужденных атомов, которые, возвращаясь в стабильное состояние, испускают ультрафиолетовое излучение с энергией фотонов, почти всегда превосходящей работу выхода электронов с поверхности катода детектора. Фотоэлектроны, вырванные с поверхности катода этими УФ фотонами, также движутся к аноду, образуя лавинные серии, которые присутствуют в сигнале детектора в виде последовательно затухающей цепочки импульсов (собственный шум счетчика от фотоэлектронной эмиссии), отстоящих друг от друга на время дрейфа электронов от катода к аноду и усложняющих картину разряда. Эффект фотоэлектронной эмиссии может вполне успешно подавляться с помощью добавки многоатомных газов к основному рабочему газу.

Надо сказать, что состав, давление и состояние рабочего газа являются основными факторами, определяющими характеристики пропорциональных счетчиков, такие как эффективность регистрации, коэффициент усиления, максимальная загрузка (временное разрешение) и спектральное разрешение. Газовая смесь для обеспечения наибольшей эффективности детектирования должна иметь высокое сопротивление в отсутствие облучения, обеспечивать достаточно высокие ударные ионизационные потери энергии заряженных частиц (~ 2 кэВ/см), минимальное сечение захвата электронов атомами газа, гасящие свойства при развитии электрон-фотонной лавины. Этим требованиям удовлетворяют смеси инертных газов (Ar, Kr или Xe) с углеводородами (метаном или бутаном) или с CO<sub>2</sub>. Добавки больших молекул в инертный газ повышают коэффициент газового усиления и подавляют отрицательный эффект фотоэлектронной эмиссии с катода. Для наполнения пропорциональных счетчиков, применяемых для регистрации рентгеновских лучей, чаще всего используют смесь Ar (70–90%) и CH<sub>4</sub> или C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> (10–30%)<sup>1</sup>. Добавка этана позволяет увеличить коэффициент газового усиления наполненного Ar от 10<sup>4</sup> до 10<sup>6</sup>.

Большие M могут привести к электрическому пробою счетчика. Вероятность пробоя снижается с помощью гасящих примесей, которыми служат все те же органические газы (метан, пропан, изобутан, этиловый спирт, метилаль и т. п.), обладающие большим сечением фотопоглощения, диссоциации и передачи возбуждения сложной молекуле. Добавка органического газа стабилизует процесс газового усиления в широком диапазоне напряжений счетчика  $V_0$ , хотя для получения требуемого M в присутствии этих добавок напряжение приходится повышать. На газовое усиление и эффективность пропорционального счетчика сильно влияет чистота инертного газа от примесей, таких как  $O_2$ ,  $H_2O$  и галогены, которые поглощают электроны.

Пропорциональные газовые детекторы обладают малым шумом (10–15 имп/мин), довольно малым мертвым временем ( $\sim 10^{-5}$  с), высокой эффективностью детектирования и часто применяются для измерений на длинах волн от 1,5 до 2,5 Å в рентгеновских дифрактометрических и спектрометрических установках. На принципе пропорционального газового счетчика построен целый ряд очень интересных координатных детекторов (см. далее).

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) При необходимости увеличения спектрального разрешения иногда аргон, потенциал ионизации атома которого составляет 29 эВ, заменяют ксеноном, обладающим более низким потенциалом ионизации (22,5 эВ), хотя это удорожает счетчик.

Эффективность пропорционального счетчика, наполненного аргоном, для рентгеновских квантов с энергией в диапазоне 10–20 кэВ обычно превышает 80%, а для получения высокой эффективности регистрации рентгеновского излучения с энергией выше 20 кэВ необходимо наполнение счетчика ксеноном.

Максимальная скорость регистрации (загрузка) газоразрядного пропорционального счетчика зависит от давления и состава газовое смеси, а также от толщины анодной проволоки  $r_a$ . При больших скоростях регистрации происходит ослабление электронной лавины нерелаксировавшим пространственным зарядом от предыдущей лавины, который уменьшает амплитуду импульса и препятствует увеличению скорости счета. При коэффициентах газового усиления  $M = 10^4 \div 10^5$  максимальная скорость счета обычно составляет  $10^5 \div 10^6$  с<sup>-1</sup>.

Преимуществом пропорционального газоразрядного счетчика по сравнению с другими детекторами рентгеновских лучей является то, что для него практически нельзя указать интервал времени, в котором он вообще бы не реагировал на излучение. Это обстоятельство позволяет использовать пропорциональные счетчики для детектирования излучения высокой интенсивности. При этом в случаях, когда электроника не успевает считать отдельные импульсы, еще остается возможность измерять средний ионный ток с помощью интегрирующих схем и по нему оценивать интенсивности потока квантов.

Долговечность пропорционального счетчика ограничена «старением», которое возникает из-за осаждения и полимеризации органических соединений на поверхности анодной проволочки (Алексеев, Круглов, Хазинс, 1982). Старение заметно после попадания примерно 10<sup>16</sup> электронов на 1 мм длины проволочки.

*Амплитудное* (т.е. энергетическое) *разрешение* пропорционального счетчика определяется соотношением

$$\left(\frac{\Delta A}{A}\right)^2 = \left(\frac{\Delta n}{n}\right)^2 + \frac{1}{n}\left(\frac{\Delta M}{M}\right)^2,\tag{3.5}$$

где  $\Delta n$  — флуктуации числа электронов,  $\Delta M$  — флуктуации газового усиления от каждого электрона. При регистрации мягких  $\gamma$ -квантов ( $E_{\gamma} = 5-6$  кэВ) в пропорциональном счетчике достигается разрешение ~ 12-15 % при коэффициенте газового усиления  $M = 10^2 - 10^3$ . При  $\dot{M} < 10^2$  разрешение ухудшается из-за уменьшения отношения сигнал/шум. При высоком коэффициенте газового усиления  $(M > 10^3)$ начинает проявляться накопление положительного заряда вблизи проволочки анода, что ухудшает амплитудное разрешение. Статистические флуктуации количества первичных электрон-ионных пар и флуктуации коэффициента газового усиления размывают амплитуду импульсов детектора примерно одинаково, и поэтому в одинаковой степени ухудшают энергетическое разрешение пропорционального счетчика. Большое влияние на энергетическое разрешение оказывают стабильность высокого напряжения на счетчике и чистота газа. Обычно высокое напряжение приходится поддерживать с точностью  $\leqslant 0,05$  %. Наличие в инертном газе даже малого количества (< 0,1%) примеси электроотрицательных молекул, таких как  $H_2O$ , CO,  $O_2$ , С<sub>2</sub> и т. д. приводит к значительному ухудшению энергетического разрешения, так как амплитуда импульса становится зависимой от места образования первичных электронов из-за их «прилипания» к примесным молекулам. Переход к инертному газу с более низким потенциалом ионизации (например, от Аг к Kr), а также добавки некоторых газов с потенциалом ионизации меньше потенциала ионизации основного газа, могут приводить к уменьшению средней энергии, затрачиваемой на образование ионно-электронной пары, а следовательно к улучшению спектрального разрешения.

8 Г.В. Фетисов

Ухудшение энергетического разрешения счетчика может происходить также из-за конструктивных несовершенств, создающих искажения в распределении электрического поля вблизи анода (эффект аналогичный нестабильности высокого напряжения). Например, отклонения радиуса анодной нити по длине порядка  $\Delta r_{\rm a} \sim 1$  мкм могут вызывать разброс амплитуд сигнала  $\sim 50$ %. В среднем пропорциональные газоразрядные счетчики имеют спектральное (амплитудное разрешение) в области мягких рентгеновских лучей  $\Delta E/E \ge 15$ %.

Пропорциональный газонаполненный счетчик по своей конструкции намного проще и дешевле большинства других пропорциональных счетчиков фотонов и обладает рядом существенных достоинств. Например, он способен работать в области низких энергий гамма-квантов ( $\sim 0.2 ext{ k}$ эВ), где полупроводниковый детектор неприменим. По сравнению со сцинтилляционным детектором пропорциональный счетчик имеет лучшее энергетическое разрешение, меньшие шумы, нечувствителен к магнитному полю и хорошо работает в диапазоне температур от 10 до 10<sup>3</sup> К, а также не выходит из строя при кратковременных перегрузках яркими пучками фотонов. Как спектрометр, по своему энергетическому разрешению газонаполненные пропорциональные счетчики уступают полупроводниковым детекторам (см. далее), однако благодаря своей простоте и надежности, а также низкому шуму они достаточно часто применяются в установках, где не требуется высокого энергетического разрешения. Кроме того, принцип пропорционального газоразрядного счетчика используется при разработке координатно чувствительных одномерных и двумерных детекторов, которые находят широкое применение в рентгеновской дифрактометрии, как на синхротронном излучении, так и на лабораторных дифрактометрах с рентгеновскими трубками (см. далее).

**3.2.1.3. Полупроводниковые детекторы.** Наконец, надо хотя бы кратко упомянуть об очень интересном типе ионизационных детекторов, применяемых в современной рентгеновской спектрометрической аппаратуре, — о полупроводниковых детекторах (ППД). Хотя ППД пока не способны работать с такими мощными потоками фотонов, которые имеют место при измерениях на СИ, они интересны тем, что обладают самым высоким энергетическим разрешением среди известных сегодня детекторов рентгеновских лучей и способны работать, как самостоятельные спектрометры при рентгеноспектральном анализе, и часто применяются для этой цели на практике.

Полупроводниковые детекторы по принципу преобразования ионизирующего излучения в регистрируемый электрический аналог относятся к группе *твердотельных ионизационных камер*, т. к. действуют за счет ионизации в твердой полупроводниковой среде. Твердотельная ионизационная камера, как и ее газоразрядный аналог, строится по типу конденсатора, но с твердотельным рентгеночувствительным изолятором между электродами.

Требования к твердотельному чувствительному элементу должны быть примерно такими же, как к рабочей смеси газоразрядного детектора. Главными из них должны быть: отсутствие проводимости без облучения ионизирующим излучением (малый *темновой ток*, а следовательно высокое удельное сопротивление чувствительного элемента, например,  $\rho > 10^{10}$  Ом·см); высокая эффективность преобразования энергии ионизирующего излучения в пары носителей заряда; время жизни неравновесных зарядов и их подвижность в материале детектора должны быть достаточны для их сбора на электродах; в материале не должно содержаться большого количества примесных центров, которые приводили бы к захвату носителей заряда, образующихся при ионизации. По величине удельного сопротивления для твердотельных детекторов можно было бы использовать диэлектрики, но подвижность заряда в них слишком

226

мала, чтобы создавать детекторы большого объема, обеспечивающие достаточную эффективность регистрации <sup>1</sup>).

По подвижности и времени жизни зарядов, а также по энергии ионизации и степени очистки в качестве материала для твердотельных детекторов больше всего подходят полупроводниковые монокристаллы, хотя их сопротивление даже при высокой степени очистки от примесей оказывается ниже требуемого для обеспечения малого темнового тока. Правда, в последнее время разработаны методы очистки Si и Ge до состояния, близкого к собственной проводимости (для Ge разностная концентрация p - n-примесей составляет  $2 \cdot 10^{-10}$  см<sup>-3</sup>). На этой основе созданы так называемые полупроводниковые детекторы *проводящего типа*, например, HPGe-детекторы (high purity Ge), устроенные точно по типу конденсатора, между обкладками которого зажат полупроводниковый монокристалл. Для спектрометрии рентгеновских лучей и  $\gamma$ -квантов с энергией  $E_{\gamma} < 100$  кэВ используются подобные детекторы с кристаллом высокочистого кремния.

Чувствительным элементом полупроводникового детектора с электронно-дырочным переходом является слой p - n перехода, искусственно создаваемый в кристалле полупроводника<sup>2</sup>), который обеднен носителями заряда и имеет на несколько порядков более высокое сопротивление по сравнению с остальным объемом кристалла. Однако, нормальная толщина (p - n) перехода очень мала (меньше 1 микрона) и рентгеновские фотоны пролетают эту область, не успевая полностью потратить свою энергию. То есть, такой чувствительный элемент обладает крайне малой эффективностью детектирования. Для увеличения толщины чувствительной области на (p - n) переход подают напряжение смещения в направлении противоположном направлению электронной проводимости, которое отталкивает от него носители заряда и увеличивает толщину обедненного слоя в несколько десятков раз. Эта область и служит чувствительным элементом, тогда как остальной объем кристалла к ионизирующему излучению нечувствителен и является «мертвым» слоем детектора, образующим «входное окно» ППД (см. рис. 3.10).

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Известны успешные попытки создания твердотельных детекторов на кристалле алмаза. Но из-за низкой подвижности зарядов толщина чувствительной области таких детекторов очень мала (менее 300 мкм), а следовательно и мала эффективность регистрации. Кроме того, пока не удается получать прозрачные монокристаллы алмаза высокого совершенства и большого объема, которые необходимы для изготовления детектров с хорошей эффективностью детектирования.

 $<sup>^2</sup>$ ) Электронно-дырочный переход (p-n) переход создается искусственно, путем внедрения в полупроводниковый монокристалл атомов элементов с проводимостью противоположного типа. Таким образом изготавливаются полупроводниковые диоды, которым, по сути, и является чувствительный элемент ППД. В зависимости от способа создания (p - n) перехода различают поверхностно-барьерные, диффузионные и ионно-легированные полупроводниковые детекторы. В поверхностно-барьерных ППД переход создается нанесением на поверхность полупроводника металла испарением в вакууме. Таким образом при высоких значениях сопротивления полупроводника и при подаче на полученный диод высокого напряжения смещения (противоположного направлению проводимости) можно обеспечить полное обеднение полупроводникового кристалла носителями и получать детекторы с чувствительной областью, равной всей толщине пластинки полупроводника, вплоть до 2-3 мм. В диффузионных ППД переход создается путем диффузионного внедрения донорных атомов, если используется полупроводник с проводимостью *p*-типа, или акцепторных атомов для полупроводника *n*-типа. В ионно-легированных ППД переход создается внедрением примесных атомов в кристалл при облучении его пучком ионов. Обычно внедряется бор в полупроводник n-типа и фосфор в полупроводник р-типа.



Рис. 3.10. Схема полупроводникового детектора с электрон-дырочным переходом. Регистрирующая электроника детектора на схеме не показана

ППД состоит из слоя полупроводника с нанесенными на него с обеих сторон металлическими электродами, на которые подается напряжение смещения (рис. 3.10). При попадании частицы или ү-кванта в полупроводник в нем в результате ионизации образуются неравновесные носители заряда — электроны и дырки, которые под воздействием электрического поля перемещаются к электродам. В результате в электрической цепи, соединенной с детектором, возникает импульс тока, который преобразуется внешней цепью в импульс напряжения, амплитуда которого пропорциональна энерговыделению частицы или фотона в полупроводнике. Энергия Ео образования электрон-дырочной пары строго фиксирована и является физической характеристикой каждого конкретного полупроводникового материала. В полупроводниках ее величина составляет всего несколько электронвольт  $(E_0 \approx 3.6 \text{ эВ для Si или } 2,98 \text{ эB для Ge}),$  тогда

как энергия образования ион-электронной пары в газе достигает нескольких десятков электронвольт (см. табл. 3.3).

Благодаря низкой энергии образования электрон-дырочных пар, полупроводниковый детектор имеет гораздо более высокую разрешающую способность по энергии фотонов, чем газовые счетчики. Энергетическая разрешающая способность полупроводникового детектора обычно составляет около 2%, то есть около 160 эВ на излучении с энергией 8 кэВ, что в 15 раз лучше, чем разрешение сцинтилляционного счетчика и в 7–10 раз лучше пропорционального газоразрядного счетчика. В качестве примера в табл. 3.4 приведена разрешающая способность некоторых полупроводниковых детекторов, применяемых для регистрации рентгеновских лучей.

По своим характеристикам полупроводниковые детекторы являются почти идеально пропорциональными счетчиками <sup>1</sup>). Благодаря столь высокой разрешающей способности, они могут работать в качестве самостоятельных энергодисперсионных рентгеновских спектрометров или вырезать узкую «моноэнергетическую» полосу из сплошного рентгеновского спектра без использования кристалл-монохроматора. С их помощью можно получать даже дифрактограммы от кристаллических образцов на полихроматическом излучении (для чего больше всего подходит синхротронное излучение) в энергетической шкале без углового сканирования (так называемая, энергодисперсионная дифрактометрия) <sup>2</sup>), что позволяет сильно упростить механическую конструкцию рентгеновского дифрактометра и сократить длительность рентгеноструктурных экспериментов. Конечно, точность определения межплоскостных расстояний по таким дифрактограммам существенно ниже той, которая получается в дифрактометрах с дисперсией по углам, так как для измерения межплоскостных расстояний с точностью  $10^{-3} - 10^{-4}$  Å требуется спектральное разрешение порядка

<sup>&</sup>lt;sup>1)</sup> Идеальная пропорциональность ППД является следствием того, что в нем нет механизма внутреннего усиления и строго фиксирована энергия образования электрон-дырочной пары. Поэтому число неравновесных носителей заряда, образующихся в полупроводниковом кристалле при поглощении фотона и создающих электрический импульс, строго зависит от энергии фотона.

<sup>&</sup>lt;sup>2)</sup> Об энерго-дисперсионной рентгеновской дифрактометрии и ее применениях см. главу 4.

Таблица 3.4. Энергетическое разрешение некоторых полупроводниковых детекторов в единицах полуширины спектральной линии (FWHM — ширина пика на полувысоте) для рентгеновских фотонов с энергией 5,9 кэВ.  $E_0$  — энергия образования электрон-дырочной пары. (сведения из статьи Schiekel and Jugelt, 1986)

Кристалл ППД	Рабочий объем площадь [мм <sup>2</sup> ] × толщина [мм]	Разрешение FWHM [эВ] (при $E\gamma=5,9$ кэВ)
$\begin{array}{l} \text{Si(Li)}\\ E_0=3,82  \text{sB} \end{array}$	$12,5 \times 3$ $80 \times 3$ $200 \times 5$	145 160 240
Ge (сверхчистый) E <sub>0</sub> = 2,96 эВ	$25  imes 5 \\ 100  imes 7 \\ 500  imes 10$	145 175 300
Si (нейтронно легированный фосфором)	12,5  imes 0,5	295
$ \begin{array}{c} \mathrm{HgI}_2\\ E_0 = 4,22 \ \mathrm{sB} \end{array} $	$\begin{array}{c} 4 \times 0,4 \\ \\ 4 \times 0,4 \end{array}$	200 (с охлаждением предусилителя) 295 (без охлаждения предусилителя)
$\begin{array}{c} \text{CdTe} \\ E_0 = 4,3  \text{\tiny 3B} \end{array}$	$1 \times 0.4$	1100

20-30 эВ, что пока для ППД недостижимо, но интенсивность дифракционных линий по ним можно определять с хорошей точностью.

Как было отмечено выше, полупроводниковый детектор с (p-n) переходом имеет очень тонкую чувствительную область и, как результат, низкую эффективность детектирования. Для борьбы с этим недостатком в технологии производства полупроводниковых детекторов в последние несколько десятилетий применяется способ искусственного расширения обедненной носителями заряда области с помощью введения в полупроводник специальных центров захвата носителей заряда. Существенное увеличение чувствительной области в ППД может достигаться за счет компенсации проводимости исходного материала до собственной (i) проводимости с помощью дрейфа атомов Li к зоне p-n перехода. Компенсация заключается в том, что в полупроводник методом диффузионного насыщения вводят атомы лития, создающие вблизи электронно-дырочного перехода слой из центров захватывающих электроны. Таким способом можно получать кристаллы кремния и германия с нужными характеристиками и большой толщиной чувствительного слоя, способные полностью поглощать рентгеновское излучение. Такие детекторы широко применяются в рентгеновской спектрометрии. Счетчики, созданные на их основе, называются литий-дрейфовыми и обозначаются Si(Li) и Ge(Li). На основе компенсационно легированных полупроводников созданы ППД с толщиной чувствительной области до W = 10-15 мм и с объемом V = 100-150 см<sup>3</sup>. Однако, литий, используемый для компенсационного легирования, имеет самый малый размер атома из всех металлов и обладает чрезвычайно высокой диффузионной подвижностью в Ge и Si при комнатной температуре. Чтобы избежать быстрой деградации литий-дрейфовых детекторов вследствие «разбегания» атомов лития из активной зоны детектора, приходится постоянно держать кристалл при низких температурах, где диффузионная подвижность лития становится мала. Для хранения Ge(Li)-детекторов необходима температура жидкого азота, для Si(Li)-детекторов достаточна температура  $(-20) \div (-10)$  °C, хотя для понижения темнового тока тот и другой должны работать при температуре жидкого азота. Несмотря на то, что современные кремний-литиевые детекторы можно

нагревать до комнатной температуры без вреда для полупроводникового кристалла и его защитного покрытия, многократное термоциклирование может создавать термические напряжения между деталями детектора, изготовленными из разнородных материалов, и постепенно приводить к порче детектора из-за смещения электрических контактов и возникновения дефектов в местах соединения и контакта разнородных материалов. Поэтому часто нагревать ППД нежелательно.

Высокая подвижность носителей заряда в германии и кремнии обеспечивает очень быстрый сбор зарядов на электродах ( $10^{-8}-10^{-9}$  с) и, следовательно, высокое временное разрешение полупроводникового детектора, которое почти сравнимо с временным разрешением сцинтилляционного пропорционального счетчика. Однако из-за отсутствия внутреннего механизма усиления заряда, подобного тому, который есть у газоразрядных детекторов, импульсы от полупроводникового детектора слабы и для их надежной регистрации и амплитудного анализа требуется дополнительное усиление внешним малошумящим зарядочувствительным предварительным усилителем.

Недостатком ППД по сравнению, например, с газоразрядным пропорциональным счетчиком, является высокий собственный шум, который обусловлен присутствием собственных носителей заряда даже в самом чистом полупроводнике. Кроме того, акустические шумы могут регистрироваться полупроводниковым детектором, как электрические импульсы, создавая дополнительные ошибки измерения. Преимущества ППД по сравнению с другими детекторами частиц состоит в почти идеальной пропорциональность сигнала энерговыделению  $\Delta E$  частицы в веществе в широком диапазоне энергий (несколько порядков кэВ), малой толщине входного окна, нечувствительности к воздействию магнитных полей, высоком энергетическом разрешении и компактности. Однако реализация этих характеристик требует применения сложных электронных устройств и в большинстве случаев криогенных температур, что существенно удорожает детектор и усложняет работу с ним.

Твердотельные детекторы на pin-диодах. В последние годы, благодаря развитию технологии производства полупроводников, стало возможным изготовление полупроводниковых кремниевых диодов с толстым слоем *i*, обедненным носителями зарядов, так называемых pin-диодов. Типичный планарный pin-диод представляет собой тонкую (толщиной несколько сотен микрон) кремниевую пластину с различным образом сильно легированными сторонами, одна из которых имеет высокую проводимость *n*-типа, другая проводимость *p*-типа, а между этими областями расположен слой полупроводника сильно или полностью обедненный носителями зарядов, т. е. с проводимостью, близкой к собственной *i* проводимости чистого кремния (удельное сопротивление вплоть до 4000 Ом·см). При работе на частотах 10 ÷ 20 МГц *pin*-диод представляет собой линейный резистор, сопротивление которого при прямом смещении  $R_{\rm np}$  значительно меньше, чем при обратном  $R_{\rm oбp}$ , при этом  $R_{\rm np}$  зависит от прямого тока.

*Pin*-диоды являются полупроводниковыми регулируемыми резистивными диодами, которые широко применяются в современных электронных приборах, например, в качестве высокочастотных переключателей, а *pin*-диоды с открытой поверхностью пластины — в качестве фотодиодов. Такие диоды, как правило, имеют толщину *i*-области в пределах 3–30 мкм. Оказывается, обычный *pin*-диод обладает чувствительностью к рентгеновским лучам и может использоваться в качестве рентгеновского детектора.

Современные методы легирования кремния позволяют получать планарные pin-диоды с толщиной *i* слоя до нескольких сотен микрон, которые обладают высокой эффективностью детектирования рентгеновских лучей (см. рис. 3.11). Такие pin-диоды (peнmгeновские диоды) сегодня производятся рядом компаний для использования в качестве детекторов рентгеновского излучения и заряженных частиц. Кремниевые pin-диоды применяются в качестве детекторов, работающих при высокой интенсивности потоков излучения, а также в качестве энергодисперсионных счетчиков квантов, в том числе и позиционно-чувствительных (см. далее *pin-диодные матрицы*). Принцип действия рентгеновского *pin*-детектора аналогичен действию обычного кремниевого фотодиода, за исключением того, что рентгеновские фотоны глубоко проникают в кремний и поглощаются в слое, обедненном носителями зарядов или вблизи от него, а активный базовый слой *i*, обедненный зарядами в *pin-*диоде значительно толще, чем в обычном фотодиоде. Работает *pin*-детектор аналогично рассмотренным выше ППД компенсационного типа, но не содержит лития, поэтому может храниться и использоваться при комнатной температуре и не подвержен деградации со временем.



Рис. 3.11. Зависимость эффективности детектирования *pin*-диодами серии XRB с разной толщиной *i*-слоя и открытым приемным окном (поверхность кремниевой пластины открыта) от энергии рентгеновских фотонов. До энергии ~ 30 кэВ поглощение происходит практически по механизму фотоэффекта, а выше ~ 60 кэВ преимущественно действует эффект Комптона. (рисунок перерисован из «Detection of X-ray and Gamma-ray Photons Using Silicon Diodes» Detection Technology, Inc., Micropolis, Finland, December, 2000, адрес в Интернете http://www.carroll-ramsey.com/tutor1.htm )

Детекторы на *pin*-диодах могут работать, как в режиме интегрирования (измерение интенсивности попадающих в него рентгеновских лучей), так и в режиме счета отдельных фотонов, причем в этом режиме их энергетическое разрешение близко к разрешению рассмотренных выше кремниевых ППД компенсационного типа. Ріпдиод является рентгеновским детектором ионизационного типа, но с подвижностью носителей заряда гораздо более высокой, чем у газонаполненных детекторов этого типа, и поэтому потенциально обладают гораздо более высокой скоростью счета квантов.

Поглощенные рентгеновские фотоны генерируют пары носителей заряда электрон-дырка в обедненном слое. Дырки (положительные заряды) из возникшей пары зарядов под действием электрического поля, направленного через (p - n) переход в полупроводниковом диоде, дрейфуют к аноду, а электроны (отрицательные заряды) к катоду, и таким образом создают ЭДС на контактах диода. Электрическое поле, вызывающее дрейф зарядов, может иметь как внешнюю, так и внутреннюю природу. Оно может возникать в полупроводнике и без приложения внешнего напряжения, а лишь благодаря градиенту концентрации атомов доноров и акцепторов у границы раздела между материалами p-типа и n-типа. Такое собственное напряжение (p - n)

перехода в кремниевых диодах обычно составляет ~ 0,6 В. Иногда для увеличения этого напряжения применяют дополнительное внешнее обратное напряжение смещения. Если диод подключить к внешней цепи с усилителем тока, то образующиеся на аноде и катоде заряды можно измерить через величину электрического тока. Для создания одной свободной электрон-дырочной пары в активном слое кремниевого диода требуется энергия фотона 3,6 эВ, поэтому возникающий при поглощении сигнал строго пропорционален энергии поглощенного фотона и рентгеновский *pin*-диод, подобно ППД, обладает высоким энергетическим разрешением.

Рентгеновские кремниевые pin-диоды являются детекторами, чувствительными к рентгеновским лучам и гамма-излучению, а также к заряженным частицам (альфаи бета-частицам) и могут использоваться в широком диапазоне энергий фотонов (от 2 кэВ до нескольких сотен кэВ). Для прямого детектирования жестких рентгеновских лучей применяются *pin*-диоды с очень толстым активным слоем (200–500 мкм). Такими диодами являются, например, диоды серий XRA, XRB или PDC, производимые финской компанией Detection Technology, Inc. 1), из которых диоды серии XRB специально оптимизированы для детектирования интенсивных потоков жестких рентгеновских лучей. Эффективность детектирования этих диодов (рис. 3.11) зависит от толщины базового *i* слоя диода и достигает <sup>2</sup>) 100% при толщине пластины 300 мкм для фотонов с энергией 10 кэВ и 1% для фотонов с энергией 150 кэВ. При энергиях фотонов выше примерно 60 кэВ их взаимодействие с материалом диода происходит почти целиком через эффект Комптона. Более того, активная область диода находится в электронном равновесии с окружающей средой, т.е. корпусом диода, подложкой, окном, внешним покрытием и т.п. Поэтому комптоновские электроны отдачи, которые создаются рядом с активным объемом диода или на расстоянии достаточно близком, чтобы проникать в нее, тоже детектируются. В результате общая эффективность детектирования при энергиях выше 150 кэВ оказывается почти постоянной (разброс примерно 1%) для широкой области энергий фотонов. Таким образом pin-диод можно рассматривать, как твердотельный аналог ионизационной камеры.

При работе pin-детектора в токовом режиме выходящий из диода ток измеряется непосредственно и с высокой точностью пропорционален потоку фотонов, падающих на диод. Режим интегрирования зарядов и измерения тока обычно используется, когда скорость следования событий очень велика. При работе детектора в импульсном режиме, т.е. в режиме счета фотонов, заряд, созданный каждым поглощенным фотоном, преобразуется в импульс, который затем обрабатывается и регистрируется электронным счетчиком. Надо отметить, что детекторы, измеряющие интенсивности потоков в токовом режиме, намного проще и дешевле счетчиков квантов и по цене могут конкурировать с ионизационными камерами.

Рентгеновские *pin*-диоды имеют также два разных режима работы в зависимости от напряжения смещения, подаваемого на детектор. Это *режим фотопроводимости* и режим выработки фотоэлектричества (*режим фототока*). В режиме фотопроводимости диод должен работать с высоким напряжением смещения. В режиме фототока на детектор вообще не подается никакого напряжения смещения. Одна из особенностей фотодиодов, в том числе и рентгеновских *pin*-диодов, заключается в том, что они «не любят» внешней нагрузки. Поэтому ток от диодных детекторов,

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Detection Technology, Inc. Micropolis, FIN-91100 Ii FINLAND. Страница в Интернете: http://www.deetee.com .

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) Silicon Photodiodes and Charge Sensitive Amplifiers for Scintillation Counting and High Energy Physics Hamamatsu Photonics K.K., Solid State Division, Catalog #KOTH0002E02, June,1993

как правило, измеряют с помощью усилителей напряжения, управляемых током (преобразователей тока в напряжение), которые имеют очень низкое электрическое сопротивление.

В последнее время удалось разработать детекторы на *pin*-диодах, энергетическое разрешение которых вплотную приближается к разрешению ППД компенсационного типа. Например, по данным Detection Technology, Inc. диоды серии XRA с толщиной обедненного *i*-слоя 500 мка обладают разрешением<sup>1</sup>) порядка 200–250 эВ при энергии рентгеновских лучей 5,9 кэВ (для диода XRA 100s-D500 площадью  $10 \times 10$  мм разрешение составляет 590 эВ при энергии 13,95 кэВ). Следует иметь в виду, что хотя энергетическое разрешение детектора определяется разрешением диода, на нее сильно влияет регистрирующая электроника, которая может ухудшать разрешение. Поэтому, если от детектора требуется высокое энергетическое разрешение, то регистрирующая электроника должна строиться так же, как это делается для рассмотренных ранее полупроводниковых детекторов.

При использовании диодов в импульсных детекторах в качестве предусилителя обычно применяют операционные усилители JFET типа (полевой транзистор с p-nпереходом), обладающие очень малым временем восстановления (обычно порядка 1,5 мкс), что делает мертвое время pin-детектора практически независимым от скорости счета до загрузок порядка  $10^5$  с<sup>-1</sup>, что значительно превосходит скорость счета ППД с кристаллами компенсационного типа и предусилителем на обычном полевом транзисторе. Например, специально разработанный для рентгеновской дифрактометрии детектор MOXTEK PF-2500 на *ріп*-диоде с площадью активной области  $2 \times 12$  мм<sup>2</sup> толщиной 300 мкм и термоэлектричечским охлаждением собран в виде датчика, объединяющего в одном корпусе pin-диод и предусилитель на полевом транзисторе<sup>2</sup>). Энергетическое разрешение детектора PF-2500 составляет < 350 эВ на спектральной линии гамма-излучении изотопа Fe<sup>55</sup> (5,9 кэВ), что приближается к разрешению Si(Li) детектора. Но главным преимуществом данного pin-детектора по сравнению с Si(Li) детектором является его способность работать при температурах от 0 до  $30\,^{\circ}\mathrm{C}$  и обеспечивать скорость счета 20 тыс. импульсов в секунду в режиме счета отдельных фотонов, причем во всем диапазоне скоростей счета энергетическое разрешение остается неизменным. Чувствительность детектора зависит от прозрачности окна. У данного детектора окно толщиной 16 мкм изготовлено из специальной фольги DuraBeryllium.

«Рентгеновские» pin-диоды, как и обычные диоды, изготавливаются в полимерном или металлическом корпусе и могут иметь прямоугольную или круглую форму. Размеры диода могут варьироваться от нескольких миллиметров (размер пуговицы от рубашки) до нескольких сантиметров. Для уменьшения собственного шума эти диоды защищены от света и, как правило, снабжаются специальным охранным кольцом, часто применяемым при изготовлении полупроводниковых приборов для снижения токов утечки. В отличие от обычных фотодиодов, у рентгеновских pin-диодов входное окно, закрывающее поверхность диода, может изготовляться даже металлическим, например, из бериллия, поскольку рентгеновские лучи, в отличие от света, обладают проникающей способностью. Возможность изготовления диодов очень малого размера позволяет изготавливать из них матрицы с размерами пикселей в несколько десятков микрон, которые могут работать в качестве позиционно чувствительных детекторов рентгеновских лучей (см. далее).

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Разрешение ухудшается с увеличением площади диода, которая в данном случае соответственно была  $2,4 \times 2,4$  мм<sup>2</sup> и  $5 \times 5$  мм<sup>2</sup>.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) MOXTEK, Inc., Orem, Utah, USA http://www.moxtek.com/detectors/pf2500.htm .

В режиме интегрирования зарядов и измерения фототока скорость счета *pin*-диода, как и у ионизационной газонаполненной камеры, почти не ограничена. Способность рентгеновского *pin*-диода работать в режиме прямого измерения фототока практически без ограничения по регистрируемому потоку фотонов при высокой пропорциональностью между током и интенсивностью потока, слабая зависимость эффективности детектирования от энергии фотонов в диапазоне 3–30 кэВ, высокая радиационная стойкость и малые размеры представляет большой интерес для их применения на пучках синхротронного излучения, где их часто используют вместо газонаполненных интегрирующих ионизационных камер в мониторах положения и интенсивности рентгеновских пучков (см. далее). Как различные рентгеновские детекторы на *pin*-диодах, так и отдельные рентгеновские диоды сегодня серийно производятся многими компаниями <sup>1</sup>).

**3.2.1.4. Сцинтилляционные детекторы.** Сцинтилляционные счетчики относятся к группе радиолюминесцентных детекторов, действие которых основано на преобразовании энергии поглощенного рентгеновского кванта в световые вспышки, которые далее могут конвертироваться в электрические сигналы. В качестве преобразователей рентгеновских фотонов в оптические используются как кристаллические сцинтилляторы, например, NaI, BGO, так и пластиковые или жидкие. Кристаллические сцинтилляторы в основном применяются для регистрации гамма-квантов и рентгеновского излучения, пластиковые и жидкие — для регистрации нейтронов и временных измерений. Большие объемы сцинтилляторов позволяют создавать детекторы очень высокой эффективности.



Рис. 3.12. Схема сцинтилляционного детектора

В отличие от ионизационных камер, в сцинтилляционных детекторах регистрация излучения двухстадийная, поэтому они состоят из двух активных элементов — сцинтиллятора, в котором проходящий рентгеновский квант вызывает световую вспышку, и фотоэлектронного умножителя (ФЭУ), который трансформирует вспышку в электрический сигнал и многократно усиливает его (рис. 3.12). Для регистрации рентгеновских лучей в настоящее время чаще всего применяются детекторы с рентгеночувствительным кристалл-сцинтиллятором NaI(Tl), которые очень эффективно работают в диапазоне рентгеновского излучения от 0,5 до 3,0 Å, хотя существует большое число и других, как неорганических, так и органических сцинтилляторов, в том числе и газовых, которые могут использоваться в рентгеновских детекторах  $^{2}$ . Эти детекторы обладают почти самым высоким временным разрешением ( $\sim 10^{-9}$  с),

<sup>&</sup>lt;sup>1)</sup> См. например, американские компании Carroll & Ramsey Associates (Беркли) — адрес в Интернете http://www.carroll-ramsey.com/welcome.htm ; MOXTEK http://www.moxtek.com/detectors/main.htm , финская компания Detection Technology Inc. http://www.deetee.com .

<sup>&</sup>lt;sup>2)</sup> Сцинтилляторы радиолюминесцентных детекторов принято называть фосфорами.

малым мертвым временем и обеспечивают большую амплитуду сигнала на выходе ФЭУ.

Устроен сцинтилляционный счетчик довольно просто (см. схему рис. 3.12). Пластина кристалл-сцинтиллятора в герметичном кожухе<sup>1</sup>) с прозрачным для рентгеновских лучей приемным окном, закрытым бериллиевой фольгой, через оптический контакт (специальная оптически прозрачная смазка) прижата к прозрачному окну ФЭУ, который подключен к источнику стабилизированного высокого напряжения и к предусилителю-формирователю электрических импульсов. Квант рентгеновского излучения, попадая в кристалл-сцинтиллятор, вырывает из атомов быстрый фотоэлектрон, который, двигаясь в кристалле, сам ионизирует его атомы. При релаксации возбужденные атомы высвечиваются, испуская кванты видимого или ультрафиолетового излучения (в случае NaI(Tl) испускаются УФ фотоны). Вспышка такого излучения состоит из нескольких десятков или сотен фотонов на один поглощенный квант рентгеновского излучения. Преобразование фотонной вспышки в электронный сигнал происходит в электронном фотоумножителе, который имеет фоточувствительный катод и ряд последовательных электродов, обеспечивающих размножение фотоэлектронов, получаемых на фотокатоде. Для того, чтобы сообщить фотоэлектронам кинетическую энергию, достаточную для выбивания новых электронов из размножающих электродов и переноса всего потока электронов к аноду, на ФЭУ подается постоянное напряжение порядка 600-1000 В. Обычно на выходе ФЭУ получается импульс напряжения с амплитудой в десятки милливольт.

Сигнал от регистрации рентгеновского кванта, генерируемый детектором, с предусилителя поступает в широкополосный усилитель и затем в амплитудный дискриминатор-анализатор импульсов. Амплитудный анализатор обрабатывает импульсы, поступающие с широкополосного усилителя, сортируя их по величине. Сцинтилляционный детектор обладает некоторым спектральным разрешением, позволяющим разделять разные гармоники регистрируемых квантов, низким собственным шумом (не более 10 импульсов за 100 с), и позволяет корректно измерять потоки до 10<sup>5</sup> фотон/с без нарушения линейности преобразования энергии кванта в электрический импульс.

В сцинтилляционных детекторах пропорциональность преобразования энергии кванта в электрический сигнал выполняется менее точно по сравнению с газоразрядными пропорциональными счетчиками. Причина заключается в зависимости эффективности конверсии в сцинтилляторе от степени его ионизации рентгеновским излучением. У сцинтиллятора NaI(Tl) эта зависимость пренебрежимо мала в диапазоне энергий от 10 до 10<sup>3</sup> кэВ, что и является причиной того, что в основном именно эти кристаллы используются в детекторах мягких рентгеновских лучей. Кристаллы NaI(Tl) обладают высоким коэффициентом поглощения в области мягких рентгеновских лучей (например, линейный коэффициент поглощения  $\mu = 65.5$  см<sup>-1</sup> для излучения Ag  $K\alpha$ ), а, следовательно, и высокой эффективностью детектирования. Кристалл толщиной 0,5 мм способен поглотить около 96 % излучения, а при толщине 1 мм излучение поглощается в кристалле практически полностью. Длительность вспышки сцинтилляции в этих кристаллах составляет  $25\cdot 10^{-8}$  с, поэтому детекторы на их основе обладают хорошим динамическим диапазоном и малым мертвым временем. Мертвое время сцинтилляционного детектора NaI(Tl) определяется в основном скоростью обработки сигналов электронно-регистрирующей системой.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Кристалл NaI(Tl) — йодид натрия активированный примесью таллия, гигроскопичен и требует защиты от влажного атмосферного воздуха.

Амплитудное разрешение в сцинтилляционных счетчиках составляет 45–55%, что хуже, чем у пропорциональных газоразрядных детекторов, но они обладают значительно более высокой эффективностью преобразования (более 90%) в области рентгеновских лучей с длиной волны 0,5–2,0 Å. Эти счетчики имеют малое мертвое время (1–3 мкс) и без заметных просчетов способны регистрировать интенсивности <sup>1</sup>) до 5  $\cdot$  10<sup>4</sup> имп/с. Сцинтилляционные счетчики в настоящее время являются одними из наиболее совершенных приборов для измерения слабых интенсивностей рентгеновского излучения и находят самое широкое применение в рентгеновской аппаратуре.

3.2.2. Координатные детекторы. Электронные координатные (или позиционночувствительные) детекторы рентгеновских лучей представляют собой измерительные приборы, использующие те же самые принципы измерения интенсивности, что и рассмотренные выше точечные детекторы, и, в этом смысле, обладающие теми же характеристиками, но дополнительно снабженные устройствами для определения пространственных координат регистрируемых квантов. Позиционно-чувствительные детекторы (ПЧД) можно разделить на одномерные или линейные, в которых определяется координата попадания фотона на линию приемного окна детектора (которая может быть как прямой, так и изогнутой), и двумерные детекторы, определяющие координаты регистрируемой частицы на поверхности, которая, опять же, не обязательно должна быть плоской. Подобно рассмотренным точечным детекторам, ПЧД могут быть как счетчиками, работающими в режиме прямого счета квантов, так и интегрирующими аналоговыми детекторами, в которых электрический сигнал является функцией скорости потока регистрируемых фотонов. Достоинством электронных ПЧД, как и электронных точечных детекторов, является то, что их электрические сигналы прямо в процессе измерения могут непрерывно оцифровываться и обрабатываться компьютером. Дополнительной технической характеристикой ПЧД, по сравнению с точечными детекторами, является пространственное разрешение, т.е. точность, с которой в нем могут определяться координаты регистрируемого кванта.

**3.2.2.1. Мозаичные координатные детекторы.** Наиболее очевидным примером электронного ПЧД может служить мозаика из набора маленьких точечных детекторов, которыми могут быть любые из рассмотренных выше типов точечных детекторов. Из элементарных детекторов можно собрать, как линейный, так и двумерный ПЧД, что довольно часто делается на практике (см., например, *pin*-диодные матрицы). Координаты фотона в таком ПЧД определяется по номеру зарегистрировавшего его элементарного детектора. Пространственное разрешение таких детекторов ограничено размером элементов. Кроме того, в них могут быть довольно значительные мертвые зоны в промежутках между соседними элементами.

Следует сказать, что очень высокая интенсивность синхротронного излучения и возможность делать экспериментальные дифракционные установки большими позволяет минимизировать упомянутые недостатки мозаичных детекторов путем увеличения расстояния детектор-образец и, таким образом, повышать угловое разрешение при фиксированном линейном размере элементов мозаики. Однако, при таком увеличении углового разрешения происходит уменьшение интервала исследуемых углов, то есть сужается приемная апертура детектора. Для сохранения широкой апертуры с увеличением углового разрешения путем увеличения расстояния образец-детектор следует увеличивать размер активного окна, что требует добавления большого числа

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Считается, что предельная скорость счета сцинтилляционных детекторов NaI(Tl) может достигать  $2 \cdot 10^6$  с<sup>-1</sup> (см. Thompson A.C., 2001).

элементов мозаики (дополнительных миниатюрных счетчиков) и существенно удорожает мозаичный ПЧД.

Недостатком мозаичного детектора является сравнительно высокая и случайным образом распределенная неоднородность чувствительности, связанная с тем, что все элементарные детекторы не могут иметь абсолютно одинаковые характеристики. Этот недостаток может быть скорректирован путем калибровки распределения чувствительности детектора и последующим введением поправок в результаты измерений.

К неоспоримым достоинствам мозаичных ПЧД следует отнести возможность одновременной независимой регистрации фотонов по всему полю приемного окна (высокая скорость счета), при условии, что каждый элемент мозаики имеет свою собственную электронно-счетную систему. Кроме того для них пространственные координаты всех элементов раз и навсегда фиксированы при изготовлении детектора, тогда как в других типах ПЧД эти координаты приходится определять методом калибровки и они могут меняться со временем.

**3.2.2.2. Многопроволочные двумерные ПЧД.** Двумерные многопроволочные ионизационные камеры 1) довольно широко используются в качестве двумерных рентгеновских ПЧД, в том числе и для измерений на синхротронном излучении. Так же как и рассмотренные выше точечные газоразрядные детекторы, принцип которых применяется в них, многопроволочные газонаполненные детекторы могут быть либо ионизационными камерами, либо пропорциональными счетчиками квантов. Многопроволочные пропорциональные камеры (МПК) относятся к группе детекторов, работающих в режиме прямого счета квантов, то есть такой детектор регистрирует факт попадания в него каждого рентгеновского фотона и его координаты в пределах объема камеры. В МПК механизм регистрации рентгеновского фотона абсолютно такой же, как и в соответствующем точечном детекторе, включая событие первичной ионизации, газовое усиление и все сопутствующие положительные и отрицательные эффекты, но с той разницей, что конструкция МПК позволяет определять координаты точки возникновения электронной лавины в объеме камеры. Для этого в МПК из отдельных проволочек создается множество анодов и катодов (как бы множество отдельных детекторов), а в регистрирующей цепи предусмотрено специальное электронное устройство, которое путем анализа сигналов с детектора определяет координаты места поглощения зарегистрированного кванта (анализатор координат). Принцип кодирования и декодирования координаты события (поглощения фотона) является очень существенной частью любого ПЧД, и их существует довольно много.

Анод и катод в МПК изготавливаются в виде плоскостей состоящих из множества тонких проволок (рис. 3.13). Для увеличения эффективности регистрации и повышения скорости восстановления ионов в детекторе обычно делаются две параллельные катодные плоскости, а между ними устанавливается многопроволочный анод. Для простоты определения координат регистрируемых фотонов катодные плоскости обычно устанавливают так, чтобы их проволочки были взаимно перпендикулярны, как это схематически изображено на рис. 3.13. В зависимости от применяемого принципа кодирования координаты сигнальными проволоками могут быть как анодные, так и катодные электроды.

Простейшим способом определения координат является считывание сигналов с катодных проволочек и определение номера проволочки или группы проволочек, откуда был получен сигнал. Процесс рекомбинации ионов на катодных проволоках сопровождается импульсами тока в тех из них, вблизи которых произошла первичная ионизация. Поскольку фотон на пути через счетчик создает центры ионизации как

<sup>&</sup>lt;sup>1)</sup> Подробнее о применениях МПК на синхротронном излучении см. обзор Lewis (1994).



Рис. 3.13. Принцип построения многопроволочной пропорциональной камеры

около катода X, так и около катода Y, то номера проволок, в которых одновременно зарегистрирован импульс тока, позволяют определить две координаты фотона, если сигнал снимается с катодных проволочек. Импульсы обычно возникают не в одной, а в группе из нескольких проволок, поэтому координаты определяются как центр тяжести по группе проволок, в которых зарегистрирован импульс тока.

Пространственное (координатное) разрешение ПЧД определяется размером элемента изображения <sup>1</sup>), который зависит от физики процесса детектирования. Так в газонаполненных ПЧД точность определения линейных координат электронной лавины, вызываемой поглощенным рентгеновским квантом зависит от размера и положения области первичной ионизации в наполняющем газе, конструкции камеры детектора и связанной с ней электроники. В то же время разрешающая способность детектора по отношению, например, к двум соседним дифракционным рефлексам связана с *угловым разрешением* и может регулироваться путем изменения расстояния образец-детектор. По ряду технических причин в многопроволочном газовом детекторе расстояние между соседними сигнальными проволочками меньше 1 мм сделать трудно <sup>2</sup>), поэтому в случае определения координат фотонов по номерам сигнальных проволок приходится довольствоваться не очень высоким линейным разрешением, а для получения достаточного углового разрешения детектора относить камеру от образца на расстояние не менее 200 мм.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Элемент изображения часто называют «пиксель», что происходит от его сокращенного английского названия (pixel — picture cell element — элемент ячейки изображения).

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) Диаметр проволочек должен быть маленьким (порядка нескольких десятков мкм), чтобы получить высокую напряженность электрического поля и достаточно большой коэффициент газового усиления. Поскольку все проволочки находятся под постоянным потенциалом в несколько сот вольт, то при их сближении сила отталкивания может превысить механическую прочность проволочек или вызвать их искривление.

МПК могут изготавливаться с линейным разрешением от 0,1 мм до 1,0 мм, что не является большой проблемой для получения хорошего углового разрешения при дифракционных и спектрометрических измерениях на синхротронном излучении 1), благодаря его высокой интенсивности и почти идеальной параллельности пучка. Предельная скорость счета МПК, как правило, составляет 0,1-1,0 МГц, хотя по физическому принципу ее можно увеличивать вплоть до 10 МГц. Энергетическое разрешение многопроволочной пропорциональной камеры, как и любого газоразрядного пропорционального детектора составляет 10-30% в зависимости от конструкции, состава и давления газовой среды. Эффективность регистрации, как и у рассмотренных выше точечных пропорциональных газоразрядных счетчиков, лежит в пределах от 10% до 100% для широкого диапазона энергии рентгеновских квантов. МПК довольно широко применяются в рентгеновской технике и выпускаются серийно рядом специализированных фирм. Например, многопроволочные пропорциональные камеры для применения в рентгеновских дифракционных исследованиях серийно производит немецкая компания Сименс. Ее двумерный детектор HI-STAR с диаметром чувствительного окна 11,5 см имеет камеру, наполненную ксеноновой газовой смесью под давлением 4 бар.

**3.2.2.3.** Методы определения координат в ПЧД. Существует ряд методов определения координат регистрируемого рентгеновского фотона, применимых, как в линейных, так и двухкоординатных детекторах. Сигналы от ПЧД, кроме обычной для детекторов информации об интенсивности потока квантов и их энергии, несут определенным образом закодированные сведения о координатах регистрируемых фотонов. В зависимости от конструкции ПЧД применяются следующие типы кодирования: резистивное, дискретное, резистивно-емкостное и временное<sup>2</sup>). Для декодирования позиционной информации, т.е. для определения координаты зарегистрированного кванта, используют следующие параметры коллекторных элементов ПЧД или генерируемых ими сигналов:

a) Номера *j* коллекторных элементов, в цепи которых зарегистрированы импульсы тока с интегральным зарядом превышающим некоторое пороговое значение (дискретное декодирование);

b) Заряды, переносимые импульсами тока в нескольких выходных цепях одного коллектора (аналоговое декодирование, основанное на измерении отношения зарядов);

c) Распределение зарядов q<sub>j</sub> между несколькими коллекторными элементами коллекторной системы (аналоговое декодирование на основе определения центра тяжести зарядового распределения);

d) Задержки появления сигналов в различных выходных цепях одного коллектора (аналоговое декодирование на основе времени измерений);

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Угловое разрешение МПК может быть увеличено посредством увеличения расстояния образец-детектор.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) Резистивное кодирование — когда заряд, попав на протяженный высокоомный электрод, распространяется к его концам и создает на них импульсы напряжения разной величины. Если z является расстоянием до одного из концов электрода общей длиной l, то  $U_1 \sim Q(z)$  и  $U_2 \sim Q(1-z)$ . Резистивно-емкостное кодирование — когда собирающий электрод представляет собой *RC*-цепочку с распределенными параметрами. Информация о координате определяется по длительности фронта импульсов напряжения, созданных зарядом Q на нагрузочных сопротивлениях *RC*-линии. Временнуе кодирование — основано либо на разнице времени движения заряда по линии задержки от места сбора до сопротивления нагрузки линии, либо на разнице времени прохождения света, созданного ионизирующей частицей в протяженном сцинтилляторе.

 е) Задержки появления сигналов в выходных цепях различных коллекторных элементов, обусловленные введением в коллекторную систему специальной линии задержки электрического сигнала (аналоговое декодирование с помощью линий задержки);

f) Задержки появления сигналов в выходной цепи одного или нескольких коллекторных элементов относительно момента ионизации, обусловленные конечной скоростью перемещения (дрейфа) первичного заряда от точки образования до соответствующего коллекторного элемента (аналоговое декодирование на основе измерения скорости дрейфа).

Например, для определения (декодирования) координаты Z электронной лавины от поглощенного фотона вдоль анодных сигнальных проволочек с высоким удельным сопротивлением в газонаполненных МПК часто используют так называемый *метод деления токов* (см. Ситар, 1987), основанный на измерении токов  $I_1$  и  $I_2$  на концах сигнальной проволочки. Токи разделяются соответственно сопротивлениям  $R_1$ ,  $R_2$  участков проволочки по одну и другую сторону от места прохождения частицы:  $I_1/I_2 = R_1/R_2 = (L-z)/z$ , где L — длина проволочки. Предельная точность определения координаты этим методом составляет  $\Delta z/L \sim 1$ %. Координату z можно определять также измерением индуцированного заряда на катодах, которые изготовлены на печатной схеме в виде i штук полосок или площадок шириной 5–8 мм. На каждой полоске измеряется заряд  $Q_i$ , а координата вычисляется как

$$z = \sum_{i} Q_i z_i / \sum_{i} Q_i.$$
(3.6)

Этот метод обеспечивает пространственное разрешение 20-30 мкм.

Резистивно-емкостной метод декодирования координаты фотона применялся в самых первых газонаполненных линейных координатных детекторах. Например, ЛП-ЧД, изобретенный Борковским и Коппом (Borkowsky & Kopp, 1968) для применения в рентгеноструктурных исследованиях, имел один протяженный резистивный анод, изготовленный из кварцевой нити покрытой пиролитическим графитом, а его катодом служил металлический корпус камеры. Детектор в этом случае является конденсатором с емкостью С и в совокупности с резистивной нитью анода, сопротивление которой несравнимо выше сопротивления катода, образует RC- цепочку с постоянной времени au, которая зависит от длины участка анода по которому протекает собранный заряд электронной лавины, если цепь анод-катод замкнуть. Для определения координаты электронной лавины от поглощенного фотона в этом детекторе использовался метод измерения постоянной времени RC-цепочки по нарастанию фронта сигнала на одном из концов анодной нити. Пространственное разрешение первого детектора этого типа составило 0,5 мм на излучении Ад Ка. В дальнейшем для повышения точности и надежности определения координаты электронной лавины в детекторе этого типа был применен метод измерения импульсов на обоих концах анодной нити, дающий возможность сравнивать нарастания их фронтов и по разнице времени нарастания определять координату лавины на аноде (Gabriel & Dupont, 1972). Оба эти метода декодирования страдают тем, что ошибка определения координаты лавины растет по мере ее приближения к концам анодной нити. Кроме того, резистивный анод довольно быстро меняет свои характеристики под рентгеновским излучением, от чего пространственное разрешение и эффективность ЛПЧД со временем падает.

Для определения координат сигнала в ПЧД часто применяю метод временной задержки и сравнения времени движения зарядов. При этом используется электричекая линия задержки. Схема этого метода показана на рис. 3.14.

Линия задержки — это устройство для временной задержки электрических сигналов на постоянное время при достаточно малых искажениях их формы. Обычно



Рис. 3.14. Схема измерения координаты фотона методом линии задержки в линейном координатном детекторе. На выноске *А* приведена принципиальная схема участка линии задержки из трех индуктивно-емкостных ячеек, непосредственно подсоединенных к катоду

линия задержки состоит из ряда последовательно соединенных одинаковых индуктивно-емкостных ячеек. Конструктивно каждая такая ячейка состоит из нескольких витков катушки индуктивности и микроконденсатора и может быть очень малых размеров. Для определения координат сигнала, вызванного поглощением фотона, например, в линейно-координатном газоразрядном детекторе эти ячейки с определенным малым шагом подсоединяются к коллекторному электроду (обычно к катоду) детектора. Чаще всего для задержки на время до 1 мкс применяют электрические линии задержки (*цепочечные линии задержки*) из последовательно соединенных ячеек, состоящих из индуктивностей L и емкостей C. Такие линии можно изготовить, как прямолинейными, так и изогнутыми по нужной кривой. Из каждого элемента линии задержки выводится микроконтакт для подключения к сигнальным электродам детектора.

Задержка сигнала в каждой ячейке обусловлена конечным временем распространения электромагнитных колебаний из-за зависимости их скорости v от индуктивности и емкости  $v = 1/\sqrt{LC}$ . Время задержки сигнала на выходе относительно входного импульса для такой линии оценивается по формуле  $t_3 \approx n\sqrt{LC}$ , где L, C параметры ячеек, n — число ячеек от места входа сигнала до конца линии задержки. Координата фотона определяется по номеру ячейки, зарегистрировавшей соответствующий импульс. В случае, показанном на рис. 3.14 электронные лавины, образующиеся при регистрации фотона собираются тонким анодом, а напротив каждой лавины на протяженном катоде ионами индуцируется положительный заряд. Если катод разрезать на мелкие полоски, чтобы предотвратить сильное размазывание заряда вдоль катода, а к каждой полоске подсоединить отдельную ячейку линии задержки (через конденсатор, чтобы в линии возникал электронный сигнал), то по измерению времени задержки выходного сигнала после линии задержки можно определить номер ячейки, зарегистрировавшей импульс. Индуцированный заряд движется влево и вправо вдоль линии задержки к обоим ее концам. Разность времени прихода заряда к концам линии задержки коррелирует с местом соответствующей электронной лавины на аноде.

Линии задержки выпускаются промышленно в виде сборок с промежуточными отводами (контактами) обычно через промежутки, обеспечивающие задержку порядка 0,1  $t_3$ . Для таких линий типична полоса пропускания сигнала с частотой  $\Delta\omega_{\rm c}\sim 1,5-7~M$ Гц. Метод линии задержки может применяться для определения координат как в линейных ПЧД, так и в многопроволочных камерах.

**3.2.2.4.** Одномерные координатные детекторы. Часто для регистрации рентгеновской картины, обладающей круговой симметрией, например, дифрактограммы порошка, нет необходимости получать двумерное или пространственное изображение, а достаточно ограничиться лишь одним ее сечением. В этом случае удобнее применять линейный позиционно-чувствительный детектор (ЛПЧД), который проще по конструкции, существенно меньше по габаритам и гораздо дешевле, чем двумерный детектор аналогичного типа.

Газоразрядные ЛПЧД могут изготовляться прямолинейными или изогнутыми по радиусу (сфокусированными на образец). В последнем случае рентгеновские лучи от исследуемого образца падают на детектор всегда перпендикулярно и отсутствует параллакс между направлениями рентгеновских лучей и вызываемых ими лавин в детекторе, а следовательно улучшается пространственное разрешение и точность определения координат рефлексов на рентгеновской дифрактограмме. Правда, технология изготовления изогнутых ЛПЧД с непрерывным нитевидным анодом намного сложнее, чем изготовление прямолинейного детектора. Для этого обычно приходится применять резистивные аноды из кварцевой нити, покрытой слоем пирографита и подвешенной на специальных опорах. Такие аноды обладают коротким ресурсом, не говоря о том, что точность их позиционирования и однородность электрического поля вдоль нити анода, а следовательно и точность определения координат с их помощью характеризуется значительными погрешностями.

Технология изготовления пропорциональных изогнутых ЛПЧД с одним протяженным анодом, позволяющая достаточно просто и с высокой точностью изготавливать детекторы практически любой кривизны была предложена в 1983 году в работе Ballon, Comparat and Pouxe, (1983) и в настоящее время широко используется в производстве детекторов французской компанией INEL (модельный ряд детекторов CPS). В этих детекторах вместо стеклянной нити с графитовым покрытием или металлической проволочки анод изготовлен из тонкой (около 40 мкм) стальной полосы, которая может быть изогнута практически по любому радиусу. Прочная изогнутая камера детектора имеет входное окно, закрытое алюминизированной майларовой пленкой толщиной 25 мкм или бериллиевой фольгой (см. рис. 3.15).

На передней и задней стенках камеры расположены медные катодные электроды (соединенные между собой). Между катодами расположен анод в форме изогнутого бритвенного лезвия, изготовленный из тонкой стальной полосы. Полоса анода закреплена между двумя коаксиальными рамками из изолирующего материала. Толщина каждой рамки около 4 мм. В результате рабочий зазор между острием анода и катодными поверхностями получается около 8 мм. Передний катод является сплошной медной полосой изогнутой по внутренней поверхности корпуса камеры коаксиально аноду, а задний изготовлен в виде печатной схемы с медными вертикальными полосами шириной 2 мм, отстоящими друг от друга приблизительно на таком же расстоянии. Декодирование координаты лавины в этом детекторе осуществляется с помощью электронной схемы линии задержки, которая находится снаружи камеры и ячейки которой подключены к полоскам задней части катода. Положение центра тяжести заряда, индуцируемого на катоде при образовании лавин, определяется с помощью считывания через линию задержки. Сигналы от каждого конца линии задержки обрабатываются предуси-

литии задержки оораоатываются предусилителями, дискриминаторами, преобразуются амплитудно-временным преобразователем и позволяют определять координаты электронной лавины с разрешением не хуже 200 мкм. Камера детектора заполнена смесью инертного газа с этаном под давлением, которая обновляется в проточном режиме, чтобы уменьшать накапливающийся при ионизации статический заряд. В зависимости от давления газа высокое напряжение между анодом и катодом может быть от 5 кВ (при 1 атм) до 8 кВ (при 2,5 атм).

Фирма INEL серийно изготавляет несколько моделей детекторов данного типа, отличающихся радиусом фокусировки и размером приемной апертуры (CPS120 апертура 120°, радиус 250 мм; CPS180 радиус 180 мм, апертура 110° и CPS590 радиус 500 мм, апертура 90°). Например, общая длина камеры детектора CPS120 составляет 600 мм, высота приемного окна 5 мм и этот детектор обеспечивает одновременную регистрацию в пределах



Рис. 3.15. Схема конструкции детектора CPS-120. (1) — входное окно детектора, (2) — металлическая полоса анода, (3) газовый объем, (4) — анодные полосы считывания сигнала, (5) — электронная схема линии задержки, (6) — дополнительные электроды катода

апертуры 120° с угловым разрешением  $0,03^{\circ}$  (соответствует линейному разрешению 130 мкм дуги, разница разрешения на концах и в середине приемного окна составляет 10%). Угловое разрешение детектора CPS590 вдвое лучше. Детекторы работают с газовыми смесями аргон-этан или криптон-этан под давлением 6,5 атм. Из-за декодирования координат с помощью линии задержки предельная скорость счета в одном пикселе ограничена величиной  $7 \cdot 10^3$  фотон/с или интегральной интенсивностью  $2 \cdot 10^5$  фотон/с на всю апертуру детектора. Для нормальной работы детекторы снабжены необходимыми электронными устройствами, включая: контроллеры потока и давления газа; источник высокого напряжения; предусилители, усилители-дискриминаторы, процессор координаты, интенсиметр, многоканальный анализатор и соответствующее программное обеспечение, контролирующее калибровку детектора, сбор данных и их первичную обработку, выдачу протокола анализа и графическое представление данных.

Рассмотренные одномерные пропорциональные детекторы изначально разрабатывались для использования в составе лабораторных рентгеновских дифрактометров, поэтому минимизация их размеров была очень важной задачей. Все они являются одноанодными камерами, независимо от метода кодирования координаты. Их общим недостатком стала невысокая скорость регистрации в каждом отдельном канале, что связано со сбором сигналов от всех каналов практически с одного и того же электрода. В экспериментах на синхротронных источниках, как правило, размеры элементов рентгенооптической системы не очень существенны, поэтому можно использовать детекторы довольно больших размеров, если они обеспечивают высокое пространственное и угловое разрешение при высокой эффективности регистрации и высокой скорости счета. Последнее особенно важно. В результате, специально для синхротронных станций стали разрабатываться одномерные быстрые, устойчивые к мощному излучению рентгеновские детекторы высокого разрешения на базе многоэлектродных пропорциональных камер (Aulchenko, Baru, et al., 1998).

Основной частью быстрых координатных газоразрядных детекторов является пропорциональная камера с дрейфовой зоной (рис. 3.8), перекрывающей поглощающий объем детектора <sup>1</sup>)(см. рис. 3.16).



Рис. 3.16. Схема камеры координатного детектора ОДЗ (ИЯФ, Новосибирск). Весь чувствительный объем камеры детектора (затененная область) напротив приемного окна является зоной дрейфа электронов к аноду. Верхний (дрейфовый) катод является сплошным, расположен далеко от анода и служит для создания электрического поля, обеспечивающего дрейф фотоэлектронов первичной ионизации к аноду. Нижний (сигнальный) катод изготовлен в виде печатной схемы, состоящей из множества узких полосок, расположенных веером в направлении источника излучения (исследуемого образца). Расстояние между плоскостью анодных проволочек и плоскостью сигнального катода почти равно радиусу критической зоны лавин ударной ионизации (около 2 мм). Рабочий газовый объем четко ограничен электрическим полем формирующих электродов (катодными сетками). (Aulchenko, Bukin et al., 1998)

<sup>1</sup>) Координатные газонаполненные детекторы с дрейфовой зоной, перекрывающей рабочий объем камеры, активно разрабатываются в ИЯФ им. Будкера (Новосибирск), см., например, обзор: Aulchenko, Baru et al., (1998).

В таких детекторах весь газовый объем напротив приемного окна камеры представляет собой зону дрейфа<sup>1</sup>) ионов и электронов первичной ионизации к коллекторным электродам. Объем этой зоны четко ограничен электрическим полем катодных сеток и ее размер в вертикальном направлении сравним с высотой приемного окна (5-10 мм), тогда как глубина в направлении хода рентгеновских лучей может составлять от нескольких десятков мм до десятков сантиметров, чтобы обеспечить высокую вероятность поглощения квантов. Зона электронных лавин газового усиления с анодными проволочками находится за границей приемного окна, так что рентгеновские лучи на анодные проволочки не попадают и не повреждают их. Анод состоит из множества натянутых проволочек, которые составляют анодную плоскость и, в зависимости от конструкции детектора, могут располагаться, как по длине приемного окна, подобно варианту рис. 3.16, так и вдоль направления падающих лучей. Катод, как правило, делается в виде печатной схемы с узкими полосками электродов, направленными вдоль хода рентгеновских лучей (веером, сфокусированным на образец), чтобы исключить ошибки параллакса при определении координат фотонов. Электроны, образующиеся в результате фотоэффекта, дрейфуют через проволочную катодную сетку, формирующую поле, к проволокам анода, где происходит лавинное усиление. Координаты лавины измеряются по распределению заряда, индуцируемого на полосках сигнального катода. Номер полосы с максимальной амплитудой, амплитуды от двух соседних полос A(n-l), A(n+l) и сигнал времени от внешнего таймера передаются в процессор выбранных событий. По этим данным процессор определяет координаты и энергию фотона (Aulchenko, Baru et al., 1995).

Еще более высокая эффективность регистрации и пространственное разрешение достигается, когда и анодные, и катодные проволочки МППК фокусируются на образец. Принцип такой многопроволочной одномерной пропорциональной камеры реализован в позиционно чувствительном детекторе 1D-160 с приемной апертурой 160°, разработанном в ИЯФ СО РАН (Новосибирск) для порошковой дифрактометрии высокого разрешения на СИ (Babichev, Baru et al., 2001). В этом детекторе, как и в предыдущем случае, дрейфовая зона тоже охватывает весь чувствительный объем. Устройство камеры схематически показано на рис. 3.17.



Рис. 3.17. Поперечное сечение газовой камеры 1Д-160. 1 — керамическая рамка с многопроволочной структурой, 2 — двухслойная крышка, 3 — плита основания, 4 — устройство вывода сигнала. (рисунок заимствован из статьи Babichev, Baru et al. (2001))

Провода анода и верхний катод для уменьшения параллакса направлены к образцу. Для получения достаточно высокой эффективность детектирования рентге-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) О зонах в газоразрядном детекторе см. схему рис. 3.8.

новских лучей, длина проволок составляет 50 мм. Шаг между проволоками анода и катода равен 1,2 мм. Общее количество анодных проволок составляет 2304 штук. Расстояние от образца до детектора (радиус фокусировки) равно 1 м. Следовательно, при ширине канала 1,2 мм угловое разрешение равно 1,  $2 \cdot 10^{-3}$  рад (или 4'). Изменение разрешения по апертуре составляет примерно 13%. Электронный канал каждой проволоки анода состоит из усилителя-дискриминатора, формирователя и счетчика импульсов, т. е. данная МППК является как бы набором отдельных пропорциональных газоразрядных счетчиков. Максимальная скорость счета в канале равна 1 МГц ( $10^6$  фотон/с) при интегральной скорости 3,3 ГГц ( $3,3 \cdot 10^9$  фотон/с). При такой высокой скорости счета детектор может работать в режиме покадровой съемки и применяться для дифракционных измерений с разрешением по времени. Для работы покадровым методом имеется специально отведенная память на 8000 кадров. Минимальное время загрузки одного кадра составляет 10 мкс. Мертвое время между кадрами равно 1 мкс.

Рабочей смесью детектора служит газовая смесь Xe+20%CO<sub>2</sub> при давлении 1 атм с протоком газа через камеру в случае работы с рентгеновскими лучами от 5 до 20 кэВ, или 3 атм при работе в диапазоне энергий от 20 до 80 кэВ. В области мягких рентгеновских лучей эффективность детектирования фотонов при этом составляет 50–90%. Детектор обладает свойственным для пропорциональных газоразрядных счетчиков энергетическим разрешением (около 20%), которое реализуется его счетно-измерительной системой. Детектор имеет внушительные размеры: длина по внешнему радиусу составляет около 3 метров и вес около 50 кг, что, однако, не мешает его применению в дифрактометрических установках на пучках СИ.

Координаты лавины, возникающей при поглощении фотона, в случае обоих рассмотренных выше детекторов измеряются по распределению заряда, индуцируемого на полосках сигнального катода. Номер полосы с максимальной амплитудой, амплитуды от двух соседних полос A(n-l), A(n+l) и сигнал времени от внешнего таймера передаются в процессор выбранных событий. По этим данным процессор определяет координаты и энергию фотона, как и в работе (Aulchenko, Baru et al., 1995), но используется алгоритм определения координаты, позволяющий находить координату с точностью до долей ширины сигнальной полосы. Особенность применяемого метода определения координат в некоторых случаях позволяет существенно повышать пространственное разрешение. Например, угловое разрешение детектора 1D-160 можно увеличить в 10 или даже 100 раз, если провести шаговое сканирование промежутка между проволоками посредством механического перемещения детектора в процессе измерения дифракционной картины. Для улучшения углового разрешения используется коллиматор на входном окне шириной  $50~\mu$ м напротив каждого провода анода. Все изображение получается при сканировании детектором вместе с коллиматором в пределах угла 4'. В этом случае разрешение достигает 5 · 10<sup>-5</sup> рад (или 10"), т.е. возрастает в 24 раза.

**3.2.2.5. Координатно чувствительные ионизационные камеры.** Очень важным для работы с синхротронным излучением типом координатно чувствительных газонаполненных детекоров являются ионизационные камеры. Свойства синтхротронного излучения, в частности импульсная природа и сравнительно невысокая по сравнению с рентгеновскими трубками стабильность пространственного положения пучков, а также изменение интенсивности при изменении длины волны рентгеновских лучей с помощью монохроматоров, требуют экспериментального определения интенсивности и положения пучка перед подачей его на образец, исследуемый в пользовательской экспериментальной установке. Однако, такие измерения на синхротронных пучках выполнить не просто. Даже после монохроматизации яркость пучка фотонов из поворотных магнитов современных накопительных колец (см., например,

рис. 2.17) превышают 10<sup>14</sup> фотон/(с·мм<sup>2</sup>·мрад<sup>2</sup>), а из ондуляторов она еще на 4 порядка выше. С регистрацией таких интенсивностей не способны справиться никакие из современных рентгеновских детекторов, за исключением ионизационных камер, работающих в режиме регистрации интегрального потока и неограниченные по скорости счета. Поэтому именно ионизационные камеры используются для контроля интенсивности пучков рентгеновских лучей, падающих на образец в измерительных установках.

Как было сказано выше, ионизационная камера обычно изготавливается в виде плоского конденсатора, в котором диэлектрической средой между электродами служит какой-либо газ или газовая смесь. Камера имеет прозрачные для рентгеновских лучей окна, для входа и выхода пучка рентгеновских лучей. Рентгеновские лучи, проходящие между электродами камеры ионизируют газ и под действием напряжения смещения через камеру протекает ионизационный ток, величина которого пропорциональна интенсивности потока фотонов. При этом в рабочей среде камеры поглощается лишь малая часть фотонов проходящего пучка, а сам пучок не попадает на электроды детектора. Благодаря этому, во-первых, проходящий через ионизационную камеру пучок почти не ослабляется и может далее использоваться в экспериментах, а детектор практически не страдает от радиационного повреждения рентгеновскими лучами. Поэтому ионизационные камеры широко применяются в качестве мониторов интенсивности пучков рентгеновских лучей в экспериментах на синхротронном излучении.

Теперь, когда мы знакомы с принципом действия газонаполненных МПЧД, понятно, что очевидным способом создания позиционно чувствительной ионизационной камеры является является изготовление ее сигнального электрода в виде печатной схемы, состоящей из множества тонких ламелей, направленных вдоль пути пучка через камеру. Этот способ реализован, например, в разработанной в середине 1980-х годов в ИЯФ СО РАН (Новосибирск) сфокусированной многоэлектродной однокоординатной ионизационной камере МИК (Aulchenko, Baru, Dubrovin et al., 1998). Сигнальный электрод этой камеры состоит из 1024 полосок выполненных методом травления, расположенных с шагом 0,4 мм. Каждая из полосок имеет длину 60 мм и направлена на точку фокусировки. Все полоски соединены в 16 групп по 64 канала в каждой группе, а группы подсоединены к отдельным модулям электроники, которые выполняют сбор зарядов с конденсаторов и считывание данных в аналоговой форме. На сплошной электрод смещения подается положительный потенциал 2000 В. Зазор между сигнальным электродом и электродом смещения равен 4 мм, а мертвая зона между входным окном и электродами составляет 3 мм. Детектор заполняется чистым ксеноном под давлением 10 атмосфер. Вертикальный зазор входного коллиматора равен 0,4 мм. Детектор работает в режиме насыщения. Пространственное разрешение МИК достигает 0,2 мм вдоль по плоскости сигнального электрода и ограничивается размерами полосок сигнального электрода, а также переходными процессами, происходящими между ними при накоплении зарядов. Многоэлектродная ионизационная камера МИК работает в режиме накопления заряда (а не счета отдельных квантов, как пропорциональные счетчики) и поэтому не имеет ограничения по скорости счета, что позволяет применять ее для измерения как пространственного положения, так и интенсивности монохроматизированных пучков рентгеновских лучей.

Другая, менее очевидная, но более простая и эффективная конструкция позиционно-чувсутвительных ионизационных камер, возникла в результате исследования свойств ионизационных камер. Экспериментально было установлено (Koyama et al., 1989), что величина заряда, накапливаемого на сигнальном электроде обычной ионизационной камеры чувствительна к размерам, форме и пространственному положению пучка рентгеновских лучей, проходящего через активный объем камеры. Опыты с ионизационной камерой с разрезанными электродами рис. 3.18 показали (Koyama et al., 1989), что с помощью такой камеры можно с микронной точностью определять вертикальное положение пучка рентгеновских лучей, одновременно



Рис. 3.18. Принципиальная схема эксперимента по определению влияния положения измеряемого пучка на сигнал отклика ионизационной камеры. Электроды камеры диагонально разрезаны пополам и пары этих половин образуют две параллельные независимые камеры. При вертикальном смещении узкого пучка рентгеновских лучей, проходящих через камеру, меняется рабочая длина камер и соответственно величины сигналов A1 A2. Разница показаний прямо связана с вертикальным положением пучка в данной комбинированной камере. (Коуата et al., 1989)

измеряя его интенсивность.

Данная идея была использована для разработки координатно чувствительных ионизационных камер, которые сегодня широко используются в качестве мониторов положения поучков синхротронного излучении. В этих мониторах, представляющих собой плоскую ионизационную камеру, внешне полностью похожую на обычные ионизационные камеры, сигнальный электрод (чаще всего катод) делается раздельным. Обычно, прямоугольный коллекторный электрод разрезается по диагонали, а электрод смещения остается сплошным. Получающиеся при этом изолированные друг от друга треугольные коллекторные электроды работают независимо. Такая камера при прохождении через ее объем рентгеновского пучка выдает два сигнала ионизационного тока *A*<sub>1</sub> и *A*<sub>2</sub>, величина которых зависит от смещения положения пучка. Если пучок проходит точно по оси камеры, то эти сигналы равны. Величина (А1 – А2) пропорциональна смещению пучка относительно оси камеры,

а величина (A<sub>1</sub> + A<sub>2</sub>) дает информацию об интегральной интенсивности пучка. Чтобы уменьшить зависимость от интенсивности, для определения положения

пучка используется нормализованная разность сигналов  $(A_1 - A_2)/(A_1 + A_2)$ . Такими образом данный простой прибор одновременно дает информацию об интенсивности и пространственном смещении пучка в одном направлении (параллельно плоскостям электродов). Пространственная чувствительность подобного детектора достигает субмикронного уровня, а реальная точность измерения положения пучка с его помощью составляет несколько микрон (3–5 мкм). Ионизационные камеры с диагонально разрезанным сигнальным электродом для мониторинга пространственного положения монохроматизированных пучков СИ выпускаются серийно<sup>1</sup>).

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) ORDELA, Inc., 1009 Alvin Weinberg Drive, Oak Ridge, Tennessee 37830 USA. Ионизационная камера ORDELA Model 4420X имеет электрод смещения (анод) шириной 1,5 см и длиной 4,5 см и диагонально разрезанный сигнальный электрод (катод). Миниатюрные размеры камеры позволяют устанавливать ее в непосредственной близости от образца в пользовательских установках, работающих на пучках СИ. Ионизационные камеры с разделенными электродами для контроля положения пучка (модели YMCS0007 или YMCS0006 по цене около 3,5 тыс. долларов США + 10 тыс. электроника и кабели) поставляются также фирмой Oxford Danfysik (agpec: http://www.oxford-danfysik.co.uk/ http://www.danfysik.dk/02beamlines.htm).

Рассмотренная позиционно чувствительная ионизационная камера имеет один существенный недостаток. Дело в том, что длина поглощения рентгеновских лучей экспоненциально зависит от энергии фотонов, поэтому накопление зарядов на разделенных сигнальных электродах зависит от энергии рентгеновских лучей и может меняться при перестройке длины волны с помощью монохроматора. В результате ионизационная камера с диагонально разрезанным сигнальным электродом может ложно показывать смещение пучка при перестройке длины волны, даже если пучок остается на месте. Для устранения этого недостатка были изобретены позиционно-чувствительные ионизационные камеры с сигнальным электродом разрезанным по зигзагу (рис. 3.19).

Сегментирование сигнального электрода в ионизационной камере должно быть выполнено так, чтобы



Рис. 3.19. Схема позиционно чувствительной ионизационной камеры с зигзагообразно сегментированным сигнальным электродом. Сумма сигналов S1+S2 дает интегральную интенсивность пучка, а разность S1-S2 пропорциональна вертикальному смещению пучка относительно оси камеры

ток ионизации, измеряемый на разделенных электродах, был только функцией положения проходящего рентгеновского луча, но по возможности оставался бы не чувствительным к длине поглощения. Эти камеры могут различаться амплитудой (10–30 мм) и шагом (6–10 мм) зигзага, а также наполняющим газом. Камеры имеют малые размеры (длина 5–8 см) и могут устанавливаться в непосредственной близости от образца для контроля за положением и интенсивностью пучка рентгеновских лучей, падающих на образец в рабочей станции на пучке СИ. Испытания камер Oxford-Danfysik с длиной рабочей области 147 мм на APS (Gog et al., 2003) показали, что они способны работать при интегральной интенсивности пучка более  $10^{12}$  фотон/с и обладают прямой пропорциональностью между нормализованной разностью сигналов и смещением пучка внутри камеры вплоть до смещений порядка 2 см. Точность определения положения пучка была 3,5–5,0 мкм.

Ионизационные камеры данного типа при правильно рассчитанной конструкции практически полностью устраняют ошибки, свойственные камерам с диагонально разрезанным коллектором, и сегодня промышленно производятся <sup>1</sup>) и широко используются в качестве мониторов интенсивности и пространственного положения пучков рентгеновских лучей падающих на исследуемый образец в пользовательских

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Мониторы положения пучка на основе ионизационных камер с сигнальным электродом, разрезанным по зигзагу, промышленно производятся, например, компанией Oxford-Danfysik, GMW Associates, 955 Industrial Road, San Carlos, CA 94070. WEB http://www.gmw.com/ sync\_rad/Oxford\_Danfysik/BPIC/overview.html. Стандартно в настоящее время компания производит мониторы положения пучка с амплитудой зигзага 24 мм с длиной сигнального электрода 150 и 50 мм. Камеры заполняются чистым гелием при атмосферном давлении. Камеры позволяют следить за смещениями пучка с точностью порядка 3–5 мкм.

экспериментальных станциях, например, на источниках СИ в США (APS), Японии (SPring-8) и Европе (ESRF).

**3.2.3. Телевизионные детекторы.** В последние годы удалось получить сочетание достоинств рентгеновской пленки, как почти идеального двухкоординатного детектора, с главным преимуществом электронных детекторов — мгновенное отражение и цифровой вывод информации об интенсивности измеряемого излучения, — объединив все это в одном пространственном позиционно чувствительном устройстве, называемом *телевизионным детектором*. Этим названием детектор обязан тому, что одним из основных его рабочих элементов является фоточувствительный приемник телевизионной камеры, которым может быть либо видикон <sup>1</sup>), либо ПЗС-матрица. Поскольку телевизионные камеры прекрасно работают в видимой области света, но их чувствительность к рентгеновским лучам очень мала, то в телевизионных рентгеновских детекторах первым чувствительным элементом служит люминесцентный экран, преобразующий рентгеновские фотоны в видимый свет, который далее регистрируется фотоприемником видеокамеры.

Для названия детекторов данного типа сегодня используются два термина: телевизионный детектор и ССД-детектор. По сути оба эти названия идентичны. Появление этих названий связано с тем, что в начале истории разработки двумерных рентгеновских детекторов этого типа в качестве устройства, регистрирующего изображение с люминесцентного экрана использовались электронно-оптические преобразователи (ЭОП) обычных телевизионных камер, проводящих растровое сканирование оптической картинки и выдающей ее в аналоговом виде в форме электрического сигнала. Такие детекторы стали производиться промышленно в начале 1980-х годов. В это же время появились полупроводниковые ПЗС-матрицы, называемые на английском языке CCD 2). Они были способны выполнять те же самые функции, что и ЭОПы. В те годы технология еще не позволяла изготавливать ПЗС-матрицы, которые можно было применять в качестве регистрирующих элементов телевизионных камер, но на них обратили внимание разработчики телевизионных рентгеновских детекторов, которые стали уже в конце 1980х годов использовать их в своих разработках <sup>3</sup>). Преимущество ПЗС-матриц по сравнению с телевизионными ЭОПами состоит в существенно меньшем размере детектора и цифровой регистрации сигнала. Двумерные рентгеновские детекторы, изготавливавшиеся с ПЗС-матрицей вместо ЭОПа стали называть ССД-детекторами. Разница между «старым» телевизионным детектором и «новым» CCD-детектором есть в способе регистрации изображения. Детектор с ЭОПом сканирует изображение на люминесцентном экране последовательно растрами и выдает его в форме аналогового сигнала, который затем может быть оцифрован для записи на какой-либо носитель информации. CCD-детектор может считывать изображение сразу параллельно на все пиксели матрицы, и эта информация накапливается в виде зарядов, которые далее считываются с матрицы на носитель.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Видикон — это электровакуумная передающая телевизионная трубка, в которой для преобразования оптического изображения в последовательность электрических сигналов используется внутренний фотоэффект. Видикон до появления твердотельных ФПЗС служил основным элементом всех телекамер.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) CCD — является сокращением названия «coupled charge device», а русскоязычный эквивалент этого названяи ПЗС является сокращением от «прибор с зарядовой связью».

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup>) Позднее были разработаны очень совершенные ПЗС-матрицы с малым размером пикселей, давшие начало цифровому телевидению.

Один из первых рентгеновских телевизионных детекторов на базе ЭОП для применения в рентгеновской дифрактометрии монокристаллов в самом начале 1980-х годов был разработан и испытан Арндтом (см. Arndt, 1984), а затем долгое время производился серийно фирмой Энраф Нониус (Нидерланды) для модели FAST. Приемное окно этого детектора имело форму квадрата с диагональю 80 мм, и он мог одновременно измерять рефлексы, лежащие внутри угла отражения  $2\theta$  вплоть до  $85^{\circ}$ , естественно с возможностью определения координаты изображения каждой точки. Достоинством телевизионных детекторов является то, что они обладают высоким пространственным разрешением, широким динамическим диапазоном и малым мертвым временем и сочетают в себе возможность реального видения довольно большого участка рентгеновской картинки, как на рентгеновской пленке, с почти непрерывным считыванием и оцифровыванием измерительной информации, как в электронных детекторах, а также обеспечивают мгновенное определение координат

**3.2.3.1. Устройство и принцип действия телевизионных детекторов.** Рентгеновские телевизионные детекторы развиваются и совершенствуются очень быстро. Если сравнить описание конструкции этих приборов, например, в книге Л. А. Асланова (1983) и в обзорах Tate (2000), Gruner (2000) или Gruner et al. (2002), то можно увидеть что устройство детектора за прошедшие 20 лет существенно упростилось, хотя его измерительные параметры стали намного лучше в результате появления современной электроники, в частности высококачественных малошумящих ФПЗС матриц<sup>1</sup>) большого размера. Технология интегральных схем ПЗС

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) ПЗС или ССD — это интегральная схема, представляющая собой совокупность МДПструктур (металл-диэлектрик-полупроводник, или МОП-струткур — металл-окисел-полупроводник, которые чаще всего изготавливают на основе кремния), сформированных на общей полупроводниковой подложке таким образом, что полоски электродов образуют линейную или матричную регулярную структуру. Электроды отдельных МДП-элементов изготавливаются из алюминия. Длина электродов составляет 3–7 мкм, зазор между электродами  $\sim 0.2{-}3$  мкм. ПЗС изготавливаются как линейными, так и матричными. Типичное число МДП-элементов составляет 500-2000 штук в линейном и  $10^4-10^6$  в матричном ПЗС; площадь отдельной пластины обычно около 1 см<sup>2</sup>. Под крайними электродами каждой строки обычно изготавливают p-n-переходы, предназначенные для ввода-вывода порции зарядов (зарядовых пакетов) электрическим способом (инжекция *p* – *n*-переходом). Матрица ПЗС представляет собой подложку из полупроводникового материала, на которую наносятся слой диэлектрика и система электродов (см. МДП-структура). При подаче на электроды напряжения под ними в полупроводнике образуются потенциальные ямы для неосновных носителей (обедненные области). Потенциальные ямы под электродами разделены потенциальными барьерами. Совокупность потенциальных ям (ячеек) образует матрицу. Вводить заряд в ячейку можно термоили фотогенерацией, а также за счет свободных носителей заряда, образуемых заряженной частицей. При подаче на электроды последовательности тактовых импульсов напряжения происходит управляемое перемещение зарядов, накопившихся в потенциальных ямах, вдоль полупроводниковой подложки в выходной регистр и далее в выходное устройство. Основными функциональными назначениями фото-чувствительных ПЗС, именуемых ФПЗС, является преобразование оптических изображений в последовательность электрических импульсов (формирование видеосигнала), а также хранение и обработка цифровой и аналоговой информации. Основной отличительной особенностью ПЗС, как изделия микроэлектроники, является возможность вводить в кристалл и хранить без искажения большие массивы цифровой или аналоговой информации, использовать электрич. и оптич. способы для ввода информации, осуществлять направленное распространение (в т.ч. циркуляцию) информации в кристалле и неразрушающий доступ к ней, проводить как последовательный, так и параллельный принцип обработки информации. От вакуумных приемников изображений (электровакуумных видиконов) ФПЗС, кроме того, отличается геометрически жестким растром, позволяющим

позволяет на одном и том же кремниевом монокристалле кроме пикселей для приема видеоинформации дополнительно создавать также любые другие микро-электронные элементы, такие как транзисторы, усилители, аналого-цифровые преобразователи и т.п., что существенно упрощает общую схему регистрирующей цепи детектора и делает ее более надежной.

Современные рентгеновские телевизионные детекторы, или ПЗС-детекторы, как их принято называть сегодня, состоят из трех основных элементов (см. рис. 3.20). Главными частями детектора являются: тонкий люминесцентный экран (толщиной несколько десятков микрон), плотно прижатый к нему оптоволоконный световод и



Рис. 3.20. Схема телевизионного детектора

телевизионный сенсор (ФПЗС-матрица), осуществляющий преобразование светового сигнала в электронный и одновременно формирование, аналого-цифровое преобразование и передачу измерительной информации в специальный микропроцессор для дальнейшей обработки. Вся эта система размещается в непрозрачной герметичной вакуумной камере (вакуум порядка 0,03 Торр), предотвращающий внешний нагрев считывающего устройства (ПЗС-матрицы), а также защищающий элементы детектора от попадания внешнего света, фонового излучения и просто от загрязнения. Для проникновения рентгеновских лучей к экрану детектора в передней части камеры имеется приемное окно закрытое вакуум-плотной фольгой из бериллия толщиной около 0,5 мм. Люминесцентный экран обычно изготавливается либо из люминофора ZnS, либо Gd<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S, обладающих высокой эффективностью преобразования рентгеновского излучения в диапазоне длин волн 0,6 ÷ 3,0 Å и высокой радиационной стойкостью. Длительный опыт эксплуатации показывает, что эти экраны практически не повреждаются рентгеновским излучением и сохраняют свою квантовую эффективность даже в случае попадания прямого пучка рентгеновских лучей. Предпочтение в последнее время отдается экранам из Gd<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S (допированного тербием), поскольку они обладают более высоким коэффициентом поглощения и могут делаться более тонкими. Толщина экрана является очень существенным параметром. Экран

фиксировать координаты элементов разложения и исключить дисторсию и др. искажения растра, долговечностью, меньшей потребляемой мощностью, отсутствием микрофонного эффекта и выгорания под действием сильной засветки, нечувствительностью к магнитным и электрическим полям.

должен иметь достаточную толщину, чтобы обеспечить максимальное поглощение рентгеновских лучей, но в то же время он не должен быть слишком толстым, чтобы не было размытия светящихся точек внутри люминофора, а следовательно ухудшения пространственного разрешения детектора. Толщина экрана зависит от длины волны регистрируемого излучения, поэтому телевизионные детекторы обычно изготавливаются с экраном, толщина которого оптимизирована для конкретной длины волны излучения. Так, для работы с излучением Мо К $\alpha$  применяется экран толщиной около 25 мг/см<sup>2</sup> Gd<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S, поглощающий 75% излучения <sup>1</sup>). Увеличивать толщину для повышения эффективности нецелесообразно, поскольку будет возрастать размытие светящихся точек. Для излучения Си  $K\alpha$  используется слой толщиной 10 мг/см<sup>2</sup>, который поглощает 90% излучения. Со стороны входа рентгеновских лучей экран покрывают светоотражающим покрытием (например, тончайшим слоем алюминия), который не препятствует проникновению рентгеновских лучей в люминофор, но предотвращает потерю фотонов люминесценции, отражая их в сторону фотоприемника.

Световые сигналы от экрана попадают в фото-чувствительную ПЗС-матрицу, которая преобразует их в электронные сигналы. ФПЗС состоит из линеек кремниевых мелких МОП-конденсаторов, размер которых определяет размер пикселя видео-сенсора. При попадании на поверхность ФПЗС матрицы световые фотоны генерируют электроны, которые захватываются в этих пикселях. Надо подчеркнуть, что ПЗС-матрица в телевизионном детекторе отделена от рентгеночувствительного экрана оптоволоконным световодом, поэтому рентгеновские лучи на матрицу не попадают и радиационного повреждения матрицы не происходит.

Накопленные в пикселях ПЗС-матрицы сигналы считываются, усиливаются, затем оцифровываются контроллером детектора и загружаются в память специального микропроцессора. Поскольку задачей детектора является не съемка кино, как в телевизионной камере, а измерение интегральных интенсивностей (числа рентгеновских квантов, накапливающихся за определенный промежуток времени) в отдельных точках пространства, то видео-ПЗС телевизионного детектора обычно отличается от ФПЗС обычных видеокамер в сторону упрощения схемы считывания информации <sup>2</sup>). Например, в видео-ПЗС в каждом ряду пикселей некоторое число крайних ячеек (пикселей) используется для элементов передачи и формирования сигнала, в том числе переключателей и усилителей, чтобы обеспечить динамичное считывание картинки. В ПЗС-детекторах часто применяют «полнорастровые» ПЗС большой площади, в которых все пиксели используются для регистрации, а для усиления, аналогоцифрового преобразования и передачи содержимого во внешнюю цепь регистрации

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Компания Bruker AXS (Германия) применяет для этой области рентгеновского излучения люминофор (Zn,Cd)Se, обладающий на 70% большей яркостью свечения и в 10 раз более коротким временем высвечивания.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) Главными требованиями к ФПЗС телевизионного детектора остаются: достаточно малый размер пикселей, чтобы обеспечить хорошее координатное разрешение, высокая регулярность их расположения и отсутствие дефектных пикселей, чтобы избежать искажений регистрируемой дифракционной картины, достаточная глубина потенциальных ям, чтобы при экспонировании избежать переполнение пикселей, измеряющих точки с высокой интенсивность при попытке с достаточной точностью измерить в других пикселях слабые интенсивности и малый темновой ток, чтобы обеспечить корректное измерение интенсивности слабых рефлексов. При этом не очень важно будет время считывания информации со всех пикселей матрицы после экспозиции занимать миллисекунды или секунды.

делается лишь несколько ячеек в углу интегральной схемы <sup>1</sup>). Такая конструкция интегральной схемы позволяет увеличить эффективную площадь сенсора, упростить его конструкцию, а следовательно и цену, но отсутствие переключателей на матрице требует дополнительных устройств, перекрывающих рентгеновское излучение на момент считывания информации из ПЗС <sup>2</sup>). Современная микроэлектронная промышленность серийно изготавливает ПЗС большой площади (порядка 1242 × 1152 пикселей) с размерами пикселей около  $20 \times 20$  мкм. В полнорастровой ПЗС считывание пикселей производится путем последовательного сдвига их содержимого к ячейке считывания интегральной схемы с помощью тактовых импульсов. Обычно считывание информации, полученной детектором за одну экспозицию (один кадр) занимает от 0,5 до 7 с, в зависимости от применяемого способа считывания и получаемого пространственного разрешения.

Дополнительным достоинством полноматричной ПЗС является то, что из-за отсутствия элементов отличных от пикселей поверхность матрицы получается очень плоской и ровной, что важно для обеспечения хорошего оптического контакта с выходом световода, передающего световые сигналы от люминесцентного экрана. Обычно для обеспечения неизменного положения и плотного оптического контакта ПЗС матрица приклеивается к выходной плоскости световода.

Для подавления собственных шумов в процессе работы ПЗС охлаждается до температуры порядка -60 °C. Такие температуры в наши дни легко получаются с помощью, например, компактных холодильников на основе элементов Пельте.

Оптоволоконный световод, подводящий световые сигналы от люминесцентного экрана к ПЗС, обычно делается коническим и изготавливается из регулярно расположенных волокон, обладающих полным внутренним отражением света, толщина которых уменьшается от экрана к ПЗС-матрице, что связано с желанием иметь в координатном детекторе приемное окно как можно бо́льших размеров (обычно с активным размером от  $60 \times 60$  до  $200 \times 200$  мм), тогда как размеры ПЗС-матрицы сравнительно малы. Диаметр каждого волокна в месте расположения ПЗС не должен превышать размера одного пикселя матрицы. Таким образом получается световод, который сжимает регистрируемое на входе детектора изображение до размеров видео-сенсора, хотя при этом на пути от экрана к сенсору происходит потеря значительной части (иногда до 90%) световых фотонов из-за переменного сечения волокон световода. Потери тем меньше, чем меньше коэффициент сжатия изображения.

Пространственное разрешение современных телевизионных детекторов определяется конечным размером пикселя, который обычно лежит в пределах от  $50 \times 50$  мкм до  $130 \times 130$  мкм, несмотря на то, что размер пикселя ПЗС в несколько раз меньше. Однако, такое разрешение является очень высоким по сравнению с другими двухкоординатными рентгеновскими детекторами. При правильной эксплуатации хороший

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Для применения в телевизионных детекторах могут использоваться и стандартные видео-ПЗС высокого качества с высокой эффективностью в спектральной области свечения люминофора. Например, фирмы Bruker AXS (Германия) и Rigaku (Япония) при изготовлении некоторых своих детекторов применяют видео-ПЗС, производимые компанией Кодак.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) Емкость пикселей ПЗС-матрицы ограничена, поэтому длительность экспозиции при съемке должна выбираться такой, чтобы не было переполнения пикселей, которое будет вызывать перетекание электронов в соседние пиксели, а следовательно возникновение ореола, ухудшение пространственного разрешения и точности измерения интенсивности рентгеновских рефлексов. Если, тем не менее, есть необходимость съемки с большими экспозициями, например, чтобы точнее определить интенсивность слабых рефлексов, измеряемых одновременно с сильными, то это можно сделать путем съемки дифракционной картины за несколько кадров, которые затем будут просуммированы.

телевизионный детектор обладает довольно низким собственным шумом (менее 0,01 фотон/с на пиксель, когда матрица охлаждена до низкой температуры), хорошими динамическими характеристиками и может успешно использоваться для съемок на синхротронном излучении (при условии, что измерения производятся на длине волны излучения, для которой оптимизирован детектор). Наиболее крупный на сегодняшний день детектор для этих целей PROTEUM 300 с диаметром окна 300 мм и весом около 160 кг производится фирмой Брукер (Германия).

Недостатки у телевизионного детектора те же, что и у мозаичных детекторов, поскольку из-за применения оптоволоконного световода он, по сути, является мозаичным детектором радиолюминесцентного типа. В первую очередь это резкий рост цены при попытке увеличения площади активного приемного окна, поэтому даже наиболее крупные современные детекторы, как правило, имеют приемное окно диаметром не более 100-150 мм. Кроме того, ошибки регулярности упаковки волокон при изготовлении оптоволоконного световода или обрыв отдельных волокон могут создавать искажение реальной дифракционной картины, хотя эти погрешности выявляются в процессе производственного контроля и корректируются математически. Наконец, с помощью технологии телевизионных детекторов очень трудно сделать изогнутый детектор, сфокусированный на образец. Поэтому телевизионным детекторам свойственны все недостатки, связанные с геометрическими аберрациями и дефокусировками, возникающими при использовании плоских детекторов. Эта проблема более серьезна в случае съемок с фокусирующими геометриями съемки и значительно меньше при работе с параллельными пучками синхротронного излучения. Несмотря на высокий динамический диапазон, вследствие применяемого метода регистрации и покадрового считывания, ПЗС-детекторы являются интегрирующими детекторами и не обладают энергетическим разрешением.

**3.2.4. Координатные детекторы на pin-диодных матрицах.** Перечисленные выше недостатки ПЗС-детекторов явились стимулом поиска альтернативного варианта двухкоординатного детектора, который не имел бы этих недостатков, но сохранял бы все достоинства ПЗС-детектора. Таким образом, вместе с разработкой *pin*-диодных детекторов родилась идея создания на их основе координатных детекторов. Рядом лабораторий в 1990-х годах стали проводиться исследования по созданию таких детекторов, в результате которых к началу 21-го века были созданы и испытаны первые образцы рентгеновских детекторов на матрицах из кремниевых *pin*-диодов. Конструкция такого детектора схематически показана на рис. 3.21.

На тонкой монокристаллической пластине высокоомного кремния создается матрица из одинаковых рентгеновских *pin*-диодов с размером ячейки (пикселя) порядка 100 мкм, разделенных между собой изолирующими промежутками чистого кремния (рис. 3.21). В такой матрице каждый пиксель представляет собой отдельный *pin*-диодный детектор, принцип действия и характеристики которых мы рассмотрели раньше при описании полупроводниковых детекторов. Вся матрица является мозаичным двухкоординатным детектором, каждый элемент которого прямо преобразует поглощенные рентгеновские лучи в носители заряда. Для обработки сигналов от каждого диода используется матричная микросхема, изготовленная на базовом кремниевом КМОП кристалле, состоящая из одинаковых ячеек обрабатывающей электроники, размер и расположение которых совпадает с расположением пикселей диодной матрицы. Затем диодная матрица сажается на эту микросхему и каждый диод с помощью технологии соединения столбиковыми контактами припаивается к отдельной ячейке обрабатывающей электроники. Таким образом получается гибридная интегральная схема, содержащая в себе детекторы и электронику сбора,



Рис. 3.21. Технология изготовления гибридной интегральной схемы матричного детектора на *pin-*диодах

обработки и передачи сигналов, причем каждый микроскопический детектор имеет свой элемент электроники, обрабатывающей только его сигнал.

Подобные детекторы, известные под названием PAD 1), могут быть, как счетчиками фотонов, так и детекторами интегрирующими заряд от потока фотонов и измеряющими лишь интенсивность. Разница между ними состоит в режиме работы диодных пикселей, о чем говорилось при рассмотрении pin-детекторов, а также они отличаются электроникой КМОП микросхемы. В интегрирующих PAD заряд поступающий от каждого пикселя локально интегрируются соответствующей электронной ячейкой матричной КМОП и затем передается для считывания и оцифровки вне микросхемы. Такие детекторы способны выдавать сигналы с наивысшей скоростью счета, благодаря наличию в них дежурного цикла считывания с детектора. PAD фотопроводящего типа отличаются тем, что их КМОП электроника считает каждый фотон отдельно. Подвижность носителей заряда в кремнии очень велика и диоды способны работать с частотой до нескольких мегагерц, поэтому мертвое время диода в режиме счета отдельных квантов измеряется наносекундами, то есть принципиально каждый диод способен считать до  $10^9$  фотон/с. В режиме измерения заряда, как мы уже отмечали, ограничений по измеряемой интенсивности у них практически нет. Поэтому «скорострельность» кремниевых РАД может достигать наносекунд на регистрацию одной картинки и ограничивается только скоростью работы КМОП, на которой установлена диодная матрица. Пространственное разрешение детектора определяется размерами пикселей диодной матрицы и сегодня составляет около  $100 \times 100 \text{ Mkm}^2$ .

В Корнельском университете уже разработаны и испытаны несколько моделей РАD (см. Rossi et al., 1999; Renzi et al., 2002). Первый вариант в 1999 году был испытан для применения в рентгеновской дифрактометрии с разрешением по времени. Этот прототип детектора имел диодную матрицу толщиной 300 мкм, разделенную на  $100 \times 92$  с размером стороны 150 мкм. Таким образом активная область детектора была  $15 \times 13,8$  мм<sup>2</sup>. Детектор работал в режиме интегрирования зарядов и был устроен так, что каждая ячейка КМОП могла без выгрузки зарегистрировать 8 кадров с временем интегрированных аналоговых сигналов во внешнюю память. Для

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Название РАD является сокрашением от более полного названия детекторов данного типа Pixel Array Detector, что можно перевести, как «детектор на пиксельной матрице».

уменьшения собственных шумов в процессе работы сборка детектора охлаждалась до -20 °C в вакуумном криостате, имеющем прозрачное для рентгеновских лучей окно <sup>1</sup>). На диодный слой подавалось напряжение смещения +60 В. Было изготовлено 87 одинаковых PAD из которых для испытаний была взята случайная выборка из 13 детекторов. При испытаниях на СИ проводилась съемка алюминиевой крупнокристаллической фольги по методу Лауэ. Размер зерна выбранного образца составлял 0,1–0,5 мм. Алюминиевый диск диаметром 180 мм и толщиной 1,5 мм из деформируемого сплава 3003 вращался со скоростью 2500 об/мин и надо было попытаться на одном кадре зарегистрировать картину лауэвской дифракции на расстоянии 10 мм от края диска. Съемка проводилась на источнике CHESS в полосе рентгеновского излучения 5–25 кэВ. Размер пучка составлял 1 × 1 мм, расстояние от диска до детектора было 30 мм. Время интегрирования было 100 мкс на фрейм<sup>2</sup>) с задержкой между фреймами 25 мкс, что позволяло снимать 8 кадров за 1 миллисекунду. На полученных кадрах удалось зарегистрировать лауэвские дифракционные пятна от отдельных зерен алюминиевого сплава.

Временное разрешение этого детектора проверялось путем съемки зубьев диска циркулярной пилы, вращавшихся в пучке синхротронного излучения. При этом детектор частично находился в прямом пучке рентгеновских лучей с интенсивностью потока 2000 фотон/мкс/пиксель. Измерения проводились на монохроматическом излучении с энергией 8,9 кэВ, для которого эффективность детектирования кремниевых pin-диодов составляет почти 100%. Диск диаметром 184 мм с шагом зуба 3 мм вращался со скоростью 5000 оборотов в минуту (линейная скорость 48 м/с) и детектор регистрировал абсорпционное изображение зубьев. Съемка велась с экспозицией 5 мкс/кадр с задержками между кадрами от 1,5 мкс до 30 мкс. Полученные изображения сравнивали с изображениями снятыми при статическом положении пилы. Разницы не обнаружено. Испытания показали, что прототип будущего детектора обладает широким динамическим диапазоном, хорошим пространственным разрешением и временным разрешением не хуже 1 мкс. Серьезным недостатком оказалась низкая радиационная стойкость КМОП структуры, на которой была установлена диодная матрица.

Позднее исследователям из той же лаборатории (Renzi et al., 2002) удалось изготовить диодную матрицу большого формата из 209 × 213 пикселей размером 100 мкм. Полезная площадь такого детектора составляет уже 21, 5 × 21, 5 мм<sup>2</sup>. При этом в детекторе использована новая обрабатывающая матричная микросхема с повышенной радиационной стойкостью. Радиационная стойкость детектора была повышена в 1000 раз по сравнению с испытывавшимся ранее прототипом. Детектор до заметной деградации обрабатывающей микросхемы выдерживал дозу облучения 3 Мрад от прямого пучка с энергией рентгеновских лучей 10 кэВ. Предполагается, что предельная доза может составить до нескольких сотен мегарад, что вполне сравнимо со сроком службы большинства рентгеновских детекторов других типов. С помощью этой сборки при скорости интегрирования 5 мкс/фрейм удалось зарегистрировать двумерную абсорбционную картину распространения струи бензина из сопла топливного инжектора, на которой хорошо различимы все детали ее структуры.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) В принципе сегодня нет никаких технических препятсвий для обеспечения такой температуры с помощью электронных термоэлементов и исключения криостата с бериллиевыми окнами, что позволяет уменьшить размеры будущих PAD.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) Обычно для координатных детекторов временное разрешение определяется длительностью фрейма, т.е. временем экспозиции, необходимым для получения одного полного кадра изображения.
Подобные динамические съемки проводились другими исследователями и другими высокоскоростными детекторами. Например, в Новосибирском ИЯФ СО РАН с помощью разработанного в этой же организации сверхбыстрого линейного координатного детектора ОД-5 (DIMEX) на основе микростриповой ионизационной камеры наполненной ксеноном (Aulchenko et al., 2002) проводился абсорбционный эксперимент по изучению процесса детонации на пучке СИ. Для регистрации двумерного разлета продуктов детонации проводилась последовательная покадровая съемка с временным разрешением 500 нс. Общая картина затем получалась сложением 32 кадров. В итоге полная картина снята за 16 мкс, хотя отлично выполненная схема регистрации и обеспечивала наносекундное разрешение.

Очевидно, что для измерений с разрешением по времени двумерные детекторы дают несомненный выигрыш. И здесь очень хорошие перспективы у РАD, совершенствование которых происходит очень быстро и промышленные образцы могут появиться в ближайшие годы. Уже сейчас в лаборатории детекторов Корнельского университета разработана и испытывается сборка РAD имеющая  $209 \times 852$  пикселей размером 100 мкм. Это приближает размеры активной области нового детектора к  $100 \times 100$  мм, что будет сравнимо с размерами многих СCD. Модульная структура, идея которой заложена в этом образце позволяет надеяться на возможность в ближайшем будущем собирать из таких модулей диодные двухкоординатные матричные детекторы очень больших размеров, малого веса, обладающих пространственным разрешением не хуже 0,1 мм и временным разрешением на уровне наносекунд.

3.2.5. IP-детекторы — детекторы на пластинах с оптической памятью. Большинство недостатков телевизионных детекторов устраняется в другом типе радиолюминесцентных детекторов, которые получили широкое распространение в рентгеновской дифрактометрии в последние десятилетия — детекторах на основе рентгеночувствительных пластин с оптической памятью (известных в англоязычной литературе как «imaging plates»), которые мы будем далее для краткости именовать IP<sup>1</sup>). IP является рентгеночувствительной пленкой, которая после экспонирования и считывания может восстанавливаться и использоваться повторно. Изготавливается она из мелкокристаллического порошка специального люминофора, который в органической связке наносится слоем 25÷150 мкм на гибкую полимерную подложку толщиной около 250 мкм. При засвечивании рентгеновскими лучами в слое люминофора записывается скрытое изображение рентгеновской картины, которое может быть затем прочитано путем сканирования лучом лазера, вызывающего фотостимулированную люминесценцию центров, составляющих это изображение. Возникающие при сканировании фотоны люминесценции регистрируются и усиливаются специальным фотоумножителем и полученный электронный сигнал, пропорциональный интенсивности рентегновского рефлекса в точке люминесценции, вместе с координатами точки записывается в файл данных для последующей обработки или визуализации рентгеновской картины. После считывания IP пластины изображение с нее можно стереть, например, облучением ультарафиолетовым светом, и пластина становится снова пригодной к регистрации.

Комбинация IP с устройством считывания данных в одном блоке образует IPдетектор. Чувствительный слой в IP изготавливается из мелкодисперсного порошка соединений семейства BaFX:Eu<sup>2+</sup> (где X обозначает либо Cl, либо Br, либо I, либо их смесь), являющихся кристаллофосфорами, способными запоминать и длительное время сохранять рентгеновское изображение. Физика действия такого IP-детектора

<sup>&</sup>lt;sup>1)</sup> См., например, подробное описание IP детекторов в Arndt, (1984) или в статье Amemiya, (1995).

состоит в следующем. Поглощаемые в слое кристаллофосфора рентгеновские кванты передают свою энергию ионам Eu<sup>2+</sup>, вызывая их фотостимулированное окисление до Еи<sup>3+</sup>, а получающиеся при этом фотоэлектроны захватываются вакансиями галогена (точечными дефектами кристаллической решетки, созданными при изготовлении кристаллофосфора), располагающимися рядом с окислившимся ионом, и образуют центры окраски (так называемые F-центры). Таким образом на пластине записывается изображение рентгеновской картины, правда, невидимое для человека. F-центры являются метастабильными и могут спонтанно рекомбинировать, например, при активации нагревом. Тем не менее, записанная картина при нормальных условиях может сохраняться достаточно долго (много десятков часов), хотя со временем и происходит ее экспоненциальное ослабление. При облучении красным светом с энергией фотонов около 2 эВ (например, светом He-Ne лазера с длиной волны 632 нм) происходит фотостимулированная рекомбинация F-центров с восстановлением Eu<sup>3+</sup> снова до Eu<sup>2+</sup> и одновременным испусканием голубого люминесцентного излучения с длиной волны 390 нм (энергия фотонов 4 эВ). Длительность люминесценции не превышает 0,8 мкс, а интенсивность свечения центра пропорциональна числу поглощенных рентгеновских квантов и может пересчитываться в интегральную интенсивность поглощенного рентгеновского излучения так же, как это делается в случае рефлексов на рентгеновской пленке. Люминесцентное и стимулирующее излучение достаточно сильно различаются по длине волны, чтобы легко разделяться с помощью интерференционных фильтров или дихроичного зеркала. Отделенное люминесцентное излучение регистрируется и преобразуется в электронный сигнал специальным фотоумножителем, обладающим высокой эффективностью в области света с длиной волны 300-600 нм.

В современных устройствах считывания данных с IP применяются миниатюрные полупроводниковые лазерные диоды, дающие излучение мощностью более 20 мВт на длине волны 658 нм, которое вполне пригодно для возбуждения люминесценции центров изображения. Считывание данных осуществляется одновременным сканированием пластины сфокусированным лазерным лучом и фото-умножителем. В процессе считывания с пластины стирается до 90% записанной информации. Чтобы пластину очистить полностью и подготовить к новой записи после считывания производится ее засветка видимым светом со специально подобранным спектром.

В настоящее время пленки IP различных форматов (как круглые, так и прямоугольные <sup>1</sup>) вплоть до формата 400 × 400 мм и даже 400 × 800 мм) серийно выпускаются многими фирмами, наиболее крупными из которых являются Agfa, Fuji, Kodak и Konica. Пленки различаются спектральной чувствительностью, яркостью изображения и пространственным разрешением. Например, экспериментально установлено, что наиболее высокой чувствительностью обладают пленки с составом люминофора BaFBr<sub>0,85</sub>I<sub>0,15</sub>:Eu<sup>2+</sup>, что связано с повышением коэффициента поглощения рентгеновских лучей из-за атомов иода. Поэтому люминофор данного состава стал почти стандартным для изготовления IP. Введение иода в состав люминофора позволило также уменьшить толщину рентгеночувствительного слоя до 100 мкм и таким образом увеличить пространственную разрешающую способность IP-детекора. Еще большее повышение пространственного разрешения достигается при использовании специальных «голубых IP», разработанных компанией Fuji. Добавка специального красителя к люминофору снижает рассеяние лазерного луча в слое люминофора при

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Использование в IP-детекторах пластин круглой или прямоугольной формы определяется устройством системы считывания, которая может быть с неподвижной головкой и вращающейся пластиной (спиральное считывание), как в CD-плеере, либо со сканирующей считывающей головкой (растровое считывание), как показано на рис. 3.22.

считывании, а следовательно уменьшается и размер зон люминесценции. На такой IP с чувствительным слоем около 100 мкм и размером частиц кристаллофосфора 5 мкм можно получить пространственное разрешение до 25 мкм с эффективностью детектирования около 50% на излучении с энергией около 8 кэВ. Следует отметить, что измерительные технические характеристики IP-детекторов, особенно пространственное разрешение и уровень шумов, сильно зависят от считывающего устройства, которое является наиболее дорогой и сложной частью этого детектора.



Рис. 3.22. Схема действия IP-детектора с тремя пластинами для дифракционных измерений на синхротронном излучении<sup>1</sup>). Процесс съемки происходит с перерывами не более 10 с, которые нужны для замены пластин, и на месте приемного окна детектора практически всегда есть регистрирующая пластина, тогда как вторая счи-

тывается, а третья очищается

IP детекторы обладают всеми достоинствами фотографической регистрации и даже превосходят ее линейностью преобразования, отсутствием химической вуали и геометрических ошибок связанных с усадкой фотоэмульсии. Как и при фотографической регистрации, при использовании IP процесс регистрации дифракционной картины и ее проявление представляют два разных процесса разделенных во времени. Однако в большинстве современных IP-детекторов оба процесса объединяются в одном блоке, работающем сразу с двумя и более пластинами. Вследствие этого временной разрыв между регистрацией и считыванием данных практически отсутствует. После съемки дифракционной картины пластина перемещается в камеру сканирования, а на ее место транспортер подает чистую пластину из камеры сканирования. В камере сканирования производится считывание информации с передачей данных в оцифро-

ванном виде в память компьютера для дальнейшей обработки и последующая световая очистка пластины для подготовки ее к новой экспозиции (см. схему процесса на рис. 3.22).

Процесс экспонирования одной пластины может занимать от нескольких секунд до 2–3 мин, примерно столько же может занимать считывание пластины, хотя в современных IP-детекторах, использующих быструю электронику, считывание может проводиться и гораздо быстрее, например, за 50 с может быть считана информация с пластины форматом 400 × 400 мм с пространственным разрешением 100 мкм. Такая система практически является рентгеновским двухкоординатным детектором, составляющим альтернативу и серьезную конкуренцию телевизионным детекторам.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Подобная схема применяется в IP-детекторе R-AXIS HTC фирмы Ригаку (Япония) и обеспечивает замену экспонируемой пластины за промежуток времени не более 10 с. Максимальная скорость регистрации около 10<sup>6</sup> фотон на один пиксель, что обусловлено лишь скоростными возможностями электронной системы считывания, сама же пластина такого ограничения не имеет. Этот детектор при достаточной емкости внешней памяти для приема огромного объема данных способен в автоматическом режиме сделать до 1000 снимков в эксперименте на СИ.

Несмотря на то, что этот детектор не позволяет следить за результатами сразу при съемке, благодаря современным быстрым методам считывания и обработки данных с IP он дает возможность достаточно оперативно контролировать ход съемки и при необходимости менять параметры эксперимента.

Самыми сильными преимуществами IP-детектора перед ПЗС-детекторами является их несравненно более широкая апертура и гибкость пленки IP, позволяющая применять ее в фокусирующих геометриях съемки или, например, в камерах Вейсенберга и других цилиндрических рентгеновских камерах. IP-детекторы обладают высокой эффективностью регистрации и чувствительностью, которая однородна по всей поверхности пластины, обладают хорошей линейностью преобразования (1 % во всем динамическом диапазоне), низким собственным шумом (отсутствует темновой ток, свойственный полупроводниковым детекторам типа ПЗС), высоким пространственным разрешением (в пределах 50–200 мкм), не дают искажения дифракционной картины и не требуют охлаждения до низких температур.

Будучи интегрирующими детекторами, IP не имеют ограничений скорости счета по мертвому времени, как электронные детекторы, и успешно применяются для дифракционных измерений с разрешением по времени при исследовании динамики химических и физических процессов. Такая съемка осуществляется довольно просто



Рис. 3.23. Порошковый дифрактометр Дебая-Шеррера, действующий на пучке BL02B2 источника СИ SPring-8 (Япония) http://www.spring8.or.jp/e/facility-e.html . Регистрация рассеянного образцом излучения производится на IP-пластину размером  $200 \times 400$  мм через длинную приемную щель шириной 10 мм. Регистрирующая пластина изогнута по радиусу большой камеры Дебая-Шеррера (R = 286,48 мм). Сдвигом регистрирующей пластины относительно приемной щели можно на одной пластине записать до 18 дифрактограмм. Камера с IP-пластиной установлена на плече детектора и может поворачиваться по углу  $2\theta$ . За одну экспозицию может быть зарегистрирована дифракционная картина в интервале  $2\theta$  порядка 75°. Справа показана схема дифракционных картин на IP-пластине. Данный дифрактометр может проводить съемку образцов в температурном интервале от 15 до 1000 K, в том числе с разрешением по времени

(рис. 3.23). Приемное окно IP-детектора ограничивается маской размера достаточного, например, для съемки рентгенограммы порошка. Производится съемка, пластина быстро перемещается на промежуток равный ширине окна маски и делается следующая экспозиция. Такой метод позволяет проводить на синхротронном излучении съемку дифрактограмм в режиме быстрой покадровой съемки («метод кино»). В работе Amemiya (1995) при съемках на синхротронном излучении удавалось успешно проводить покадровую съемку, получая до 40 кадров на одной пластине размерами 127 × 127 мм<sup>2</sup> с временным разрешением 0,3 с. В принципе, временное разрешение может быть намного лучше.

Первые попытки применить IP детекторы для рентгеновских дифракционных измерений были предприняты японской фирмой Ригаку, где двумерный IP детектор использовался в безэкранной рентгеновской камере Вейсенберга<sup>1</sup>). В настоящее время в Японии и Европе существует довольно много производителей детекторов на IP для рентгеновской дифрактометрии. Например, известны быстрые системы детектирования IPDS, разработанные фирмой Stoe (Германия) для монокристальной дифрактометрии. Эти детекторы позволяют снимать дифракционную картину на IP диаметром 180 мм до угла  $2\theta = 66,0^{\circ}$ . В области разработки IP детекторов очень активно работает еще одна немецкая фирма «X-ray Research Gmbh», производящая широко известные системы детектирования MARRSEARCH с круглыми IP различного диаметра. В самом большом детекторе MAR345 этой фирмы используются IP диаметром 345 мм, позволяющие регистрировать дифракцию в пределах приемной апертуры 133°. Детектор имеет систему быстрого считывания данных, обеспечивающую считывание всей пластины с разрешением 150 мкм за 1,5 минуты. Фирма Ригаку производит в основном детекторы, работающие с прямоугольными пластинами, и в настоящее время наряду с IP-детекторами с плоским окном выпускает цилиндрический изогнутый детектор D/MAX-RAPID с пластиной 465 × 256 мм, изгибающейся по радиусу и охватывающей диапазон углов 20 в 200°.

Хотя IP по своей природе является двумерным координатным детектором, ее можно использовать и как линейный ПЧД, экспонируя пластину полоса за полосой, как в описанном выше способе съемки с разрешением по времени. Такая возможность продемонстрирована, например, в работе Amemiya (1995). Показано, что IP на основе люминофора BaF(Br,I):Eu<sup>2+</sup> прекрасно действует как ЛПЧД с размером пикселя 100  $\times$  100 мкм, обеспечивающий пространственное разрешение около 170 мкм и динамический диапазон регистрации от 1 до 10<sup>5</sup>. Эффективность детектирования зависит от длительности экспонирования, и превышает 80% для рентгеновских лучей с энергией 8–20 кэВ при средних экспозициях. Уровень шумового фона в таком детекторе не более трех рентгеновских квантов на один пиксель при энергии рентгеновских лучей 8 кэВ. Точность измерения интенсивности составляет около 0,5–1%.

Основным недостатком IP-детектора по сравнению с большинством детекторов с электронной регистрацией является отсутствие энергетического разрешения, что может компенсироваться применением специальных рентгенооптических устройств типа монохроматоров.

**3.2.6. Учет мертвого времени детектора в экспериментах на СИ.** После события регистрации каждого фотона счетчики квантов некоторое время «приходят в себя», и это время восстановления счетчика называют *мертвым временем*, в течение которого никакие фотоны, попадающие в счетчик не регистрируются и

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Камера Вейсенберга обычно работает с регистрацией дифракционной картины на фотопленку. Принцип гониометра Вейсенберга хорошо известен и описан в большом количестве учебников и монографий по рентгеновской кристаллографии и рентгеноструктурному анализу (см., например, Асланов, 1983).

выпадают из статистики<sup>1</sup>), в результате чего число  $N_{\rm rec}$  посчитанных счетчиком фотонов оказывается меньше их числа, фактически попавшего в детектор. Поэтому для получения правильных значений интенсивности  $I_t$  при высокой скорости счета результаты показаний  $I_{\rm rec}$  рентгеновских счетчиков требуют систематической коррекции с помощью поправки на мертвое время. Такая поправка не нужна для интегрирующих детекторов, накапливающих сигнал регистрации, например, в таких как рентгеновская пленка, пластины с оптической памятью или телевизионные детекторы, в которых энергия фотонов прямо конвертируется фосфором детектора в накапливающееся световое изображение, а эффективность конверсии зависит от потенциала ионизации поглощающего материала фосфора.

Если измерения интенсивности  $I_t$  проводятся при равномерном и непрерывном потоке фотонов, то мертвое время  $\tau$ , в течение которого детектор после регистрации одного фотона остается нечувствительным к новым фотонам, приводит к тому что в процессе регистрации  $N_{\rm rec}$  фотонов детектор будет закрыт в течение суммарного времени  $\tau N_{\rm rec}$  и за это время будут потеряны  $\tau N_{\rm rec} I_t$  фотонов из общего числа  $N_t$  упавших на детектор. Таким образом из-за мертвого времени детектор покажет, что за время t он насчитал  $N_{\rm rec}$  фотонов, тогда как на самом деле их было  $N_t$ , причем

$$N_{\rm rec} = N_t - \tau N_{\rm rec} I_t \tag{3.7}$$

Если поток фотонов равномерный и непрерывный, то поделив обе части этого равенства на время t, можно получить формулу для коррекции зарегистрированных измерений  $I_{\rm rec}$  и вычисления правильной интенсивности  $I_t$ , измеренной детектором с мертвым временем  $\tau$ ,

Данное выражение широко и успешно используется на практике для коррекции интенсивности, измеряемой счетчиками квантов при работе с рентгеновскими трубками (Chipman, 1969). Величина т является характеристикой каждого конкретного детектора и довольно легко определяется экспериментально путем сравнения показаний счетчика при измерениях потоков фотонов с сильно различающейся интенсивностью, регулируемой с помощью перекрытия пучка рентгеновских лучей фильтром ослабителем (см., например, Асланов, Фетисов и др., 1989; Aslanov et al., 1998).





Рис. 3.24. Временная структура синхротронного излучения и соответствующее суммарное мертвое время счета, складывающееся из мертвого времени детектора и «мертвого времени источника», в течение которого фотоны от источника просто отсутствуют. Цифры приведены для источника NSLS при работе в режиме с 30 сгустками. Рисунок из Coppens, (1992), гл. 4

Пульсирующая временная структура пучков синхротронного излучения делает поток фотонов разрывным во времени (см. рис. 3.24), что нарушает корректность введения поправки на мертвое время с помощью выражения (3.8). Например, при

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Примерные значения мертвого времени разных счетчиков показаны в табл. 3.2 и приводились выше при описании конкретных типов детекторов.

мертвом времени короче промежутка между банчами в накопительном кольце источника СИ нет смысла использовать более быстрые счетчики (если только их мертвое время не короче длительности одного банча, которая обычно меньше 1 нс). Если мертвое время длиннее промежутка между соседними банчами, то это приводит к тому что детектор перестает различать фотоны, генерируемые в одной и более последовательных вспышках пучка СИ, причем данный эффект является прерывистым. Если временной промежуток между последовательными банчами равен t, то рост мертвого времени  $\tau$  от величины немного больше чем nt (здесь n целое число) до величины чуть меньше (n + 1)t не повлияет на число зарегистрированных фотонов.

Число банчей в секунду различно для разных источников СИ и зависит от режима работы даже одного и того же накопительного кольца. При работе в односгустковом режиме промежуток между банчами равен времени синхротронной орбиты, т.е. длине накопительного кольца, деленной на скорость света. Например, на большом накопительном кольце CHESS в трехсгустковом режиме промежуток между банчами равен 0,85 мкс, т.е. по порядку величины сравним с мертвым временем сцинтилляционного счетчика NaI. Большинство источников СИ имеют меньшие размеры чем CHESS и работают с большим числом сгустков, давая более высокую частоту повторения вспышек, которая достигает десятых долей наносекунды.

Чаще всего применяемые в рентгеновских экспериментах сцинтилляционные счетчики NaI(Tl) имеют мертвое время  $\tau$  порядка 1 мкс, которое лимитируется временем затухания сцинтилляций, время жизни которых составляет примерно 0,23 мкс. Такие детекторы воспринимают источники СИ с наносекундным повторением импульсов излучения как непрерывные источники рентгеновских лучей. Но максимальная скорость счета этих детекторов сильно ограничена большим мертвым временем. Все совсем не так, если используются счетчики с наносекундным мертвым временем, сравнимым с длительностью одного импульса излучения. Тогда при коррекции потерь из-за мертвого времени обязательно надо делать при сверхбыстрых исследованиях с разрешением во времени.

Способы учета мертвого времени детекторов при работе с пульсирующим синхротронным излучением довольно подробно и ясно проанализированы Ф. Коппенсом в книге (Coppens et al., 1992), и мы далее просто воспроизведем это рассмотрение, следуя указанной работе.

Мертвое время счетчика квантов обычно рассматривается на основе статистики Пуассона, которая описывает распределение вероятности случайных дискретных событий <sup>1</sup>). Если применить формулу Пуассона к статистике счета фотонов от источника СИ, то среднее число событий (успехов), приходящихся на один банч, для правильной скорости счета  $N_t$  равно отношению  $N_t/B = \lambda$ , где B указывает число

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Распределение вероятности, называемое распределением Пуассона, справедливо для события A имеющего два исхода (т.е. оно может наступить или не наступить) при числе испытаний  $k \to \infty$ . Если проводится ограниченное число k независимых испытаний, то вероятность  $P_k(n)$  того, что в серии из k испытаний событие A наступит n раз, приближенно выражается формулой Пуассона (см. Пытьев и Шишмарев, 1983):  $P_k(n) \approx \frac{\lambda^n}{n!} e^{-\lambda}$ , где  $\lambda = kp$ , n = 0, 1, 2, ..., k. Здесь предполагается, что вероятность наступления события A в каждом испытании серии одинакова и равна  $p = \lambda/k$ , где  $\lambda$  — постоянная (не зависящая от k), число k испытаний велико, а вероятность p события A мала. На практике данная формула является хорошим приближением, если  $k \ge 100$ , а  $0 \le kp \le 10$  (n = 0, 1, ..., k).

банчей в секунду <sup>1</sup>). Формула

$$P_{n} = \frac{(N/B)^{n}}{n!} e^{-N/B} = \frac{\lambda^{n}}{n!} e^{-\lambda}.$$
 (3.9)

дает вероятность того, что n фотонов от отдельного банча будут посчитаны счетчиком. Таким образом вероятность

$$P_0 = e^{-\lambda}, \quad P_1 = \lambda e^{-\lambda}, \quad P_2 = (\lambda^2/2)e^{-\lambda}, \quad P_3 = (\lambda^3/6)e^{-\lambda}, \dots (3.10)$$
 (3.10)

и следовательно быстро уменьшается, так как  $\lambda$  обычно меньше единицы.

Как правило счетчики квантов в электрической цепи имеют амплитудные дискриминаторы (см. § 3.3.1), позволяющие выбирать из общего потока полезный сигнал и отсекать шумы, и могут работать в двух режимах: в *режиме интегрального счета*, когда все события с высотой импульса выше заданного порога дискриминатора будут доступны для регистрации счетчиком, и в *режиме дифференциального счета*, когда задается окно дискриминатор-анализатора, ограничивающее амплитуду пропускаемых импульсов, как снизу, так и сверху, позволяя отбирать из множества событий, только те, которые попадают в заданный энергетический интервал. Выбор того или иного режима зависит от технических параметров счетчика, интенсивности и характера источника излучения, исследуемого образца и цели измерений.

Если дискриминатор-анализатор импульсов детектора установить *в режим интегральной регистрации*, т.е. убрать верхний порог дискриминации фотонов по энергии, а оставить лишь нижний, то все события с высотой импульса выше порога дискриминатора будут доступны для регистрации счетчиком. Вероятность того, что событие будет зарегистрировано, равна

$$1 - P_0 = 1 - e^{-\lambda}.$$
 (3.11)

В режиме дифференциального счета, когда на дискриминаторе детектора установлены верхний и нижний пороги, т. е. задано окно для энергии фотонов, множество событий дискриминируется по энергии. В этом случае вероятность регистрации события будет

$$P_1 = \lambda e^{-\lambda}.\tag{3.12}$$

Надо заметить, что разница между выражениями (3.11) и (3.12) существенна только при очень высокой скорости счета, т. е. когда  $\lambda$  не очень мала.

Если мертвое время *меньше*, чем временной промежуток следования соседних банчей, то событие возникающее в банче i не влияет на счет фотонов из следующего банча (i + 1). При интегральном режиме регистрации скорость счета будет определяться, как

$$N_{\rm rec} = B(1 - e^{-\lambda}) = B(1 - e^{-N/B})$$
(3.13)

ИЛИ

$$N = -B\ln\left(1 - \frac{N_{\rm rec}}{B}\right). \tag{3.14}$$

При дифференциальном режиме регистрации действительная скорость счета

$$N_{\rm rec} = BP_1 = Ne^{-\lambda}$$

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Обычно источники СИ (накопительные кольца) работают в многосгустковом режиме и имеют очень высокую частоту следования банчей, временной промежуток между которыми на порядки меньше мертвого времени большинства счетчиков квантов. В большинстве практических случаев  $\lambda = N/B$  оказывается малой величиной ( $\lambda < 10^{-1}$ ).

ИЛИ

$$N = N_{\rm rec} e^{N/B}.$$
 (3.15)

В отличие от (3.14) выражение (3.15) не дает N в виде явной функции от  $N_{\rm rec}$ . Однако это выражение позволяет получить поправку на мертвое время итерационным методом.

Чаще всего мертвое время счетчика оказывается *больше* временного промежутка между соседними банчами в источнике СИ. Целое число n можно определить так, чтобы оно укладывалось на промежутке мертвого времени<sup>1</sup>), как это показано на рис. 3.24

$$\frac{n}{B} < \tau < \frac{(n+1)}{B}.\tag{3.16}$$

Если мертвое время проявляется после каждого **зарегистрированного** события, то суммарное мертвое время за секунду определяется как  $N_{\text{rec}}\tau = N_{\text{rec}}nt = nN_{\text{rec}}/B$ . Это часть времени, в течение которого детектор не реагирует на прилетающие фотоны. Поэтому выражения (3.11) и (3.12) должны быть умножены на  $(1 - nN_{\text{rec}}/B)$ .

При регистрации *в интегральном режиме* (т.е. без дискриминации фотонов по энергии) число зарегистрированных фотонов на банч равно

$$\frac{N_{\rm rec}}{B} = (1 - P_0) \left( 1 - \frac{nN_{\rm rec}}{B} \right), \tag{3.17}$$

что можно записать также в виде

$$\frac{N_{\rm rec}}{B} = (1 - P_0) \left(1 + n - nP_0\right). \tag{3.18}$$

При n = 0 выражение (3.18) превращается в (3.13). Если подставить  $P_0$  из (3.11), то после преобразования получается выражение

$$N = -B\ln\left(1 - \frac{N_{\rm rec}}{B - nN_{\rm rec}}\right),\tag{3.19}$$

которое дает исправленное значение числа фотонов при интегральном режиме регистрации, когда каждое *зарегистрированное* событие сопровождается мертвым временем.

Надо отметить, что для правильных измерений при  $n \ge 1$  скорость счета не может превышать  $1/\tau$  или B/n. Для определения правильных значений интенсивности при очень больших значениях n можно воспользоваться приближением

$$\ln\left(1 - \frac{N_{\rm rec}}{B - nN_{\rm rec}}\right) = \frac{N_{\rm rec}}{B - nN_{\rm rec}}$$

которое при  $\tau = n/B$  приводит к выражению

$$N = \frac{N_{\rm rec}}{1 - \tau N_{\rm rec}},\tag{3.20}$$

совпадающему с выражением (3.8), которое справедливо для коррекции на мертвое время измерений, проводимых на источниках рентгеновских лучей непрерывного действия (Chipman, 1969).

266

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Здесь это число промежутков между импульсами излучения, поэтому величина *n* может принимать значение 0, если рассматривается всего один импульс.

Выражения (3.16)–(3.19) справедливы для счета детектором, работающим в интегральном режиме измерения. Если повторить вывод для случая дифференциального режима измерений (с энергетическим окном дискриминатора), то получится выражение

$$N = \frac{N_{\rm rec} e^{N/B}}{1 - nN_{\rm rec}/B} = \frac{N_{\rm rec} e^{N/B}}{1 - \tau N_{\rm rec}},$$
(3.21)

Когда  $B \gg N$ , т. е. когда скорость счета не велика, то  $e^{N/B} = (1 + N/B)$ , выражения (3.20) или (3.8) оказываются снова применимыми для коррекции измерений на мертвое время детектора.

Бывают особые случаи, в которых полученные формулы коррекции показаний детекторов на просчеты из-за мертвого времени требуют доработки или изменения. Примером такого случая может быть нарушение равномерности следования банчей в накопительном кольце (при выводе формул полагалось, что промежутки между банчами одинаковы). Так, накопительное кольцо NSLS обычно работает в режиме 25 электронных сгустков вместо равномерно распределенных по кольцу 30 сгустков. При таком режиме 5 фазовых позиций в накопительном кольце оказываются пустыми. Это приводит к тому, что 24 временных интервала между банчами одинаковы и равны 18 нс, а после них следует длинный пустой промежуток длительностью 108 нс. В таких случаях корректировать показания детектора на мертвое время надо с помощью комбинации двух формул с разными интервалами следования импульсов излучения.

Кроме приведенного примера, связанного с режимом работы источника СИ, очень часто встречаются проблемы мертвого времени, обусловленные свойствами самого детектора. Вывод всех полученных выше поправочных формул был основан на предположении, что мертвое время обусловлено техническими характеристиками электрической цепи детектора, определяющими время необходимое для формирования и счета импульса после регистрации фотона, и что мертвое время наступает после каждого зарегистрированного фотона. Эти предположения справедливы пока лимитирующим фактором является электрическая цепь детектора. Однако мертвое время может определяться и самими физическими процессами, происходящими в активной среде детектора при попадании туда фотона, например временем затухания световой сцинтилляции в сцинтилляционном детекторе, которая совсем необязательно будет зарегистрирована счетчиком. Такое мертвое время наступает после попадания в детектор каждого фотона, независимо от того зарегистрирован он или нет, и при достаточно интенсивном потоке фотонов мертвое время может стать непрерывно протяженным. Детектор с таким протяженным мертвым временем регистрирует только одно событие — попадание в него первого фотона, этот импульс не успевает затухнуть, когда приходят следующие фотоны, тоже создающие вспышки в рабочем теле детектора, причем детектор не может их различить и воспринимает как продолжение первой вспышки, а дальше детектор просто захлебывается и ничего не регистрирует. Этот случай полностью отличается от приведенного выше рассмотрения и не может быть исправлен с помощью полученных поправочных формул.

## 3.3. Устройства для управления пучками СИ

Источник СИ поставляет экспериментатору пучок белого излучения, включающего широчайший диапазон длин волн, а для эксперимента, как правило, требуется монохроматическое излучение или сравнительно узкий участок рентгеновского спектра. Кроме того, источник СИ это огромная машина, которую нельзя повернуть или сместить по желанию экспериментатора, чтобы направить пучок излучения в нужную точку измерительной установки, как это делают с лабораторными рентгеновскими трубками. На пучках СИ эта проблема монохроматизации, коллимации и ориентации пучка рентгеновских лучей решается с помощью рентгеновской оптики. Рентгеновская оптика сильно отличается от стеклянной оптики, действующей на основе преломления света, с которой мы привыкли иметь дело в обычной жизни. Главными элементами рентгеновской оптики являются кристаллические дифракционные монохроматоры, действие которых основано на брэгговском отражении, определяемом формулой (1.53). Для коллимации лучей в пучке при работе с синхротронным излучением также широко используются рентгеновские зеркала полного внешнего отражения, которые очень редко применяются при работе с лабораторными источниками рентгеновских лучей.

Применение любой оптики, в том числе и рентгеновской, сопряжено с появлением хроматических (связанных с искажением спектра) и геометрических аберраций, а также с неизбежным поглощением излучения. Поэтому оптики часто шутят, что самая лучшая оптика — это отсутствие всякой оптики. Но поскольку без рентгеновской оптики проводить рентгендифракционные или рентгеноспектральные измерения на синхротронном излучении невозможно, то с этими негативными явлениями приходится сосуществовать и бороться, зная принцип действия и основные свойства рентгенооптических устройств и приспособлений.

**3.3.1. Заслонки и коллиматоры.** Заслонки, ловушки, коллиматоры или диафрагмы, которые также называют рентгеновскими щелями, являются самыми старыми элементами рентгеновской оптики, применявшимися уже в первых опытах с рентгеновскими лучами. По принципу действия эти элементы идентичны, так как работают на основе поглощения рентгеновских лучей, а их назначение определено их названием. Так, заслонки предназначены для того, чтобы перекрывать пучки рентгеновских лучей, а ловушки служат для «отлавливания» и поглощения части излучения, которое уже не будет дальше использоваться в эксперименте. Коллиматоры и щели применяются для ограничения сечения пучка до нужных размеров и направления его в нужную область экспериментальной установки (на другой оптический элемент, исследуемый образец или детектор).

Чтобы перекрыть интенсивный пучок рентгеновских лучей, на его пути ставится заслонка — просто толстая пластина из поглощающего материала, которая поглощает рентгеновские лучи, превращая их энергию в тепло. Для изготовления заслонок могут использоваться различные материалы, а их толщина рассчитывается в зависимости от поглощающих свойств материала для данной длины волны или энергии лучей в пучке. Известно<sup>1)</sup>, что линейный коэффициент поглощения вещества пропорционален четвертой степени атомного номера  $Z^4$ , поэтому чем больше атомный номер элемента, тем лучшим поглотителем рентгеновских лучей он является. По этой причине для изготовления заслонок перекрывающих рентгеновские пучки, особенно в компактных лабораторных установках, часто применяют свинец или вольфрам, что позволяет делать заслонки с малой толщиной. Понятно, что самые лучшие заслонки, ловушки или щели для рентгеновских лучей получились бы из урана, но уран слишком дорог и поэтому обычно их делают из вольфрама или свинца. Также понятно, что чем короче длина волны (или выше энергия) излучения, тем толще надо делать заслонку или ловушку пучка, чтобы перекрыть его полностью. Поскольку пучок синхротронного излучения несет фотоны с энергией вплоть до энергии накопительного кольца, то в синхротронах третьего поколения максимальная энергия фотонов, которые должны перекрываться заслонками, устанавливаемми на

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) См. выражение (1.45).

прямых пучках, может составлять 6-8 ГэВ. Такие заслонки должны иметь очень внушительные размеры и вес. Например, на накопительном кольце APS (Advanced Photon Source) с энергией 7 ГэВ для перекрывания прямых пучков используются заслонки из свинца толщиной 300 мм или вольфрама толщиной 180 мм.

При работе на пучках синхротронного излучения для любых рентгенооптических элементов, а для заслонок и щелей в первую очередь, очень серьезной является проблема высоких тепловых нагрузок. Мощность синхротронного излучения огромна, поэтому поглощающие элементы рентгенооптической системы, особенно заслонки, ловушки и щели, работающие на участках, где пучок СИ еще несет всю свое исходное излучение, всегда приходиться делать с принудительным охлаждением, а материалы для их изготовления часто выбирать не только исходя из величины коэффициента поглощения, но и с учетом теплопроводности и температуры плавления. Например, излучение из поворотного магнита можно достаточно легко перекрыть толстым блоком меди, если в нем сделать каналы для охлаждающей воды. Конечно, коэффициент поглощения у меди значительно меньше, чем у вольфрама или свинца, но зато очень высок коэффициент теплопроводности, и она не расплавится прямым пучком СИ. Но проблема перекрывания сверхмощных пучков из вигглеров, ондуляторов или лазеров на свободных электронах гораздо сложнее и для ее решения приходится прибегать к ухищрениям. Для уменьшения плотности поглощаемой энергии заслонку в виде толстого водоохлаждаемого блока, например, из меди устанавливают так, чтобы пучок излучения падал на нее под малым углом скольжения и энергия пучка распределялась по большей поверхности. Таким образом удается поддерживать локальную температуру на поверхности поглотителя ниже его температуры плавления.

Щели это те же заслонки, но они перекрывают лишь часть пучка, чтобы ограничить его сечение или придать ему форму, необходимую для эксперимента, или для того, чтобы обрезать рассеянное излучение. При работе с рентгеновскими лучами на лабораторных установках и на пучках СИ



Рис. 3.25. Схема коллимации пучка рентгеновских лучей с помощью вертикально и горизонтально ограничивающих щелей

обычно используют взаимно перпендикулярные щели, одна из которых ограничивает размер пучка в горизонтальном направлении, а другая в вертикальном, и каждая из этих щелей состоит из пары подвижных щек (см. рис. 3.25).

Обычно щель, ограничивающую пучок в вертикальном направлении, называют горизонтальной щелью, а горизонтально ограничивающую вертикальной щелью, исходя из формы образуемых ими отверстий. Чаще всего щели изготавливаются из комбинации меди со свинцом, вольфрамом, или танталом. Массивный медный блок используется для эффективного теплоотвода, а накладки из тяжелых металлов образуют края щек щели и, благодаря высоким коэффициентам поглощения и малой флуоресценции, обеспечивают резкое ограничение формы пучка. В принципе, щели можно делать не только из свинца, вольфрама или тантала, но из любых других материалов, имеющих подходящие значения коэффициента поглощения. Поскольку излучение, коллимированное щелью, далее используется в эксперименте, то важно, чтобы сама щель не загрязняла его своим флуоресцентным излучением. Например, для работы с рентгеновскими лучами в диапазоне от 5 до 20 кэВ отличным материалом для изготовления щелей является серебро, порог возбуждения флуоресценции которого лежит выше этой области. Серебро обладает высочайшей теплопроводностью и его можно легко охлаждать. Оно прекрасно обрабатывается механически и толстые пластины из него сравнительно недороги.

Несмотря на свою кажущуюся простоту и даже примитивность, роль щелей, как оптического элемента, в рентгенооптических системах чрезвычайно важна. Во-первых, на своем пути до исследуемого образца в экспериментальной станции рентгеновский пучок сталкивается со многими препятствиями. В результате этих столкновений может возникать нежелательное рассеянное излучение и флуоресцентное излучение (характеристическое рентгеновское излучение от материала препятствия), и задача щелей — обрезать это рассеянное излучение, создающее вредный фон в экспериментах. Во-вторых, сечение пучка лучей от источника часто не соответствует размерам образцов или других элементов рентгеновской оптики, и здесь задача щелей сформировать пучки нужных размеров. Наконец, щели могут оказывать существенную помощь в монохроматизации пучков синхротронного излучения.

На пути пучка для его формирования обычно устанавливается множество щелей. Первая из щелей определяет размеры пучка, идущего от источника. Надо помнить, что лучи с разной энергией из поворотного магнита или вставного магнитного устройства имеют разный угол расходимости (см. например, формулу (2.23)). Задача первой щели — вырезать нужный для эксперимента размер пучка и максимально обрезать лучи, которые не нужны для эксперимента. Конечно, эту задачу можно решить с помощью современных фокусирующих рентгеновских зеркал или монохроматоров, но часто бывает гораздо выгоднее и проще использовать существенно более дешевые устройства, такие как щели, вместо дорогостоящей оптики, особенно когда обрезается часть излучения, которая все равно не должна использоваться в эксперименте. При передаче лучей на значительные расстояния, что часто случается при работе на пучках СИ, для сохранения геометрических параметров пучка обычно устанавливают целый ряд антифоновых щелей одинакового размера, которые поглощают вредное рассеянное излучение и пропускают к образцу только чистое «родное» излучение источника. Наконец, щели задают нужный размер пучка перед образцом, обрезая лучи, выходящие за размеры образца, которые создавали бы вредный фон в детекторах при измерениях. Щели также важны для ограничения расходимости пучка и его размеров после образца на пути к детектору. Благодаря снижению фона рассеянного излучения, они помогают регистрировать очень слабые сигналы. Кроме того, щели часто служат простым средством управления интенсивностью пучка. Если интенсивность слишком велика, то ее легко понизить, сузив ширину щели.

Надо сказать, что щели в рентгенооптических системах пучков СИ являются прецизионными механическими устройствами. Положение каждой из щек щели обычно должно меняться плавно и регулироваться с высокой точностью, чтобы управлять положением и формой пучков при юстировках, а также задавать нужную интенсивность пучка.

**3.3.2.** Мониторы пучков рентгеновских лучей. При проведении рентгеновских дифракционных и рентгеноспектральных исследований требуется с высокой точностью знать положение пучка рентгеновских лучей, падающего на образец, его интнесивность и спектральный состав. Эти параметры в лабораторных установках с рентгеновскими трубками обычно фиксированы и редко нуждаются в проверке. Природа синхротронного излучения, его импульсный характер, колебания источника излучения, сложная система отбора излучения, а часто и оперативная регулировка энергии выбираемого излучения, требуют почти постоянного, а в ряде случаев и

непрерывного контроля характеристик пучка. Для этой цели разработано множество методов и инструментов контроля, которые используются в экспериментах на синхротронном излучении, называемых мониторами положения и мониторами интенсивности пучков. Иногда обе эти функции совмещаются в одном устройстве.

По большому счету, исследователя главным образом интересуют характеристики пучка рентгеновских лучей в зоне исследуемого образца. Параметрами, которые необходимо знать экспериментатору, являются положение пучка, его размеры и форма, интенсивность (иногда абсолютное значение) и спектральный состав. Однако, эти характеристики формируются из первичного пучка СИ с помощью рентгеновской оптики, пэтому для их получения и регулировки, хочется или нет, приходится отслеживать параметры пучка на всем пути от выхода из канала СИ из порта в оптический блок и до экспериментальной установки (см. контрольные точки на схеме рис. 3.2). Мониторы пучков обычно обязательно устанавливаются перед входом пучка СИ в рентгенооптический блок, где требуется контролировать пучок белого излучения, из которого будет формироваться излучение для конкретного эксперимента, на выходе из оптического блока, где определяется качество оптической подготовки пучка рентгеновских лучей, и вблизи исследуемого образца, где требуется точно знать какой пучок используется при измерениях. Мощность и спектральный состав пучка в этих точках контроля существенно различны, поэтому для измерений приходится применять разные средства, которые лучше подходят к тем или иным условиям.

Высокая интенсивность пучков синхротронного излучения делает их юстировку и контроль положения и интенсивности несколько сложнее, по сравнению с пучками фотонов от рентгеновских трубок. Например, суммарная мощность излучения в прямом пучке белого СИ достаточна для расплавления даже тугоплавких металлов <sup>1</sup>) если их не охолаждать принудительно. Интенсивность монохроматических лучей из поворотных магнитов современных источников СИ (см. рис. 2.17), как правило, превышает 10<sup>12</sup> фотон/(с·мм<sup>2</sup>·мрад<sup>2</sup>), что выше динамического диапазона почти всех рассмотренных выше детекторов, не говоря об интенсивности излучения из вставных устройств или интегральной интенсивности белого излучения прямого пучка СИ. В случае СИ для контроля интенсивности и положения пучков приходится всегда пользоваться методами косвенного или электронного контроля.

Для измерения мощности первичного пучка СИ часто применяют методы, необычные для тех экспериментаторов, которые привыкли работать с лабораторными источниками рентгеновского излучения. Например, для этого используется простой метод калориметрических измерений с помощью калориметра (балометра) в виде термически изолированного медного блока. Если размеры блока достаточно велики, чтобы все падающие на него фотоны поглощались полностью, то по скорости изменения его температуры при известной массе и теплоемкости легко рассчитать мощность излучения в пучке (например, в ваттах).

После выделения с помощью рентгеновской оптики ограниченной спектральной полосы из интегрального спектра белого СИ для использования в конкретном эксперименте мощность излучения в выделенном пучке уже не столь велика и его интенсивность во многих случаях может быть измерена с помощью рентгеновских детекторов. Если не требуется знать спектрального распределения излучения в пучке, то наиболее дешевыми и простыми приборами для качественного и количественного контроля потока фотонов в пучках рентгеновских лучей являются иони-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Например (Aoyagi et al. 1996), максимальная суммарная мощность от стандартного ондулятора, множество которых работает на японском источнике синхротронного излученя 3-го поколения Spring-8, достигает 11 кВт при плотности излучения около 470 кВт/мрад<sup>2</sup>.

зационные камеры <sup>1</sup>) и полупроводниковые детекторы на pin-диодах <sup>2</sup>). Мониторы интенсивности на основе ионизационных камер не имеют ограничений по измеряемой интенсивности, почти не ослабляют проходящий сквозь них пучок и практически не повреждаются рентгеновским пучком (см. раздел «ионизационные камеры»), поэтому применяются непосредственно для постоянного мониторинга интенсивности монохроматизированных пучков рентгеновских лучей перед подачей на образец. В последние годы для измерения мощных потоков ионизирующих излучений стали широко применятся кремниевые диоды, которые способны работать в режиме измерения тока, обладают очень широким динамическим диапазоном в режиме счета импульсов (до 10<sup>6</sup> фотон/с), малыми размерами и высокой радиационной стойкостью. Детекторы этого типа миниатюрны, что позволяет легко встроить их в линию пучка. Кроме того, они обладают высоким энергетическим разрешением <sup>3</sup>), что позволяет с их помощью одновременно контролировать спектральный состав излучения. Для мониторинга интенсивности кремниевым pin-детектором обычно измеряют рассеянное или флуоресцентное излучение от тонкой фольги, установленной на пути пучка рентгеновских лучей.

**3.3.2.1. Как увидеть пучок СИ?.** Для регистрации положения и интенсивности очень мощных пучков белого рентгеновского излучения применяют метод получения «ожогов» от пучка на обычном стекле или полированных пластинках из нержавеющей стали. Мощный пучок СИ, несущий огромную энергию, создает центры окраски в стекле, которые образуют коричневое пятно, даже если облучение происходит в вакууме. На нержавеющей стали, которая имеет низкий коэффициент теплопроводности, прямой пучок СИ создает сильный локальный нагрев и вызывает изменение цвета поверхности пластины. Полученные изображения вполне достаточны для определения пространственного положения пучка, размеров и формы его сечения.

Для точного определения формы и размеров пучка рентгеновских лучей самым очевидным методом является «пощупать» пучок каким-либо поглощающим рентгеновские лучи предметом или посмотреть на его изображение на светящемся экране перекрывающем пучок. После монохроматизации СИ в рентгенооптическом блоке интенсивность пучка уже не настолько велика, чтобы сжигать предметы, поэтому положение и форму пучка можно приблизительно оценивать с помощью обычных люминесцентных экранов или запоминающих пленок. Правда, на экран под пучком можно смотреть только через дистанционно управляемую телевизионную видеокамеру (см. рис. 3.26).

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Ионизационные камеры для измерения интенсивности пучков рентгеновских лучей на источниках СИ специально производит, например, компания Advanced Design Consulting USA, Inc. Поставляются несколько моделей камер длиной от 4,5 см до 30,5 см, наполняемые различными газами (аргон, азот, гелий). Выбор длины камеры и ее наполнения зависит от энергии фотонов и интегральной интенсивности пучка, интенсивность котороно должна контролировать ионизационная камера.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) Pin diode — регулируемый резистивный диод. В p - i - n диодах между высоколегированными слоями с p- и n-проводимостью расположен слой полупроводника с проводимостью близкой к собственной. Кремниевые *pin*-диоды применяются в качестве детекторов (о *pin*-детекторах см. выше в разделе «Полупроводниковые детекторы»).

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup>) Например, детектор PF-2500, производимый компанией MOXTEK (США, WEB http://www.moxtek.com/) на основе кремниевого pin-диода, работает при температурах от 0° до 30 °C и обладает энергетическим разрешением около 350 эВ и скоростью счета до 20 тыс имп/с.

Существует целый ряд веществ, которые проявляют люминесценцию в видимой области под действием жестких рентгеновских лучей. Очень давно в качестве такого вещества применяется сульфид цинка, известный тем, кто когда-либо работал с рентгеновскими лучами, как желтый порошок, из которого изготавливаются экранчики

для поиска положения рентгеновских пучков. Иногда для тех же целей применяют сульфид кадмия (Zn,Cd)S:Ag, а также монокристаллы вольфрамата кадмия (CdWO<sub>4</sub>), которые тоже хорошо действуют в качестве люминесцентного экрана. В последнее время разработаны новые намного более яркие и чувствительные по сравнению с ZnS флуоресцентные экраны из оксисульфата гадолиния допированного тербием ( $GdO_2S:Tb^{3+}$ ). Если требуется документирование или подробный анализа сведений о рентгеновских пучках, то используются специальные мгновенно проявляющиеся бумаги и пленки. При попадании на них рентгеновских лучей они в месте попадания практически мгновенно



Рис. 3.26. Оценка положения, формы и размера пучка рентгеновских лучей с помощью люминесцентного экрана

меняют свой цвет, а получающаяся плотность окраски пропорционально интенсивности прошедших лучей. Однако способы контроля положения и интенсивности с помощью люминофоров или запоминающих пленок не очень точны и могут оказаться полезными только при грубых юстировках рентгенооптических систем. Для более точных измерений применяются специальные сканеры рентгеновских пучков.

Сканеры пучка. Для точного определения формы и положения пучков рентгеновских лучей, в том числе очень интенсивных, разработан ряд разных устройств, называемых сканерами пучков (см. рис. 3.27), которые буквально «щупают» пучок, определяя его положение, форму и интенсивность. Самым простым из них является клиновидный сканер. Кроме того, для исследования формы и положения пучков СИ применяются диафрагмы с точечным отверстием и проволочные сканеры из сильно поглощающего металла.



Рис. 3.27. Методы сканирования формы пучка рентгеновских лучей (*a*) с помощью клина; (*б*) с помощью проволоки. В этом сканере горизонтальная проволока определяет распределение пучка в направлении *z*, а вертикальная в направлении *x*. (*в*) сканер из диафрагмы с точечной щелью. В случаях (*a*) и (*в*) ренгистрирующий детектор, например ионизационная камера, устанавливается прямо на пути пучка, перекрываемого клином или диафрагмой с точечной щелью. В случае (*б*) обычно измеряется фототок от проволоки и рентгеновский детектор не нужен. В случае (*б*) возможен вариант с измерением флуоресцентного излучения от проволоки. Тогда детектор устанавливается в стороне от пучка. В этом варианте можно использовать только одну проволоку

Клиновидный или ножевой сканер (рис. 3.27, а), представляющий собой пластину из сильно поглощающего рентгеновские лучи металла, край которой может перекрывать определенную часть пучка, является простейшим, но наиболее часто используемым инструментом для измерения положения и размеров пучков при наладке рентгенооптических систем. Применение метода клиновидного сканера упрощается тем, что каждый пучок СИ обычно имеет целый ряд щелей с регулируемым положением щек. Край одной из щек может как раз использоваться в качестве ножевого сканера. Поэтому нет необходимости встраивать в пучок специальное устройство. Перемещая щеку щели через пучок и измеряя проходящую через щель интенсивность в зависимости от положения щеки, можно получить распределение интегральной интенсивности в пучке. Форма сечения пучка определяется не по самой функции интегральной интенсивности, а по более чувствительной к распределению интенсивности зависимости ее первой производной от положения щели (см. врезку на рис. 3.27, *а*). Измерения можно провести с вертикальной и горизонтальной щелями, и таким образом получить размеры пучка в двух направлениях.

Проволочный сканер (рис. 3.27, б) обеспечивает более прямое измерение формы. Натянутая вертикально или горизонтально металлическая тонкая (50-100 мкм) проволока, в зависимости от направления измерения формы пучка, шагами проводится поперек пучка, а на каждом шаге отслеживается либо ее рентгеновская флуоресценция, измеряемая специальным детектором, либо измеряется фототок, индуцируемый в проволоке поглощенным по механизму фотоэффекта<sup>1</sup>) ионизирующим излучением и протекающий между проволокой и землей, которые пропорциональны интенсивности пучка в месте положения проволоки. Зависимость измеренных величин от положения проволоки дает распределение интенсивности по сечению пучка, а следовательно его размер и положение. Ускорение обследования формы и положения пучка достигается при использовании сразу двух вольфрамовых проволок, натянутых взаимно перпендикулярно на одном держателе, как показано на рис. 3.27, б. Для контроля положения пучка проволоки периодически проводят через монохроматический пучок. Сканирование осуществляется одновременным смещением обеих проволок в направлении под углом 45° к горизонтальной плоскости. В результате фотоэлектрического поглощения рентгеновских лучей в проволоках возникает электрический ток, если проволоки заземлены. Ток утечки пропорционален поглощенному потоку. Положение проволок определяется с помощью датчика линейных перемещений. Сканирование сечения пучка проволоками дает зависимость поглощенной в каждой проволоке мощности излучения от ее положения. Эта зависимость позволяет определить горизонтальный и вертикальный профили распределения интенсивности в пучке. Пространственное разрешение такого сканера с проволоками толщиной 50 мкм при полном сканировании сечения пучка составляет около 5 мкм (см, например, Fajardo and Ferrer (1), 1995). Сканеры подобного типа используются, например, при юстировках монохроматизированных пучков на канале ID3 источника синхротронного излучения <sup>2</sup>) ESRF. Подобный сканер с более толстой проволокой, размещенный в вакууме, может применяться для определения положения пучка белого СИ.

Сканер из диафрагмы с точечным отверстием (рис. 3.27, в) дает возможность наиболее полного двумерного описания формы сечения пучка. Небольшим отверстием, сделанным в сильно поглощающей пластине, размер которого значительно (по крайней мере в 5–10 раз) меньше минимального размера исследуемого пучка, ска-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Как было показано выше (см. §1.5.2), внутренний фотоэффект является основным механизмом поглощения в веществе рентгеновских фотонов с энергией до ~ 30 кэВ.

<sup>&</sup>lt;sup>2)</sup> Адрес в Интернет: http://www.esrf.fr/exp\_facilities/ID3/user\_guide/eh2/.

нируется сечение пучка и измеряется интенсивность, проходящая через отверстие. Конечно, число измерений в данном случае будет значительно больше, чем в двух предыдущих методах, но в результате получится карта распределения интенсивности по сечению пучка, как на экране. Правда, полученное распределение будет интегральной сверткой реального размера пучка с размером отверстия диафрагмы, что следует учитывать при оценке размеров.

Мониторы пучка. Общим недостатком рассмотренных методов определения положения и формы рентгеновских пучков является необходимость перекрывания пучка, поэтому они применимы при подготовке экспериментов, но не позволяют проводить постоянный мониторинг в процессе эксперимента без его остановки. Для этого разработан ряд методов оперативного слежения за положением рентгеновских пучков без их перекрывания или с частичным перекрыванием с помощью мониторов положения и интенсивности рентгеновского пучка, которые широко используются на современных источниках СИ. Требования к свойствам таких мониторов определяются точностью, с которой необходимо определять положение и потоком фотонов, в котором должен работать монитор в течение длительного времени. При проведении измерений на СИ обычно требуется знать положение пучка с точностью около 10% от его размера, для чего необходим инструмент с пространственным разрешением ~ 1 мкм. В зависимости от интенсивности пучка для мониторинга применяются главным образом три типа мониторов, удовлетворяющих требованиям точности определения координат: ножевые мониторы краев пучка, позиционно чувствительные ионизационные камеры с разделенным сигнальным электродом и детекторы на кремниевых диодах. Каждое из этих устройств имеет свои особенности и свою область применения.

Детекторы краев пучка измеряют интенсивность на периферии сечения пучка СИ слева, справа, снизу и сверху от пучка и фактически действуют подобно рассмотренным выше сканерам ножевого типа, но с той разницей, что не перекрывают пучок полностью, а касаются своими пластинами только его самых внешних краев (см. рис. 3.28). Попадающие на край пластины фотоны пучка поглощаются в материале и создают в нем фотоэлектроны, которые образуют фототок от контакта прикрепленного к внешней стороне пластины к земле. Величина этого фототока пропорциональна интенсивности потока фотонов в месте касания пластины с пучком. Чем глубже пластина проникает в пучок, тем больше фототок.





Для увеличения контакта монитора с пучком и снижения тепловой нагрузки его лезвия обычно располагают вдоль направления пучка.

В качестве детектирующих пластин обычно используются тонкие пластины (толщиной порядка 0,1 мм) из вольфрама или CVD алмаза<sup>1</sup>). Если в измерительной

<sup>&</sup>lt;sup>1)</sup> CVD алмаз — это синтетический алмаз, получаемый методом химического эпитаксиального осаждения из газовой фазы (обычно из газовой плазмы с содержанием метана). В начале 1990-х годов были разработаны технологии получения алмазных пленок осаждением углерода из газовой фазы (метод CVD, т.е. химическое осаждение из газовой плазмы, с использованием метана в качестве источника углерода и приложением электрического поля) на подложках из пластин монокристаллического кремния. Хотя плучаемые алмазные пленки является поликристаллическими, технология позволяет изготавливать их с высокой степенью кристаллографической текстурированности и с оптическими, тепловыми и механическими

головке монитора установлено несколько пластин симметрично относительно оси контролируемого пучка СИ, то сравнение интенсивностей, измеренных всеми пластинами, позволяет определять положение пучка относительно центральной оси измерительной головки с точностью до десятых долей микрона. Как правило, подобные мониторы используются для определения положения пучков белого излучения на выходе из канала перед входом в рентгенооптический блок, в том числе мощных сильно коллимированных пучков огромной яркости из вставных устройств, и должны обладать высокой радиационной и термической стойкостью, выдерживая тепловые нагрузки порядка 600 Вт/мм<sup>2</sup> и выше без заметных геометрических искажений. Мониторы с четырьмя лезвиями применяются для определения положения сильно коллимированных пучков из ондуляторов. Для контроля положения пучков СИ из поворотных магнитов, сильно коллимированных только в вертикальном направлении и плоским веером расходящихся в горизонтальной плоскости, в мониторе достаточно устанавливать только два лезвия, одно сверху, а другое снизу, которые определяют смещения пучка в вертикальном направлении. Касание краем пластины периферии пучка фотонов практически не вносит возмущения в его центральную рабочую область, которая должна использоваться в эксперименте, поэтому с помощью данного устройства можно следить за положением пучка постоянно. Обычно самые периферийные части пучка перед подачей на исследуемый образец все равно обрезают с помощью прецизионных щелей, чтобы неоднородности интенсивности в них не искажали измерения, поэтому влияние краевых детекторов на интенсивность пучка практически полностью устраняется такой окончательной коллимацией.

Мониторы, работающие в режиме измерения фототока, в последнее время стали использовать не только для определения положения пучков, но и для стабилизации и регулировки их положения в процессе экспериментов посредством регулировки накопительного кольца или вставного устройства через обратную связь между фототоком монитора и управлением источником излучения (Singh and Decker, 2001).

свойствами близкими к мононристаллическим природным алмазам. Сегодня в мире существует ряд компаний (в том числе Дебирс), которые промышленно производят пластины CVD алмазов толщиной 1 мм и больше и диаметром до 10 см. Как и природный алмаз, синтетические сильно текстурированные пленки обладают уникальным сочетанием физикомеханических свойств: высочайшей твердостью (10 по шкале Мооса); самой высокой среди известных на сегодня материалов механической прочностью (модуль Юнга  $\sim 1.2 \cdot 10^{12}\,{
m H~m^{-2}}$ и сжимаемость  $8,3 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2 \text{H}^{-1}$ ); наиболее высокой для известных материалов теплопроводностью (~  $2 \cdot 10^3 \text{ Br m}^{-1} \text{ K}^{-1}$  при комнатной температуре, что в 4 раза выше, чем у меди); исключительно низким коэффициентом теплового расширения (0,8 · 10<sup>-6</sup> К при комнатной температуре, что сравнимо с коэффициентом расширения специального сплава инвар); оптической прозрачностью в диапазоне электромагнитных излучений от жесткого ультрафиолета до дальней области инфракрасного излучения; в чистом виде является диэлектриком с удельным сопротивлением ~  $10^{12} - 10^{14}$  Ом·м, а при микролегировании (допировании) становится полупроводником p-типа с удельным сопротивлением  $\sim 10^{-2}$  Ом м и широкой запрещенной зоной (5,4 эВ); проявляет низким или «отрицательным» сродством к электрону, т. е. начинает эмиссию электронов с поверхности при приложении даже низкого напряжения. Подобные материалы, благодаря их уникальным механическим, электрическим и оптическим свойствам находят широкое применение во многих областях современной техники, в том числе в оптике, электронике и вакуумной технике. Например, на источниках СИ 3-го поколения, таких как APS, ESRF, Spring-8 и ряде других в мониторах пучков на выходе из источников излучения очень часто используются мониторы с лезвиями из CVD алмаза толщиной несколько сотен микрон (см. например, Shu et al., 2001; или Shu, 1997).

Один из примеров измерительной головки монитора ножевого типа для контроля положения пучка из ондулятора показан на рис. 3.29.

Монитор ножевого типа, схематически показанный на рис. 3.29, предназначен для контроля положения пучка ондуляторного излучения и работает в фотоэлектронном режиме (режим фотоэмиссии). В качестве детекторов в головке используются 4 детектирующих лезвия. Лезвия закреплены в держателе из меди так, что их плоскости параллельны оси пучка, как показано на схеме. Электроды для измерения напряжения смещения располагаются на внешних сторонах пластин. Вся сборка монтируется в камере монитора, которая может встраиваться в линию пучка СИ в одной из точек контроля (см. рис. 3.2). Лезвия (детекторы положения пучка) изолированы от камеры монитора. Каждый сигнал то-



Рис. 3.29. Схема головки монитора ножевого типа, используемого для контроля положения пучка излучения из ондулятора на накопительном кольце SPring-8 (Япония)<sup>1</sup>)

ка измеряется с помощью усилителя напряжения, управляемого током (преобразователем ток-напряжение с малым сопротивлением). Камера монитора имеет линейный привод для вертикального перемещения детектирующей головки и горизонтального перемещения самой камеры. Лезвия могут вводиться в пучок и выводиться из него.

Обычно лезвия головки для измерения положения пучков белого СИ изготавливают из вольфрама, наиболее тугоплавкого металла. Однако вольфрам, имеющий сравнительно низкую теплопроводность, сильно разогревается пучком синхротронного излучения из источника СИ 3-го поколения и, несмотря на высокую температуру плавления, может термически разрушаться. Хорошим кандидатом для изготовления измерительных головок являются тонкие (толщиной несколько десятых долей миллиметра) пластины поликристаллического CVD алмаза. Они обладают наиболее высокой теплопроводностью, низким коэффициентом поглощения рентгеновских лучей и отличными электрическими параметрами. Например, в работе Aoyagi et al., (1996) был проведен сравнительный анализ тепловых и структурных свойств CVD алмаза и вольфрама для использования их в качестве ножей. Расчеты проводились в предположении установки головки на расстоянии 20 м от источника (ондулятора). Исследование показали, что при попадании прямого пучка ондуляторного излучения на головку температура и уровень напряжений не превышает предельные свойства CVD алмаза, но превосходит свойства вольфрама при минимальном зазоре ондулятора и токе в накопительном кольце SPring-8 100 мА (энергия позитронов 8 ГэВ). Было обнаружено, что полученный из газовой фазы алмаз, благодаря высочайшей теплопроводности, низкому коэффициенту термического расширения и хорошим механическим свойствам является лучшим материалом для изготовления лезвий мониторов

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Мониторы подобной конструкции применяются на ряде пучков накопительного кольца SPring-8 в том числе на высокоярких и сильно коллимированных пучках ондуляторного излучения. (Aoyagi, et al., 1996). Мониторы похожей конструкции также широко используются и на других источниках СИ 3-го поколения (ESRF, APS и т.п.).

пучка ножевого типа. Кроме того, введение алмаза в пучок существенно меньше загрязняет его спектр, чем введение лезвий из вольфрама. Мониторы с лезвиями из поликристаллического алмаза в настоящее время также применяются для контроля пространственного положения пучков ондуляторного излучения на наиболее мощных источниках СИ, таких как ESRF (Франция) и APS (США), а также на ряде других современных источников.

Возможны мониторы положения пучка по измерению интенсивности краев пучка и в более простой конструкции, чем описанная выше. Например, для контроля вертикальных смещений монохроматизированного пучка может использоваться рассмотренный выше проволочный сканер с двумя вольфрамовыми проволочками, натянутыми параллельно горизонтальной плоскости и отстоящими друг от друга на расстояние равное вертикальному размеру пучка. Принцип действия этой измерительной головки полностью аналогичен принципу проволочного сканера или монитора ножевого типа, работающего в режиме фототока. Сравнение токов на проволоках позволяет определять величину вертикального смещения пучка. Подобные простые мониторы, правда, применяются для контроля уже монохроматизированных пучков, поскольку при работе в белом пучке сложно решить проблему теплоотвода от проволок. Кроме того такой монитор не может использоваться постоянно из-за очень ограниченного срока жизни вольфрамовой проволоки под пучком синхротронного излучения.

Постепенная деградация при длительном воздействии мощного рентгеновского облучения, особенно при работе на пучках белого излучения, является общим недостатком рассмотренных мониторов краев пучка, который приводит к постепенному уменьшению фототока и снижению эффективности и точности монитора. Ряд исследований показал, что ножевые детекторы с лезвиями из CVD алмаза менее чувствительны к радиационной деградации, если они работают не в режиме измерения фототока, а в режиме фотопроводимости. Такой монитор положения пучка (см., например, Aoyagi, Kudo et al., 2004) работает с лезвиями из CVD алмаза, на которые подается напряжение смещения. На параллельных плоскостях алмазных пластин сформированы алюминиевые электроды, для подачи напряжения смещения и измерения тока фотопроводимости, который пропорционален интенсивности потока фотонов, касающегося края лезвия.

На конечной стадии подготовки пучка для эксперимента как правило проводится мониторинг положения пучка с помощью позиционно чувствительных ионизационных камер<sup>1</sup>) (камеры устанавливаются обычно в непосредственной близости перед исследуемым образцом). Данный метод позволяет одновременно в реальном времени следить, как за положением и размерами пучка, так и за его интенсивностью. Для мониторинга пучков монохроматизированного рентгеновского излучения промышленно изготавливаются и применяются специальные ионизационные камеры, которые часто используются в экспериментальных станциях на пучках СИ (см., например, Sato, Kudo et al., 1998). Обычно это камеры с разрезным сигнальным электродом, обладающие на сегодняшний день наиболее высоким пространственным разрешением (рис. 3.30) при их относительной простоте и высокой надежности.

Как правило, для определения положения пучка по горизонтали и вертикали последовательно устанавливают две одинаковые позиционно чувствительные камеры, повернутые по оси проходящего через них пучка на 90° друг к другу. Одна из камер измеряет смещение пучка в горизонтальном направлении, а другая в вертикальном.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Ионизационные позиционно чувствительные камеры (мониторы пучков рентгеновских лучей) серийно производятся, например, компаниями ORDELA Inc., Oxford-Danfysik и другими компаниями, выпускающими оборудование для пучков синхротронного излучения.



Рис. 3.30. Принцип определения вертикального смещения ΔZ положения пучка СИ с помощью ионизационной камеры с диагонально разделенным сигнальным электродом. Формула для определения смещения изображена на рисунке

Достижимая для этого метода точность измерения положения на сегодня составляет 1–5 мкм при использовании ионизационных камер с сигнальным электродом, разрезанным по зигзагу. Если такая высокая точность определения размеров и положения пучка не требуется, то для мониторинга можно использовать многоэлектродные позиционно чувствительные ионизационные камеры, обладающие аналогичными динамическими характеристиками, но имеющие пространственное разрешение порядка 200 мкм. Для определения положения и размеров пучка можно пользоваться и одной камерой, если установить ее на устройстве, обеспечивающем поворот камеры на 90° вокруг оптической оси, вдоль которой проходит пучок рентгеновских лучей. Однако такой метод не позволяет следить за пучком в реальном времени и по производительности будет мало отличаться от рассмотренных выше сканеров сечения пучка.

В качестве мониторов положения и интенсивности пучков СИ очень широко используется метод измерения с помощью обычных рентгеновских детекторов излучения, рассеиваемого каким-либо веществом прозрачным для синхротронного излучения. Этот метод получил особенно широкое развитие с появлением миниатюрных *pin*-диодных детекторов рентгеновских лучей, которые обладают высокой скоростью счета и могут работать, как в режиме счета отдельных квантов с разрешением по энергии, так и в режиме измерения фототока подобно газовым ионизационным камерам. Такие мониторы обычно следят за небольшой частью излучения, которое рассеивается тонким фильтром (рис. 3.31).

В мониторе, построенном по варианту рис. 3.31, *а* рассеивателями могут быть аморфные полимерные пленки, монокристаллы бериллия, металлические фольги и т. п. Два одинаковых детектора с одинаковой апертурой регистрируют излучение от перекрывающей пучок под углом 45° пленки или пластинки. Регистрироваться может, как диффузное рассеяние, так и характеристическое флуоресцентное излучение от материала рассеивателя. Измерения проводятся при угле между направление пучка и детектором  $2\theta = 90^\circ$ . Разность показаний детекторов соответствует смеще-



Рис. 3.31. Мониторы положения пучка по рассеянному излучению. Мониторы типа (*a*) предназначены для определения вертикального смещения пучка и обычно в качестве рассеивателя используют полимерную (каптоновую или майларовую) пленку или монокристаллические пластины бериллия. В мониторах типа (*б*) и (*в*) в качестве рассеивателя используется тонкая металлическая фольга, в которой рентгеновские фотоны пучка способны возбуждать вторичное флуоресцентное рентгеновское излучение. Монитор типа (*б*) предназначен для контроля смещений пучка в вертикальном направлении, а монитор (*в*) для контроля смещений в двух взаимно перпендикулярных направлениях

нию пучка от средней линии между детекторами. Интересно, что мониторы этого типа могут применяться для мониторинга как монохроматических рентгеновских пучков, так и пучков белого СИ. Например, более десяти лет назад был разработан монитор положения пучка, сходный по принципу действия со схемой рис. 3.31, а с монокристаллом бериллия в качестве рассеивателя и CCD детектора в качестве регистрирующего устройства (Fajardo and Ferrer (2), 1995), который до настоящего времени используется на кнале ID3 ондуляторного излучения Европейского источника СИ. В этом мониторе плоский монокристалл бериллия толщиной около 500 мкм с помощью пневматического привода вводится в пучок ондуляторного излучения под углом 45° к горизонтальной плоскости, а рассеянное монокристаллом излучение регистрируется видеодетектором рентгеновских лучей, установленным над пучком под углом  $2\theta \approx 90^{\circ}$ . Получаемое на CCD детекторе изображение позволяет судить о форме и размере пучка. Если детектор устанавливается под брэгговским углом, то по положению рефлекса можно определить положение пучка с точностью порядка 10 мкм. Для устранения тепловой нагрузки от пучка СИ кристалл Ве устанавливается в водоохлаждаемом держателе.

Сегодня подобные мониторы чаще работают с двумя одинаковыми *pin*-диодами малых размеров в качестве детекторов и полимерной пленкой в качестве рассеивателя. Смещение пучка в вертикальном направлении изменяет величину телесного угла от точки прохождения пучка через рассеиватель, опирающегося на площадь диода, а следовательно, и количество диффузно рассеянного излучения, попадающего в приемную апертуру детектора, что сопровождается изменением зарегистрированной интенсивности. Сравнение интенсивностей, зарегистрированных обоими диодами, позволяет с высокой точностью определять смещение пучка в вертикальном направлении. Пленка практически не влияет на интенсивность проходящего через нее пучка рентгеновских лучей и мониторинг может проводиться непрерывно в процессе эксперимента. Более точными и эффективными являются мониторы рис. 3.31, *б*, *в* с рассеивателем из металлической фольги и несколькими pin-диодами, установленными в плоскости перпендикулярной направлению пучка.

Принцип действия подобных мониторов очень прост (см. рис. 3.32). На пути контролируемого пучка устанавливается металлическая фольга толщиной меньше микрона, в которой фотоны пучка могут возбуждать флуоресцентное характеристическое рентгеновское излучение, но которая практически не влияет на интенсивность проходящего пучка. Для контроля пучков рентгеновских лучей с энергией от 5 до 25 кэВ обычно используют фольги из Ті, Сг, Fe, Ni, Со и Си толщиной порядка 0,5 мкм. Перед фольгой для регистрации флуоресцентного излучения от нее на небольшом расстоянии (~ 1 см) устанавливают (симметрично относительно оси камеры монитора, которая должна совпадать с требуемой в оптическом блоке осью пучка рентгеновских лучей) два маленьких рентгеновских ріп-диода (обычно с площадью активной области ~ 1 × 1 см<sup>2</sup>).



Рис. 3.32. Принцип действия двухдиодного флуоресцентного монитора вертикального положения пучка

Поскольку желательно иметь размер монитора как можно меньше, то измерения проводят диодами без предусилителя, работающими в режиме регистрации фототока. Так как излучение от такой тонкой фольги может быть слабым, то для повышения чувствительности часто используют диоды с открытым корпусом. В таких случаях в камеру монитора не должен проникать свет, к которому чувствительны и рентгеновские диоды. Более того, желательно, чтобы в камере поддерживался вакуум или чистая атмосфера из гелия, потому что наводки на диоды могут возникать как от сцинтилляций ионов и молекул тяжелых газов, так и от пылинок, которые попадают в пучок интенсивного рентгеновского излучения.

В точке прохождения пучка через фольгу возбуждается флуоресцентное характеристическое рентгеновское излучение, соответствующее материалу фольги и симметрично распространяющееся вокруг точки возбуждения. Интенсивность, регистрируемая каждым диодом определяется его освещенностью, которая зависит от величины телесного угла, исходящего из точки контакта контролируемого пучка с металлической фольгой и содержащего лучи флуоресцентного излучения, попадающего на диод. Относительная разность сигналов от двух диодов позволяет определить величину смещения контролируемого пучка рентгеновских лучей от геометрической оси монитора (в данном случае в вертикальном направлении) с высокой точностью (1-2 мкм). Изготавливаются мониторы и с четырьмя диодами, смонтированными в диодную матрицу, как показано на рис. 3.31, *в*. При измерении четырьмя диодами сразу определяется смещение пучка по двум осям, *Z* и *X*.

Такие мониторы положения пучка производятся серийно изготовителями оборудования для пучков синхротронного излечения. Очень малые размеры диодов позволяют изготовлять такие мониторы довольно малых размеров, и они могут легко встраиваться в любой участок рентгеновской оптической системы, в том числе в участки, работающие в вакууме. Мониторы положения монохроматичечских пучков рентгеновских лучей на pin-диодах для использования работы в пользовательских рабочих станциях в вакууме или атмосфере гелия серийно выпускаются, например, компанией Oxford-Danfysik (например, монитор QBPM — монитор для точного измерения положения и интенсивности рентгеновского пучка с четырмя pin-диодами). Испытания этого монитора, проведенные на APS (Brady, 2003), показали, что он способен определять центр тяжести положения пучков рентгеновских лучей с точностью не хуже 5 мкм при низких и высоких потоках фотонов (10<sup>11</sup> фотон/с и выше) со скоростью экспозиции несколько миллисекунд.

**3.3.3.** Монохроматоры и кристалл-спектрометры — дифракционная оптика. Монокристальные монохроматоры используются в рентгеновской технике для выделения монохроматических волн с момента открытия дифракции рентгеновских лучей. Действие этих устройств основано на брэгговском отражении монокристаллом рентгеновских лучей с длиной волны, определенной условием (1.30), которые затем используются в качестве первичного пучка в дифракционных или спектральных исследованиях. При работе на СИ монохроматоры применяются, как для отбора излучения с нужной длиной волны, так и для управления размерами и пространственным положением пучков рентгеновских лучей, а также в качестве спектрометров, обеспечивающих сканирование энергии рентгеновских лучей с высоким разрешением, например, в спектрометрии поглощения. Такое широкое разнообразие применений кристаллических монохроматоров требует использования различных схем монохроматоров в зависимости от конкретной задачи, решаемой с их помощью.

К настоящему времени изобретено много разных схем монохроматизации рентгеновских лучей с помощью кристаллических монохроматоров. В табл. 3.5 приведено краткое описание и основные характеристики наиболее часто используемых из них, с которыми нам придется встречаться при рассмотрении разных тем в данной книге. Некоторые из этих схем и варианты их развития мы рассмотрим в данной главе. Дополнительно к разным применениям этих схем нам придется также обращаться в главах, где будут рассмотрены области практического использования СИ в рентгеноструктурном и рентгеноспектральном анализах

Как видно из приведенных схем, монохроматоры состоят из дифракционно отражающих монокристаллов, которые должны быть установлены на устройстве, обеспечивающем регулировку угла между отражающими кристаллографическими плоскостями и направлением рентгеновских лучей. В фокусирующих схемах дополнительно требуется устройство для контролируемого изгиба кристалла. Особенностью конструкции монохроматоров, работающих на пучках СИ, является часто возникающая необходимость охлаждения кристаллов, что связано с огромной мощностью излучения, которое при поглощении может вызывать сильный локальный нагрев кристалла и искажение его геометрии и структуры. Главнейшей частью монохроматоров, конечно, является кристалл, качество которого определяет все основные параметры монохроматора и область его возможного применения. При выборе кристалла важными характеристиками являются отражающая способность и совершенство кристаллической структуры, которое определяет спектральную *разрешающую способность* монохроматора.

**3.3.3.1. Энергетическое (спектральное) разрешение монохроматора.** Энергетическое разрешение кристалл-монохроматора (или, другими словами, спектральная полоса пропускания монохроматора) определяет ширину спектрального интервала, который можно вырезать с его помощью из белого излучения. Например, чтобы разделять близко расположенные пики на дифрактограмме порошка, необходимо проводить дифрактометрию на квазимонохроматическом излучении с узкой спектральной линией. Для простоты и точности математического описания формы дифракционных линий при рентгеноструктурном или рентгеноспектральном анализе желательно, чтобы используемая при измерениях спектральная линия имела гауссовское

Таблица 3.5. Основные схемы монохроматизации с помощью кристаллов, применяемые в рентгеноструктурном и рентгеноспектральном анализах

Схема монохроматора	Основные характеристики
α = θ Атомные плоскости Симметричное отражение по Брэгту	Отражающие атомные плоскости параллельны по- верхности плоского кристалла. Применяется для получения пучков параллельных монохроматиче- ских лучей. Благодаря условию брэгговского от- ражения такие монохроматоры из кристаллов вы- сокого совершенства (обычно Si, Ge, кварц или алмаз) формируют строго параллельные пучки из первичного пучка, даже если он обладает расхо- димостью или сходимостью. При отражении раз- меры сечения пучка не меняются. Подобные мо- нохроматоры широко применяются в рентгено- оптических системах дифрактометров и спектро- метров.
Асимметричное отражение по Брэгту	По сравнению с симметричным случаем брэгговского отражения обладает свойством сжимать сечение пучка в пропорции $\sin \alpha/\sin \beta$ , за счет чего примерно в 1,5 раза возрастает плотность потока фотонов в монохроматизированном пучке. Для изготовления могут использоваться любые кристаллы, применяемые для монохроматизарии рентгеновских лучей, но параллельные пучки получаются с помощью совершенных безмозаичных кристаллов. Поверхность кристалла срезается под углом к отражающей атомной плоскости. Выходящие лучи проходят больший путь в материале кристалла, чем входящие. Поэтому оптимальный угол $\beta$ обычно составляет 5–10°. При меньших $\beta$ сжатие пучка будет сильнее, но возрастет поглощение дифрагированных лучей кристаллом и эффекта усиления интенсивности не будет.
а в в в сометрия Лауэ	Используются тонкие монокристаллические пла- стины с отражающими атомными плоскостями пер- пендикулярными к поверхности. В принципе эта геометрия может работать и с отражающими плос- костями, располагающимися под произвольным уг- лом к поверхности кристалла, но это увеличивает путь лучей в кристалле и из-за поглощения сни- жает интенсивность монохроматизированного пуч- ка. Первичный полихроматический пучок прохо- дит сквозь кристалл и брэгговское отражение от атомных плоскостей создает пучок параллельных монохроматических лучей с тем же сечением, что и у первичного. Одновременно, благодаря экрани- рованию кристаллом, происходит частичная филь- трация от рассеянного излучения. Прошедший без дифракции прямой пучок рентгеновских лучей мо- жет либо далее использоваться для других целей, в том числе для контроля интенсивности источни- ка, либо должен быть в целях безопасности полно- стью поглощен ловушкой первичного пучка. Требо- вания к кристаллам схожи с предыдущим случаем, коофе того, что они не должны иметь высокий коэффициент поглощения для выделяемой длины волны.

Таблица 3.5 (продолжение)



Таблица 3.5 (окончание)



распределение интенсивности в зависимости от длины волны. Наиболее четкие дифрактограммы, пригодные для расшифровки сложных структур, на лабораторных дифрактометрах получаются, если съемка ведется на одной линии  $K\alpha_1$  дублета характеристического излучения рентгеновской трубки, т. е. в очень узком спектральном интервале. Для получения подобного результата на монохроматизированном синхротронном излучении <sup>1</sup>) надо чтобы ширина вырезаемой монохроматором спектральной полосы была не более половины междублетного расстояния  $K\alpha_1 - K\alpha_2$ , которое

285

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) В практике рентгеноструктурного анализа, как методом монокристаллов, так и порошков, почти никогда не используется излучение с длиной волны больше  $K\alpha_1$  Со ( $\lambda = 2,28962$  Å) или меньше  $K\alpha_1$  Ag ( $\lambda = 0,559363$  Å). Поэтому работа в диапазоне энергий синхротронного излучения от 5 кэВ ( $\lambda = 2,4796$  Å) до 20 кэВ ( $\lambda = 0,62$  Å) практически полностью перекрывает этот интервал длин волн.

составляет 0,00382 Å (19,907 эВ или  $\Delta E/E = 0,0025$ ) для медного излучения или 0,004284 Å (104,85 эВ или  $\Delta E/E = 0,006$ ) для излучения молибдена. Таким образом, для отбора излучения с шириной спектра, удовлетворительной для порошковой дифрактометрии высокого разрешения, требуется монохроматор, обеспечивающий разрешение не хуже 9 эВ в длинноволновой области и 50 эВ в коротковолновой области выбранного интервала белого спектра (т. е.  $\Delta E/E$  порядка 0,003 от 5 кэВ до 30 кэВ). Если обратиться к спектроскопии поглощения рентгеновских лучей, которая будет рассматриваться в главе 5, то для исследования тонкой структуры спектров в области скачков поглощения измерения должны проводиться с шагом не более 10 эВ при любых энергиях, что предъявляет еще более суровые требования к разрешающей способности монохроматора.

Разрешающая способность монохроматора при брэгговском отражении от монокристалла определяется шириной распределения мозаичности используемого в нем кристалла, т. е. совершенством его кристаллической структуры. Наиболее высокое спектральное разрешение достигается с помощью почти идеальных безмозаичных кристаллов, имеющих собственную ширину брэгговского отражения близкую к дарвиновской ширине кривой качания монокристалла. Дарвиновская ширина является свойственной идеальному кристаллу шириной рентгеновского дифракционного рефлекса (или, другими словами, предельной теоретической шириной кривой качания идеального монокристалла в области брэгговского отражения). Она пропорциональна структурному фактору |F| отражающей кристаллографической плоскости и описывается выражением

$$\omega_0 = \frac{2}{\sin 2\theta} \frac{r_e \lambda^2}{\pi V_{\text{cell}}} P|F| e^{-M} = \frac{4r_e d^2}{\pi V_{\text{cell}}} P|F| e^{-M} \operatorname{tg} \theta, \qquad (3.22)$$

где  $r_e$  — классический радиус электрона  $(2,82 \cdot 10^{-15} \text{ м})$ ,  $\lambda$  — рентгеновская дина волны,  $V_{\text{cell}}$  — объем элементарной ячейки кристалла, P — поляризационный множитель,  $\theta$  — брэгговский угол максимума отражения,  $e^{-M}$  — фактор Дебая–Уоллера, d — межплоскостное расстояние для отражающей кристаллографической плоскости монокристалла. Идеальный кристалл без поглощения обладает в области дарвиновской кривой качания единичной отражающей способностью.

В общем случае угловая расходимость пучка рентгеновских лучей, отражаемых монохроматором (т. е. выходная апертура пучка)  $\Delta \theta$ , определяется спектральной шириной отражаемой монохроматором спектральной полосы. Если продифференцировать уравнение Вульфа–Брэгга (1.30), то можно получить формулу для описания относительного спектрального разрешения кристалл-монохроматора

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{\Delta \lambda}{\lambda} = \Delta \theta \cdot \operatorname{ctg} \theta.$$
(3.23)

Собственное спектральное разрешение  $l_1$  совершенного кристалла можно оценить, если вместо  $\Delta \theta$  подставить в эту формулу  $\omega$  из выражения (3.22)

$$l_1 = \frac{\Delta\lambda}{\lambda} = \frac{\Delta E}{E} = \frac{4r_e d^2}{\pi V} P|F_{hr}|e^{-M}.$$
(3.24)

Таким образом оказывается, что относительное спектральное разрешение совершенного кристалла пропорционально его структурному фактору  $|F_{hr}|$  и не зависит от энергии фотонов (или длины волны излучения).

**3.3.3.2. Кристаллы для монохроматоров.** На практике в качестве монохроматоров применяются, как совершенные, так и мозаичные кристаллы, но у каждого своя область применения. Мозаичные кристаллы, часто используемые в лабораторных рентгеновских установках, имеют высокую *интегральную* отражательную способ-

ность, но отбираемое с их помощью излучение обладает широким энергетическим спектром и значительной угловой расходимостью. Совершенные кристаллы дают очень узкие дифракционные пики, ширина которых практически равна дарвиновской ширине кривой качания, и имеют очень высокую отражающую способность у центра распределения (т.е. в максимуме). Характеристики кристаллов, наиболее часто используемых для изготовления рентгеновских монохроматоров, приведены в табл. 3.6.

Таблица 3.6. Межплоскостные расстояния d кристаллов, которые часто используются в качестве рентгеновских монохроматоров и относительная мощность отражения Q единицей объема кристалла на длине волны  $\lambda = 1,542$  Å. (Данные из книги Coppens, 1992)

Кристалл и отражающая плоскость (hkl)	Симметрия элемент. ячейки	Межплоскостное расстояние 2d (Å)	Доступное качество кристалла*	Q (см <sup>-1</sup> ) (Freund, 1989)		
<ul> <li>α-кварц SiO<sub>2</sub> (1010)</li> <li>Бериллий Ве (0002)</li> <li>Германий Ge (111)</li> <li>Германий Ge (220)</li> <li>Пирографит С (0002)</li> <li>Кремний Si (111)</li> <li>Кремний Si (220)</li> <li>Флиорит С 25-(111)</li> </ul>	Гексагон. Гексагон. Кубич. Кубич. Гексагон. Кубич. Кубич.	8,52 3,583 6,533 4,000 6,708 6,271 3,840 6 306	P-NP NP-M P-M P-M P-M P-M ND M	0,0148 0,409 0,375 0,157 0,0827 0,0631		
Флюорит Сагу(ТГГ)     Кубич.     0,000     NP-M       Флюорит лития LiF (200)     Кубич.     4,027     NP-M       *P — совершенный, NP — почти совершенный, M — мозаичный						

Несмотря на то, что принцип, используемый для монохроматизации рентгеновских лучей в лабораторных дифрактометрических установках и при отборе монохроматического излучения из синхротронного пучка одинаков, задачи, решаемые монохроматорами, а следовательно, и требования к технике монохроматизации, в этих случаях несколько отличаются. В лабораторных дифрактометрах, как правило, используется спектральная линия характеристического излучения рентгеновской трубки, интенсивность которой изначально в тысячи раз превышает интенсивность непрерывного фона, а ширина линии очень мала даже без разделения дублета  $K\alpha_{1,2}$ . Поэтому задача монохроматизации в лабораторном дифрактометре заключается в подавлении интенсивности непрерывного фона, других линий характеристического излучения кроме используемой, а также возможных линий флуоресцентного излучения, причем важно максимально сохранить интенсивность используемой характеристической линии. В этом случае от монохроматора не требуется особенно высокого спектрального разрешения, главное, чтобы он имел высокую отражательную способность на длине волны нужной характеристической спектральной линии. Поэтому в лабораторных установках очень широко применяются однокристальные монохроматоры из псевдокристаллов пиролитического графита, обладающие очень высокой интегральной отражательной способностью, но имеющие большую ширину мозаичности и, следовательно, сравнительно низкую разрешающую способность по длине волны. Кроме того, при работе с характеристическим излучением рентгеновской трубки брэгговский угол монохроматора настраивается на длину волны характеристической линии в первом порядке отражения, а интенсивность высших гармоник, которые могут проходить через монохроматор, обусловлена лишь тормозным излучением, и поэтому пренебрежимо мала по сравнению с интенсивностью линии характеристического излучения.

Совершенно другая ситуация в случае синхротронного излучения. В рентгеновском диапазоне непрерывного спектра СИ потоки фотонов с разной энергией (длиной волны) имеют приблизительно один порядок величины, поэтому интенсивность высших гармоник, пропускаемых кристалл-монохроматором, может быть сравнима с интенсивностью основного отражения. В результате монохроматизированный кристаллом пучок рентгеновских лучей, полученный из белого спектра СИ, будет содержать набор кратных длин волн, которые при взаимодействии с исследуемым образцом могут сильно искажать результаты эксперимента. Кроме того, монохроматор должен отобрать из непрерывного спектра СИ очень узкую полосу с нужной длиной волны и спектральным разбросом не более ширины характеристической спектральной линии, которая была бы у излучения рентгеновской трубки с соответствующим анодом (т. е.  $\Delta\lambda/\lambda \approx 0,001-0,002$ ). Поэтому для монохроматора синхротронного излучения наряду с высокой отражательной способностью очень важна узкая спектральная полоса пропускания.

Если выбирать монохроматоры по величине отражательной способности, то из кристаллов приведенных в табл. 3.6 наибольший интерес представляют совершенные кристаллы кремния и германия, а также сильно мозаичный пиролитический графит. Отражающая способность единицы объема очень высока для плоскости (111) кристалла Ge и плоскости (0002) кристалла пирографита. Она заметно меньше у плоскости (111) кристалла Si. В практике лабораторного рентгеноструктурного анализа очень широко применяются монохроматоры из пиролитического графита, который из-за большой ширины мозаичности (ширина кривой качания около  $0.5^\circ$ и даже больше) обладает широкой приемной апертурой, а следовательно большой интегральной отражательной способностью, если на него падает пучок расходящихся рентгеновских лучей. Однако, вследствие малой вертикальной расходимости пучка синхротронного излучения, широкая приемная апертура мозаичных кристаллов пирографита для монохроматизации СИ не нужна, а интенсивность пучка монохроматизированного таким кристаллом оказывается невелика из-за низкой пиковой отражательной способности. Кроме того, свойства псевдо-кристалла пирографита могут сильно меняться от точки к точке поверхности, что может нарушать однородность пучка излучения или сильно менять его интенсивность при перенастройке монохроматора от одной длины волны к другой. Поэтому пирографит исключительно редко применяется для монохроматизации синхротронного излучения, хотя такие случаи известны (см. например, Straube et al., 1998)<sup>1</sup>). Напротив, совершенные кристаллы обладают малой приемной апертурой, но их свойства неизменны по всему объему, а пиковая отражательная способность близка к теоретической.

С точки зрения *спектрального разрешения*, судя по собственной ширине отражения, для отбора монохроматического излучения из синхротронных пучков наиболее подходят совершенные кристаллы германия и кремния, значения собственной

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Применение мозаичных кристаллов в качестве монохроматоров целесообразно в тех случаях, когда главным образом требуется высокая интенсивность пучка, а энергетическая ширина не имеет большого значения. Спектральная ширина полосы отбираемой такими кристаллами оказывается значительно больше той, которая определяется дарвиновской шириной. Например, для плоскости (0002) гексагонального кристалла графита с типичной разориентацией блоков 0,5° получается спектральное разрешение 718 эВ при длине волны 1 Å. Отражение от плоскости (0004) графита обладает меньшей шириной и дает разрешение 346 эВ. Но двухкристальный графитовый (0002) монохроматор в антипараллельной установке дает интесивность пучка в 72 раза выше по сравнению с подобным монохроматором на кристаллах (111) кремния.

ширины кривой отражения которых, рассчитанные по дарвиновской ширине кривой качания, приведены в табл. 3.7.

Таблица 3.7. Собственная ширина отражения и спектральная разрешающая способность для некоторых рефлексов кристаллов Si и Ge на длине волны 1,54 Å (Matsushita and Hashizume, 1983)

Кристалл	hkl	$\omega_0$ (мрад)	$\Delta E/E( imes 10^4)$
Кремний	111	0,036	1,41
	220	0,027	0,604
	311	0,016	0,290
Германий	111	0,079	3,264
	220	0,060	1,446
	311	0,035	0,692

Относительное спектральное разрешение этих кристаллов по порядку величины составляет  $10^{-4}$  или 1,2 эВ при длине волны 1 Å. Реально, из-за несовершенства геометрии синхротронного пучка, эта величина оказывается на порядок больше собственной разрешающей способности, оцениваемой по дарвиновской кривой отражения <sup>1</sup>). Но этого оказывается вполне достаточно, чтобы вырезать спектральную полосу, которую для целей дифракционного эксперимента или рентгеновской спектрометрии можно считать приблизительно монохроматической линией.

Следует обратить внимание на то, что германий имеет скачок поглощения при энергии 11,1 кэВ, что приводит к резкому падению интенсивности при отборе излучения с длиной волны ниже 0,9 Å. Поэтому для работы в диапазоне энергий (длин волн) рентгеновских лучей от 5 кэВ ( $\lambda = 2,4796$  Å) до 20 кэВ ( $\lambda = 0,62$  Å) применение кристаллов Ge нежелательно, несмотря на их значительно более высокую отражательную способность, и лучше пользоваться кристаллами кремния.

Отражательная способность и ширина дифракционных пиков от совершенных кристаллов кремния показана на рис. 3.33.

Реальные существующие совершенные кристаллы отличаются от идеальных, которые рассматриваются теорией Дарвина, поэтому для них имеет место некоторое (вполне объяснимое) отличие экспериментально наблюдаемых дифракционных пиков от предсказываемых теорией. Например, отражательная способность совершенных кристаллов ослабляется поглощением. Хотя это ослабление невелико, но оно проявляется в небольшом отличии отражательной способности в пике от единицы, что показано на рис. 3.33 (вершина отличается от горизонтальной прямой линии). Ширина пиков, как видно из рис. 3.33, уменьшается с увеличением порядка отражения. Положение реально наблюдаемого пика, как правило, сдвинуто относительно идеального брэгговского угла. Причиной этого сдвига является отличие коэффициента преломления рентгеновских лучей от единицы.

Следует отметить, что этот эффект сдвига положения пиков от разных порядков отражения используется на практике для подавления интенсивности высших гармоник, о чем мы еще будем говорить дальше.

**3.3.3.3. Двухкристальные монохроматоры.** Из-за особенностей устройства источников СИ и свойств излучения по сравнению с излучением рентгеновских

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Например, кремниевый монохроматор, установленный на пучке от поворотного магнита накопительного кольца NSLS, (энергия ускорителя 2,5 ГэВ, критическая энергия излучения  $\varepsilon_c = 5,04$  кэВ), из-за расходимости пучка дает разрешение на порядок хуже, чем собственное разрешение кристалла.



Рис. 3.33. Зависимость отражательной способности для нескольких порядков отражения совершенным кристаллом Si от отклонения от идеального брэгговского угла. Ширина пиков отражения высших порядков меньше. Смещение центра пиков обусловлено отличием коэффициента преломления от единицы. Отличие отражательной способности от единицы в центре пика (скос дарвиновского столика) связано с поглощением лучей в кристалле. (Перерисовано из Hart and Berman, 1998)

трубок техника монохроматизации синхротронного излучения имеет ряд особенностей. Есть три очевидные причины для этих особенностей: (1) огромная мощность СИ, создающая при поглощении большие тепловые нагрузки на кристаллы, требует принудительного охлаждения; (2) невозможность двигать в пространстве источник излучения требует перемещать пучок рентгеновских лучей к образцу с помощью оптики, в том числе и с помощью монохроматоров; (3) поляризация пучка в горизонтальной плоскости заставляет располагать плоскости дифракции кристаллов вертикально, чтобы минимизировать потери интенсивности и изменение интенсивности из-за влияния поляризационного множителя при перестройке на другую длину волны<sup>1</sup>). Очевидно, что при монохроматизации пучка СИ одним кристаллом с вертикально расположенной дифракционной плоскостью выходящий пучок будет отклоняться от горизонтальной плоскости (см. луч  $R_1$  на рис.3.34) и работать с ним будет практически невозможно, так как придется поднимать и наклонять измерительную установку, что было бы весьма затруднительно.

Поэтому для отбора излучения в синхротронных каналах, как правило, применяют двухкристальные монохроматоры (Kohra & Ando, 1980), позволяющие менять пространственное положение пучка отобранного излучения относительно первичного пучка СИ, не меняя его направления.

Принцип действия двухкристального монохроматора с параллельной установкой двух одинаковых кристаллов показан на рис. 3.34. Такая схема расположения кристаллов называется (см. Пинскер, 1982) бездисперсионной схемой дифракции (+n, -n) или установкой кристаллов (+1, -1). Для прохождения пучка лучей между кристаллами и разделения входящего и выходящего пучков дифрагирующие плоскости кристаллов смещаются друг относительно друга на несколько сантиметров. Поскольку для монохроматизации синхротронного излучения чаще всего применяются совершенные кристаллы, обладающие почти единичной пиковой отражательной способностью, то добавление второго кристалла мало влияет на интенсивность выходящего пучка.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Плоскостью дифракции (или дифракционной плоскостью), по аналогии с плоскостью отражения в оптике, обычно называют плоскость, в которой лежат падающий и отраженный лучи и нормаль к отражающей атомной плоскости кристалла.



Рис. 3.34. Принципиальная схема хода пучка лучей в двухкристальном монохроматоре. Монохроматизация производится двумя одинаковыми кристаллами  $M_1$  и  $M_2$  в антипараллельном положении (нормали +1 и -1 кристаллов направлены в противоположные стороны). Входная щель S обрезает пучок SR «белого» синхротронного излучения до размера апертуры первого кристалла. Луч R, лежащий в горизонтальной плоскости, после отражения от кристалла уходит из горизонтальной плоскости в направлении  $R_1$ . Кристалл  $M_2$  поворачивает луч  $R_1$  так, что пучок монохроматических рентгеновских лучей (X-rays) снова направлен горизонтально и параллельно лучу R

Простейшей конструкцией такого монохроматора является монохроматор прорезного типа, который изготавливается из толстого монокристаллического блока какого-либо совершенного кристалла (см. табл. 3.6) путем прорезки в нем канала параллельно выбранной для отражения кристаллографической плоскости. Таким образом получаются как бы два жестко связанных друг с другом параллельных кристалла, действующие при отражении аналогично схеме, показанной на рис. 3.34. Такой монохроматор прост в изготовлении, управляется одним механизмом наклона, надежен и прост в работе, но имеет один серьезный недостаток по сравнению с другими конструкциями двухкристальных монохроматоров. Фиксированное расстояние и жесткая связь между кристаллами приводит к тому, что, начиная с некоторых брэгговских углов, часть лучей, отраженных кристаллом  $M_1$ , перестает попадать на кристалл  $M_2$  и интенсивность мнохроматизированного пучка в направлении R'падает. Это сильно ограничивает диапазон длин волн, в котором может работать такой монохроматор.

Диапазон действия двухкристального монохроматора можно расширить, если собрать его из двух одинаковых сравнительно тонких безмозаичных монокристаллических пластин, расстояние между которыми можно менять. Если каждый из кристаллов еще обеспечить и собственным механизмом наклона, то можно реализовать идею фильтрации высших гармоник, о которой упоминалось при рассмотрении рис. 3.33. Поскольку ширина кривых качания совершенных кристаллов убывает с ростом порядка отражения и гармоники смещены в сторону уменьшения брэгговского угла, то небольшим отклонением второго кристалла от точного брэгговского положения (на угол порядка 1") в сторону основной гармоники можно значительно ослабить интенсивность отражений высшего порядка (см. рис. 3.33) почти без ослабления интенсивность отражения. Этот метод, известен как метод разъюстировки второго кристалла в двухкристальном монохроматоре и им часто пользуются на практике для борьбы с высшими гармониками при работе с СИ. Отклонение кристалла на столь малые углы обычно осуществляют с помощью прецизионного пьезо-электрического привода (см., например, Ковальчук и др., 1999).

Как прорезной, так и рассмотренный раздельный двухкристальный монохроматоры обладают общим недостатком, заключающемся в пространственном смещении пучка при изменении длины волны. При перестройке на другую длину волны и изменении угла наклона кристаллов в этих монохроматорах происходит вертикальное смещение d выходящего монохроматизированного пучка, как показано на рис. 3.35, 1. При повороте кристаллов двухкристального монохроматора положение выходящего пучка  $R_1$  относительно первичного пучка SR меняется, как  $h = 2a \cos \theta$ , где a обозначает расстояние между отражающими поверхностями кристаллов. При небольших изменениях угла вертикальное смещение d выходящего пучка незначительно (например, d = 0,2 мм при изменении длины волны от 1,50 Å до 1, 49 Å при расстоянии между кристаллами a = 25 мм), но при больших изменениях угла пучок может выйти за пределы исследуемого образца в экспериментальной станции, поэтому необходима либо механическая вертикальная корректировка положения измерительной установки вместе с образцом, либо коррекция положения пучка.



Рис. 3.35. Смещение луча СИ по поверхности кристалла  $M_2$  и по высоте при перестройке монохроматора на другую длину волны. Вариант (1) соответствует кристаллам, расположенным параллельно на фиксированном расстоянии *a* друг от друга, например, как в случае кристалла монохроматора из монокристаллического блока с прорезанным параллельным каналом. При перестройке длины волны от  $\lambda_1$  к  $\lambda_2$  (монохроматор поворачивается из положения  $M_1$  в  $M_2$ ) в этом варианте монохроматический пучок смещается из положения  $R_1$  в  $R_2$ . Вариант (2) соответствует монохроматору с фиксированным положением выходящего пучка. В этом случае кристаллы параллельны друг другу, но могут независимо перемещаться вдоль направления SR (расстояние *а* между кристаллами, естественно, при этом меняется). Одновременное с поворотом монохроматора смещение второго кристалла в положение  $M'_2$  позволяет удерживать неизменным положение выходящего пучка

В принципе, разъюстировку дифракционной системы из-за изменения высоты пучка при перестройке длины волны (изменения брэгговского угла монохроматора  $\theta_M$ ) можно компенсировать вертикальным смещением сборки образец-детектор в измерительной установке (рентгеновском дифрактометре или спектрометре). Чтобы избежать такой сложной юстировки измерительной системы, часто имеющей большой вес и размеры, разработаны специальные схемы двухкристальных монохроматоров с раздельными кристаллами, в которых выходящий пучок остается на месте при изменении длины волны (двухкристальные монохроматоры с фиксированным положением выходящего пучка). Корректировку высоты положения выходного пучка можно осуществить несколькими вполне очевидными из рис. 3.35 способами. Например, можно изменять высоту расположения отражающей плоскости выходного кристалла

при постоянном положении первого кристалла. Можно смещать или первый, или второй кристалл монохроматора вдоль направления первичного пучка. Правда, в обоих вариантах выходящий пучок, оставаясь на одной и той же высоте, будет переходить к новым участкам на выходном кристалле. Поэтому для сохранения параметров выходного пучка при перенастройке монохроматора необходимо, чтобы свойства второго кристалла были одинаковы по всей поверхности. Это условие для совершенных кристаллов выполняется автоматически. Несмотря на конструкционное различие механизмов с вертикальным подъемом или горизонтальным перемещением второго кристалла, общим для них является то, что для сохранения неизменного положения выходящего пучка расстояние а между кристаллами меняется по закону  $a = h/(2\cos\theta_M)$ , где h необходимая высота выходящего пучка. Одна из первых конструкций двухкристального монохроматора с фиксированным положением выходящего пучка была впервые описана в работе Paratt (1959). Достоинством такого монохроматора является то, что положение выходящего пучка остается неизменным при изменении угла отбора, как, например, показано на рис. 3.35, 2, и не требуется переюстировки дифрактометра или положения исследуемого образца. В монохроматорах, разработанных в Институте кристаллографии им. А.В.Шубникова РАН, для этой цели используется перемещение одного или обоих кристаллов монохроматора вдоль направления пучка СИ при изменении длины волны выбираемого излучения (см. Ковальчук и др., 1999).

**3.3.3.4. Применение изогнутых кристаллов для фокусировки пучков СИ.** Расстояния от источника до монохроматора, на источниках СИ бывают порядка 10–20 м, а иногда в несколько раз больше, поэтому сечение пучка в месте расположения исследуемого образца может достигать 10–20 см на один миллирадиан угла расходимости пучка даже в случае точечного источника излучения. Может получиться так, что в случае маленьких образцов, с которыми чаще всего работают при рентгеноструктурном и рентгеноспектральном анализах, будет использоваться лишь малая часть сечения пучка рентгеновских лучей. Эффективность использования пучка особенно снижается в горизонтальной плоскости, где расходимость намного больше, чем в вертикальном направлении. Поэтому в практике дифракционных и спектральных исследований на синхротронном излучении широкое применение нашла фокусировка пучка в горизонтальном направлении с помощью изогнутых зеркал или кристаллов.

Изогнутые кристаллы по сравнению с рентгеновскими зеркалами, которые будут рассмотрены в следующем параграфе, имеют то преимущество, что углы отражения от них существенно больше, а, следовательно, и приемная апертура (т.е. угол раствора входящего пучка лучей, который может попасть на монохроматор и быть отраженным кристаллом) больше. Поэтому при одном и том же сечении входящего пучка размеры кристалла могут быть значительно (в десятки раз) меньше размеров зеркала, а требования к шероховатости и гладкости поверхности дифрагирующего кристалла существенно менее строги, чем в случае зеркал. Кроме того, кристаллы намного легче использовать для отбора коротковолнового излучения, когда критический угол полного отражения зеркала особенно мал.

Треугольная форма кристалла позволяла избегать вертикального искривления плоскости кристалла при его изгибе точечным приложение силы. Если необходимо менять длину волны отбираемого излучения, то после такого фокусирующего кристалла требуется второй кристалл небольшого размера для монохроматизации. Недостатком использования такого триангулярного кристалла заключается в необходимости использовать очень длинные кристаллы большой площади, чтобы изготовить монохроматор с достаточно широкой приемной апертурой, который создавал бы в фокусе однородное пятно. При этом полезной оказывается лишь малая часть
площади кристалла, так как при использовании всей плоскости треугольника от основания до вершины излучение в сфокусированном пятне окажется неоднородным.



Источник

Рис. 3.36. Фокусирующий кристалл с вертикальной осью изгиба (рисунок заимствован из книги Coppens et al., 1992) Для фокусировки пучков рентгеновских лучей применяют метод дифракции от упруго изогнутого монокристалла. Существует несколько способов такой фокусировки. В случае, когда не требуется менять длину волны, для осевой фокусировки очень эффективным может быть экваториально изогнутый кристалл (т.е. изогнутый вокруг вертикальной оси), как показано в работе Lemonier et

al. (1978), где применялся цилиндрический изгиб монокристаллической пластины в форме равнобедренного треугольника с зажатым основанием путем приложения изгибающего усилия к его вершине (см. рис. 3.36). Чаще всего в системах двухкристальных монохроматоров применяется более совершенный метод фокусировки сагиттально изогнутым прямоугольным кристаллом. Для осевой фокусировки пучка в горизонтальной плоскости один из кристаллов двухкристального монохроматора изгибают в виде желоба (так называемый, сагиттальный изгиб), ось которого параллельна дифракционной плоскости монохроматора. Одна из конструкций фокусирующего двухкристального монохроматора с фиксированным положением выходящего пучка рассмотрена, например, в работе Mills et al. (1986). В этой конструкции для простоты упругого изгиба хрупкого кристалла нижняя часть слоя монокристаллической пластины срезается в виде треугольника (см. рис. 3.37), а над этим слоем оставляется часть пластины прямоугольной формы. В прямоугольной части пластины делаются параллельные прорези на глубину до треугольного слоя. Нижний треугольный слой монокристаллической пластины используется для создания триангулярного изгиба без образования седлообразного искривления плоскости, также как в только что рассмотренном варианте рис. 3.36. Верхний сегментированный слой пластины используется в качестве брэгговского дифракционного отражателя.

Треугольная подложка обеспечивает изгиб кристалла без седлообразного искажения плоскости, а прорези в верхнем прямоугольном слое позволяют избежать значительных деформаций кристаллической решетки монохроматора при изгибе. Изготовленный таким образом кристалл устанавливается в монохроматор так, что сегментирующие прорези располагаются параллельно дифракционной плоскости, как изображено на рис. 3.38, е, а основание фиксируется в консольном зажиме. При отсутствии воздействия на кристалл он работает как обычный плоский монохроматор, и параллельный пучок синхротронного излучения проходит через него к цели без изменения горизонтального размера, как показано на рис. 3.38, а. Путем нажима на площадку в вершине треугольника можно менять кривизну отражающей поверхности кристалла и фокусировать пучок в горизонтальном направлении. Отбор нужной длины волны рентгеновских лучей таким сагиттально изогнутым кристаллом можно осуществлять, устанавливая получающийся при изгибе «желоб» под нужным брэгговским углом. Авторами указанной выше работы с помощью сагиттально изогнутого кристалла отбиралось монохроматическое рентгеновское излучение в диапазоне энергий от 8 до 16 кэВ.

В проекте оборудования канала синхротронного излучения для рентгеноструктурного анализа монокристаллов белков на источнике КИСИ в Курчатовском институте (Арутюнян и др., 1999) для фокусировки в горизонтальной плоскости используется



Рис. 3.37. Конструкция сегментированного кристалл-монохроматора с триангулярным сагиттальным изгибом дифрагирующей поверхности. (рисунок перерисован из книги Coppens et al., 1992) Схема работы данного кристалла в качестве второго кристалла двухкристального монохроматора показана на рис. 3.38



Рис. 3.38. Принцип действия сагиттально фокусирующего кристалла. (*a*) ход пучка праллельных лучей в двухкристальном монохроматоре с плоскими кристаллами; (*б*) фокусировка пучка параллельных лучей двухкристальным монохроматором с сагиттально изогнутым вторым кристаллом; (*в*) фокусирующее действие сагиттально изогнутого треугольного кристалла; (*г*) фокусировка сагиттально изогнутым сегментированным кристаллом конструкции рис. 3.37

сагиттальный изгиб второго кристалла монохроматора по схеме рис. 3.38, *в*, принцип которого подробно изложен в статьях Sparks et al. (1980); (1982) Подробное изложение и расчет фокусировки, выполненный Д. М. Хейкером приведен статье Арутюнян и др. (1999), а конструкция описана в статье Ковальчук и др. (1999).

Расчет кривизны, необходимой для получения нужного сечения пучка в зависимости от расстояний между источником излучения и кристаллом, а также между кристаллом и образцом проводится по тем же формулам, которые используются для оценки фокусировки рентгеновскими зеркалами (см. формулы (3.16) и (3.17), а также, например, книгу Мишетт (1981)).

3.3.4. Рентгеновские зеркала. Рассмотренная в предыдущем разделе дифракционная монокристальная оптика брэгговского отражения боле или менее известна специалистам, имеющим опыт работы с рентгеновскими лучами от лабораторных источников, но гораздо меньше они знают об отражательной оптике типа рентгеновских зеркал, которые в лабораторных установках практически не применяются. Причина в том, что рентгеновские зеркала эффективно работают только с пучками параллельных или почти параллельных рентгеновских лучей, которые крайне редко получаются или применяются в лабораторных рентгеновских дифрактометрах и спектрометрах. Кроме того, из-за своего физического принципа рентгеновские зеркала полного внешнего отражения имеют очень большую длину (до 1,5 м), часто превосходящую размеры самих лабораторных установок, поэтому применения в них не получили. Лишь в последние годы появились рентгено-оптические элементы на основе многослойных тонкопленочных структур сравнительно малого размера, в которых используется комбинация принципов брэгговской и зеркально отражающей оптики и которые способны работать с расходящимися пучками рентгеновских лучей. Указанные причины, препятствующие использованию отражательной оптики в лабораторных установках с рентгеновскими трубками, полностью отсутствуют при работе на источниках СИ, где рентгеновские зеркала нашли очень широкое применение. Такие зеркала служат фильтрами для отсечения высших порядков отражения (высших гармоник) проникающих через кристалл-монохроматор и серьезно затрудняющих анализ результатов измерений. Но главной функцией рентгеновских зеркал является фокусировка пучка рентгеновских лучей, которая достигается за счет использования слегка изогнутых зеркал.

Действие рентгеновских зеркал основано на эффекте полного внешнего отражения рентгеновских лучей от гладкой поверхности, который был рассмотрен в § 1.3.1. Показатель преломления n для рентгеновских лучей описывается комплексной функцией от амплитуд рассеяния (см., например, Джеймс, 1950; Иверонова и Ревкевич, 1978; Coppens, 1992 или Hart & Bermann, 1998, а также § 6.7.5), как

$$n = 1 - \delta - i\beta, \tag{3.25}$$

где член  $\alpha$  для вещества, состоящего из разных атомов, определяется, как

$$\delta = \frac{\lambda^2 r_e}{2\pi} \sum_{\text{atoms}} (Z_k + f'_k) N_k.$$
(3.26)

Символ  $Z_k$  в этой формуле обозначает номер в периодической таблице элементов для атома сорта k,  $\lambda$  длина волны рентгеновских лучей,  $r_e$  классический радиус электрона по Томсону,  $N_k$  число атомов типа k в единице объема, а f' является действительной частью атомного фактора аномального рассеяния (см. § 1.7.2.2).



Рис. 3.39. Отражательная способность (коэффициент отражения) кремниевого и платинового зеркал для рентгеновских лучей с энергией 10 кэВ и соответствующая глубина проникновения рентгеновских лучей в материал зеркала (б). Рисунок из статьи Hart & Berman, (1998)

Величина  $\beta$  в функции (3.25) учитывает поглощение рентгеновских лучей и дается выражением

$$\beta = \frac{\lambda \mu}{4\pi},\tag{3.27}$$

в котором *µ* — линейный коэффициент поглощения.

Если пренебречь поглощением (т.е. считать, что  $\beta = 0$ ), то *критический угол* полного отражения рентгеновских лучей  $\theta_c$  представляется в виде

$$\cos \theta_c = n_{\rm II} = 1 - \delta. \tag{3.28}$$

С учетом малости угла и того, что  $\cos \theta_c = (l - \sin^2 \theta_c)^{1/2} \approx 1 - \theta_c^2/2$ , критический угол полного отражения можно выразить простой формулой

$$\theta_c \approx \sqrt{2\delta}$$
 (3.29)

или

$$\theta_c \text{ [pag]} = 0.00234\lambda \sqrt{\rho Z/A}, \qquad (3.30)$$

где A — атомный вес, а  $\rho$  — плотность отражающего материала [г/см<sup>3</sup>]. Значение квадратного корня из Z/A в периодической таблице меняется очень медленно и монотонно, от алюминия до платины это изменение не превышает 10% (см. табл. 6.7), тогда как плотность материалов меняется в разы <sup>1</sup>). Поэтому при данной длине волны величина  $\theta_c$  приблизительно пропорциональна корню квадратному из плотно-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Благодаря малости изменения  $(Z/A)^{1/2}$  для элементов периодической таблицы, величину критического угла отражения можно приближенно оценить по простой формуле  $\theta_c = 1.6\lambda\sqrt{\rho}$ , где угол измеряется в [мрад], длина волны в [Å], а плотность в [г/см<sup>3</sup>].

сти материала. Отражательная способность рентгеновских зеркал при одном и том же угле скольжения лучей сильно зависит от атомного номера его материала (см. рис. 3.39, *a*). По этой причине рентгеновские зеркала часто покрывают тяжелыми металлами, такими как золото или платина, чтобы максимально увеличить угол скользящего падения и уменьшить общую длину зеркала, необходимую для захвата всего сечения пучка синхротронного излучения.



Рис. 3.40. Отражательная способность зеркала, как функция отношения угла скользящего падения к критическому углу полного внешнего отражения. Верхняя линия соответствует случаю, когда поглощение отсутствует. Нижняя кривая соответствует случаю  $\beta/\alpha = 0,12$   $(n = 1 - \alpha - i\beta)$ . На графике отмечается резкое падение отражательной способности при углах падения выше критического угла (рисунок заимствован из книги Coppens et al., 1992)

Отражательная способность зеркала описывается уравнениями Френеля <sup>1</sup>). Для рентгеновских лучей за пределами критического угла она резко падает (но не до нуля). Ниже критического угла отражательная способность рентгеновского зеркала должна быть равна единице, если поглощение равно нулю ( $\beta = 0$ ), но уменьшается, если поглощение становится значительным, как показано на рис. 3.40.

Поскольку, согласно выражению (3.30), критический угол  $\theta_c$  пропорционален величине  $\lambda$ , то зеркало, установленное под таким углом к падающему лучу, будет отсекать длины волн, для которых *критический угол* меньше и полностью отражать длинноволновую часть спектра.

Это означает что зеркало действует как фильтр, обрезающий коротковолновую часть спектра, и поэтому используется для отсечения высших гармоник. Однако свойство уменьшения  $\theta_c$  с уменьшением  $\lambda$ , которое очень полезно для фильтрации высших гармоник, оказывается существенным препятствием использованию зеркал пол-

ного внешнего отражения для работы с жесткими рентгеновскими лучами. Оно сильно затрудняет применение зеркал при длинах волн меньше 0,9 Å. Значения критических углов скользящего падения, при которых происходит полное внешнее отражение рентгеновских лучей для некоторых материалов, из которых обычно делают рентгеновские зеркала, приведены в табл. 3.8.

В табл. 3.9 в качестве примера приведены данные, демонстрирующие уменьшение критического угла при уменьшении длины волны рентгеновских лучей.

На многих источниках СИ используются зеркала изготовленные из монокристаллического кремния или кварца. Вполне подходит для изготовления рентгеновских зеркал аморфное полированное стекло. Как показано в работе Арутюнян и др. (1999), расчетная величина  $\theta_c$  при  $\lambda = 1,54$  Å стекла (SiO<sub>2</sub>) составляет ~ 4,0 мрад. Экспери-

<sup>1</sup>) Уравнения Френеля имеют вид (Hendrix et al., 1979):

$$r_p = \frac{\varepsilon \sin i - (\varepsilon - \cos^2 i)^{1/2}}{\varepsilon \sin i + (\varepsilon - \cos^2 i)^{1/2}}, \quad r_s = \frac{\sin i - (\varepsilon - \cos^2 i)^{1/2}}{\sin i + (\varepsilon - \cos^2 i)^{1/2}},$$
$$R_p = r_p^* r_p, \quad R_s = r_s^* r_s,$$

где *i* обозначает угол скользящего падения лучей на поверхность зеркала,  $r_s$  и  $r_p$  являются отражательными способностями соответственно для лучей с  $\sigma$  и  $\pi$  поляризацией, а  $\varepsilon$  обозначает мнимую часть диэлектрической постоянной среды.

Таблица 3.8. Критические углы для рентгеновских лучей с энергией 10 кэВ ( $\lambda \approx 1,24$  Å) при 50% отражении для некоторых зеркальных материалов (из статьи Hart & Berman (1998))

Материал	Кремний	SiO <sub>2</sub>	Медь	Золото	Платина
$egin{array}{l}  heta_{c} \ (^{\circ}) \  heta_{c}, \ ({ m мрад}) \end{array}$	0,1817	0,1812	0,3149	0,4407	0,4623
	3,17	3,16	5,50	7,69	8,07

Таблица 3.9. Критические углы отражения кремнием при различных энергиях рентгеновского излучения (из статьи Hart & Berman (1998))

Энергия (длина волны)	10 кэВ ( $\lambda \approx 1,24$ Å)	15 кэВ $(\lambda \approx 0.83 \text{ Å})$	$\begin{array}{c} 20 \hspace{0.1 cm} {}_{ ext{K}  eq B} \ (\lambda pprox 0,62 \hspace{0.1 cm} \text{Å}) \end{array}$	$\begin{array}{c} 25 \hspace{0.1 cm}$ кэВ $(\lambda pprox 0,5 \hspace{0.1 cm} \text{Å}) \end{array}$	$30$ кэВ $(\lambda \approx 0.41 \text{ Å})$
<i>θ</i> <sub>c</sub> (°)	0,1817	0,1211	0,0909	0,0727	0,0606
<i>θ</i> <sub>c</sub> (мрад)	3,17	2,11	1,59	1,27	1,06

ментальное определение кривой отражения на этой длине волны (см. рис. 3.41) дало значение критического угла  $\theta_c = 3,92$  мрад. Эффективность отражения стеклянного зеркала составляла более 80% при измерении на длине волны  $\lambda$  (Cu $K\alpha$ ) = 1,54 Å при угле падения  $\theta < 3,76$  мрад или на длине волны  $\lambda = 1,0$  Å при угле  $\theta < 2,44$  мрад.

Однако углы отражения стеклянных, кварцевых или кремниевых зеркал очень малы, что сильно затрудняет, как работу с ними, так и их изготовление. Даже малейшая ошибка в установке угла отражения сильно ухудшает эффективность зеркала, а при углах отражения порядка десяти угловых минут это предъявляет чрезвычайно высокие требования к механике юстировки зеркала. Кроме того, при столь малых углах отражения очень важным оказывается требование высочайшей гладкости поверхности и правильности формы зеркала. Для обеспечения хорошего качества пучка и высокой отражательной способности погрешности формы зеркала должны быть меньше вертикальной расходимости падающих лучей, которая, обычно, имеет порядок микрора-



Рис. 3.41. Экспериментальная кривая отражения от поверхности полированной стеклянной пластины для излучения с длиной волны  $\lambda = 1,54$  Å (см. Арутюнян и др., 1999)

диан. Микронеровности на поверхности рентгеновского зеркала не должны превышать 50–100 Å (см. Caciuffo et al., 1987), а шероховатость поверхности должна быть сравнима с межатомными расстояниями в материале зеркала, т. е. должна быть порядка 1 Å. Из-за малости критических углов отражения рентгеновские зеркала приходится делать очень длинными, чтобы обеспечить им величину приемной апертуры, захватывающей все сечение падающего пучка лучей. Максимальная апертура зеркала не может превышать  $\theta_c$  (иначе условие полного отражения не будет выполняться для всех лучей пучка), поэтому, например, для захвата всего излучения от точечного источника излучения с расходимостью лучей 2 мрад при угле скольжения 3 мрад на расстоянии 15 м требуется зеркало длиной 1 м. Отсюда можно представить, как трудно изготовить хорошее рентгеновское зеркало. По этим причинам

прибегают к покрытию поверхности рентгеновских зеркал тяжелыми элементами, увеличивающими угол отражения и позволяющими слегка облегчить чрезвычайно суровые технические требования. Например, угол отражения кварцевого зеркала ( $\theta_c = 5,1$  мрад на длине волны  $\lambda = 1,54$  Å) после покрытия слоем золота увеличивается вдвое ( $\theta_c \approx 10$  мрад на длине волны  $\lambda = 1,54$  Å), и вдвое облегчаются требования к шероховатости и форме.

Так как действие зеркала определяется поверхностным слоем толщиной порядка 100-500 Å (см. рис. 3.39), то рентгеновские зеркала часто изготавливают из материала, хорошо поддающегося полировке и обладающего необходимыми термомеханическими свойствами, например, из меди, кремния, карбида кремния, двуокиси кремния различных стекол или нержавеющей стали, а на изготовленную из этого материала поверхность наносят тончайший слой из тяжелого металла. Слой может быть очень тонким, так как глубина проникновения рентгеновских лучей в поверхность зеркала для большинства применяемых в дифракционных экспериментах энергий рентгеновского излучения ничтожно мала и не превышает 100 Å. Из рис. 3.39, б видно, что кремниевое зеркало с покрытием из платины толщиной 500 Å должно действовать, как если бы оно было изготовлено целиком из платины. Термомеханические свойства кремния в сочетании с рентгенооптическими характеристиками платины придают зеркалу оптимальные свойства для работы в пучках интенсивного синхротронного излучения. Подложку зеркала, изготовленную из одного из указанных технологичных материалов, можно упруго изгибать в двух направлениях, а после нанесения на него отражающего слоя из материала с высокой плотностью зеркало может эффективно фокусировать пучки рентгеновских лучей, как в горизонтальном, так и вертикальном направлениях, что широко используется на практике.

В рентгеновской оптике используются зеркала самой разной формы, от простых плоских зеркал, применяемых для обрезания коротковолновой части спектра и борьбы с высшими гармониками, до сферических и тороидальных, которые, выполняя ту



Рис. 3.42. Схема фокусировки лучей плоским зеркалом, изогнутым в вертикальном направления (эллиптическое меридионально фокусирующее зеркало)

же функцию, что и плоское зеркало, еще и фокусируют пучок, повышая плотность потока фотонов на исследуемом образце. Такая фокусировка может осуществляться либо в вертикальном направлении, либо в горизонтальном направлении, а иногда в обоих направлениях сразу <sup>1</sup>). В зависимости от формы зеркала и типа фокусировки сложился профессиональный сленг для их названия.

Существуют и часто используются простые *плоские зеркала*. Упругий изгиб плосв фокусирующее зеркало, на-

кого зеркала по малому радиусу превращает его в фокусирующее зеркало, называемое эллиптическим зеркалом (см. рис. 3.42). Такие зеркала, отражающие в

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Подробно о фокусировке рентгеновских лучей можно прочитать, например, в книге Мишетт (1989).

вертикальном направлении (в меридонально расположенной плоскости рассеяния) принято называть *меридионально фокусирующими*. Радиус изгиба эллиптического зеркала<sup>1</sup>) рис. 3.42 можно рассчитать по формуле

Радиус изгиба эллиптического зеркала <sup>1</sup>) рис. 3.42 можно рассчитать по формуле (Howell and Horowitz, 1975)

$$R_m = \frac{2}{\sin \theta} \frac{F_1 F_2}{(F_1 + F_2)},\tag{3.31}$$

где  $F_1$  расстояние от зеркала до источника,  $F_2$  расстояние до точки фокусировки,  $\theta$  угол отражения, а все расстояния измеряются в метрах. Подобные зеркала могут использоваться и для фокусировки пучка в горизонтальном направлении. Без приложения изгибающей нагрузки такое зеркало работает как обычное плоское зеркало.

Технология изготовления рентгеновских зеркал очень сложна, трудоемка и дорога. К счастью, ширина принимаемых зеркалом пучков СИ сравнительно мала, и зеркалу не надо иметь большую ширину, поэтому плоские зеркала изготавливаются в виде длинных узких пластин, у которых ширина в 10–20 раз меньше длины, и обычно не превышает 10 см, а часто вдвое меньше. Для борьбы с провисанием из-за воздействия гравитационных сил длинная подложка зеркала либо делается тостой (порядка 5 см и более в зависимости от длины зеркала), либо склеивается или спаивается с металлическим основанием (обычно с медным, чтобы оно лучше отводило тепло от зеркала). Приложение изгибающих моментов к концам основания позволяет придавать зеркалу необходимую кривизну, обычно параболическую или эллиптическую. Для изгиба зеркал существует множество механизмов. Для прмера на рис. 3.43 и рис. 3.44 показаны реально действующие плоские изгибаемые зеркала с механизмами изгиба.



Рис. 3.43. Конструкция плоского параболически изгибаемого зеркала с автоматической системой изгиба. Длина 700 мм, толщина 40 мм и ширина 100 мм. Изгиб осуществляется торсионным механизмом с шаговым двигателем, который создает изгибающий момент с помощью разжатия рычагов, закрепленных на концах зеркала. Подобные зеркала с Pt покрытием установлены на каналах X14A и X14B источника СИ NSLS (Брукхевенская Национальная Лаборатория, США). (Fermé, 1997; Fermé & Dahan, 1998) — (изготовитель SESO, Франция)

Юстировка зеркал в рентгенооптических системах пучков синхротронного излучения из-за большой длины, малости угла отражения и многофакторности задачи юстировки, в которой приходится искать компромисс между положением и направлением пучков, их сечением и максимумом отражательной способности, является

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Rадиус  $R_m$  изгиба зеркала обычно измеряется километрами.



Рис. 3.44. Конструкция плоского изгибаемого зеркала с тремя полосами отражения (Pt, Si, Rh). Используется рычажный механизм изгиба. Зеркало рассчитано на работу при тепловых нагрузках до 0,4 Вт/мм<sup>2</sup>, поэтому имеет каналы водяного охлаждения. Ряд таких зеркал используется на источнике APS. Разработчик и изготовитель: Instrument Design Technology Ltd. (IDT), Англия. Адрес в Интернете: http://idtnet.co.uk/index\_home.htm

прецизионной и трудоемкой процедурой, занимающей очень много времени. Поэтому зеркала стараются выставить под оптимальным углом отражения, который удовлетворял бы большинству требований экспериментальной станции, и в дальнейшем их не трогают до тех пор пока характеристики зеркала не деградируют <sup>1</sup>).

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Может показаться, что зеркало настроенное на длину волны, например,  $\lambda = 1,0$  Å без дальнейшей перенастройки может применяться для отражения более длинных волн излучения, критические углы для которых больше, что не совсем так. Например, в работе (Арутюнян и др., 1999) показано, что стеклянное зеркало, установленное после кристалл-монохроматора под

Однако, часто требуется работать на разных длинах волн, отбираемых из широкого диапазона, выходящего за пределы характеристик зеркала с конкретным диапазоном углов $\theta < \theta_c$ . Чтобы не менять зеркало и не тратить на эту процедуру несколько дней, делают *многополосные плоские зеркала*, нанося на общую зеркальную подложку несколько полос покрытия из разных химических элементов.

Для примера на рис. 3.44 представлен вид трехполосного плоского изгибаемого зеркала с покрытиями из Pt, Si и Rh. При такой конструкции в одном блоке объединены сразу три зеркала с разными покрытиями, а переход от одной полосы к другой осуществляется очень быстро горизонтальным перемещением всего зеркала вместе с механизмом изгиба перпендикулярно направлению пучка рентгеновских лучей без нарушения юстировки и фокусировки <sup>1</sup>).

Как отмечалось выше плоские параболически изогнутые зеркала можно применять, как для вертикальной, так и горизонтальной фокусировки пучков.

Для получения остро сфокусированных пучков рентгеновских лучей очень часто применяют два последовательно расположенных параболически или эллиптически изогнутых или вышлифованных зеркала, развернутых друг относительно друга по оси на 90°, так называемая геометрия скрещенных зеркал (см. рис. 3.45).

Одно из зеркал отражает и фокусирует лучи в вертикальной плоскости, а второе в горизонтальной, причем каждое из них можно изгибать независимо. Эта простая схема, позволяющая легко фокусировать на образце пучки СИ в пятна микронного сечения, была реализована в Стэнфордском университете еще в 1948 году Киркпатриком и Байезом (Kirkpatrik and Baez, 1948) и с тех пор называется оптической парой Киркпатрика-Баеза. Условия фокусировки для этой пары можно проводить по формуле (3.31) для каждого зеркала отдельно. Для острой фокусировки пучков оптическая пара Киркпатрика-Баеза очень эффективна и обладает малыми геометрическими аберрациями, но существенный недостаток системы из двух последовательно установленных зеркал — очень большая длина, что не всегда позволяет встроить ее в линию пучка. По этой причине для фокусировки пучков часто применяют более компактные тороидальные зеркала.

Для горизонтальной фокусировки пучков, кроме рассмотренных выше изогнутых эллиптических зеркал, также используют *цилиндрические зеркала*. Эти зеркала об-

критическим углом для  $\lambda = 1,0$  Å будет эффективно отражать эту дину волны и практически полностью подавлять высшие гармоники  $\lambda/2$ ,  $\lambda/3$  и т. д., проходящие через кристалл-монохроматор. Однако, если монохроматор настраивается для отбора из пучка СИ большей длины волны (например,  $\lambda = 1,54$  Å), то это излучение, конечно, будет эффективно отражаться зеркалом, но будет отражаться и 7 % интенсивности второй гармоники ( $\lambda = 0,77$  Å), пропускаемой монохроматором. Поэтому чтобы зеркало выполняло одну из своих важных функций, то есть работало как средство подавления высших гармоник, оно должно каждый раз настраиваться на угол падения, близкий к критическому углу для рабочей длины волны.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Такой же способ тангенциального смещения зеркала часто используется и при работе с однополосными плоскими и эллиптическими зеркалами для продления их срока службы. Дело в том, что зеркала принимающие мощную тепловую и радиационную нагрузку, постепенно теряют отражательную способность (деградируют). Причина деградации в том, что облучаемая часть поверхности покрывается пленкой и разрушается остаточными молекулами вакуума, в ней создаются радиационные дефекты разного типа, а шероховатость и ровность поверхности нарушается из-за циклических термических колебаний. Деградировавшее зеркало требует ремонта или чистки поверхности. Чтобы продлить срок эффективной работы, используют зеркало с шириной в несколько раз превышающей ширину падающего на него пучка. При деградации рабочей полосы зеркала, оно посредством тангенциального смещения на ширину пучка лучей подставляет под пучок свежую полосу поверхности и продолжает эффективно работать даже без переюстировки.



Рис. 3.45. Схема оптической пары Киркпатрика–Байеза для фокусировки расходящегося пучка рентгеновских лучей с помощью двух скрещенных параболических фокусирующих зеркал полного внешнего отражения

ладают цилиндрической кривизной по короткой оси и действуют подобно рассмотренным выше сагиттально изогнутым кристаллам, с той разницей, что зеркало отражает не одну длины волны, а весь спектр СИ, удовлетворяющий условиям критического угла отражения  $\theta < \theta_c$ . Сделать такое зеркало упругим изгибом плоского зеркала по короткой оси при существующем соотношении длин очень трудно, поэтому их изготавливают цилиндрической вышлифовкой плоскости с осью цилиндра, параллельной длинной оси зеркала. Цилиндрическое зеркало устанавливается на пучок аналогично плоскому зеркалу с отражением в меридиональной плоскости (длинная ось вдоль пучка), выполняет все его функции, но дополнительно сжимает пучок в горизонтальном направлении. Если цилиндрическое зеркало упруго изогнуть по длинной оси, как делается в случае рассмотренного выше меридионально фокусирующего зеркала, то получится тороидальное зеркало, которое будет фокусировать пучок одновременно в вертикальной и горизонтальной плоскости. Без приложения изгибающей нагрузки тороидальное зеркало действует как обычное цилиндрическое зеркало, т.е. фокусирует пучок только в горизонтальном направлении. Для примера на рис. 3.46 показан вид реального тороидального зеркала, типа тех, которые используются для фокусировки рентгеновских пучков на источнике синхротронного излучения ESRF.

Из этой фотографии должно быть также понятно, что такое цилиндрическое зеркало. Схема фокусировки тороидальным зеркалом показана на рис. 3.47. Обычно сильная фокусировка требуется в горизонтальной плоскости, где расходимость пучка СИ велика, поэтому кривизна зеркала в плоскости перпендикулярной направлению падающего пучка должна быть сильной, тогда как вдоль направления пучка зеркало может иметь очень малую кривизну, поскольку вертикальная расходимость пучка СИ в вертикальном направлении на несколько порядков меньше, чем в горизонтальном. Радиусы кривизны изготавливаемого зеркала оцениваются исходя из геометрических размеров канала СИ, расстояния до исследуемого образца и размеров образца.

Соотношение между радиусами зеркал двойной кривизны с эллипсоидальными изгибами (рис. 3.47) для получения сходимости всех отраженных лучей в плоскости фокусировки может быть рассчитано (см., например, Coppens et al., 1992) для меридиональной фокусировки по формуле (3.31) и для горизонтальной (сагиттальной) фокусировки по формуле

$$R_s = \frac{R_m}{\sin^2 \theta},\tag{3.32}$$

где  $R_s$  радиус сагиттального изгиба, а  $R_m$  радиус меридионального изгиба (см. рис. 3.47). Так как величина угла скользящего падения  $\theta$  очень мала, то радиус



Рис. 3.46. Тороидальное зеркало с платиновым покрытием (толцина 500 Å), работающее на пучке ESRF/ID09, фокусирующее пучок «белого» рентгеновского излучения (полоса 5–39 кэВ) из вигглера для измерительной станции съемки методом Лауэ макромолекулярных кристаллов с разрешением по времени. Рабочий угол отражения 2,335 мрад. Размеры зеркала длина/ширина/высота = 1000/130/100 мм. Радиус цилиндра 64,53 мм. Диапазон регулировки радиуса изгиба в меридиональной плоскости  $R_m$  1,8–4,7 км. Фокусное расстояние  $F_2 = 26,8$  м. Минимальный размер пучка в точке фокуса 180 × 200 мкм. Без приложения изгибающей нагрузки данное зеркало работает как обычное цилиндирическое зеркало с радиусом сагиттальной кривизны 64,53 мм. Подробные сведения доступны в Интернете: http://www.esrf.fr/exp\_facilities/ID9/id9.html



Рис. 3.47. Геометрия фокусировки тороидальным зеркалом (взято из Bilderback, 1981)

изгиба для вертикальной фокусировки значительно больше, чем для горизонтальной. Типичными значениями радиусов являются 6 см для  $R_s$  и 1 км для  $R_m$ .

Поскольку радиус кривизны  $R_m$  так велик, то точная форма поверхности оказывается не существенной (т.е. будет сечение зеркала в плоскости отражения эллиптическим или круговым — не важно). Приведенные выше уравнения определяют оптимальное положение образца при заданных значениях  $F_1$  и  $R_s$  (см. рис. 3.47). Уравнения для других геометрий зеркала (а также изогнутого монохроматора) приводятся в работах Caciuffo et al. (1987), Мишетт (1989) или для частных случаев их можно найти в статье Арутюнян и др. (1999).

**3.3.4.1.** Многослойные пленочные структуры. Новый этап развития отражательной рентгеновской оптики, ведущий к совершенно новым возможностям в рентгеновской технике, начался в последнее десятилетие 20го века с развитием технологии создания искусственных многослойных тонкопленочных структур (МТПС). Сегодня рентгеновские оптические элементы на основе синтетических многослойных тонкопленочных структур применяются в качестве монохроматоров и коллиматоров как на пучках синхротронного излучения, так и во многих лабораторных рентгеновских установках, включая спектрометры, томографы и т.п., где успешно дополняют возможности монокристальных монохроматоров и рентгеновских зеркал скользящего отражения. Например, уже более половины вновь выпускаемых в мире современных рентгеновских дифрактометров стандартно комплектуются отражателями из синтетических многослойных структур и этот процент продолжает постоянно расти.



Рис. 3.48. Схема многослойного рентгеновского отражателя из n пар слоев. Отраженный пучок монохроматических лучей получается в результате интерференционного сложения лучей, отраженных слоями материала A, поэтому параметры  $\lambda$  и  $\theta$  должны удовлетворять уравнению Вульфа–Брэгга, а относительная толщина слоев материалов A и B, соответственно с высоким и низким значениями атомного номера Z, должны выбираться так, чтобы обеспечить оптимальную отражательную способность. Полная отражательная способность является векторной суммой комплексных коэффициентов отражения в каждой паре интерференций лучей с разной длиной хода

Рентгеновский отражатель на основе МТПС представляет собой стопку из ряда чередующихся тончайших слоев материалов с высоким и низким показателями преломления (см. рис. 3.48). Такая структура обладает трансляционной периодичностью с периодом

$$d = t_A + t_B \tag{3.33}$$

и при попадании на нее рентгеновских лучей — вследствие разницы показателей преломления  $n_A$  и  $n_B$  слоев A и B — действует как брэгговский монокристаль-

ный монохроматор из одномерного искусственного кристалла. Фактически МТПС рис. 3.48 является набором параллельных рентгеновских зеркал (слои A с высоким Z), разделенных промежутками из прозрачного для рентгеновских лучей материала (слои B с низким Z). Толщины слоев пленочной структуры подбираются так, чтобы разница хода лучей, отраженных от последовательных пар слоев равнялась длине волны рентгеновских лучей.

Принцип усиливающего действия многослойной пленочной структуры, как рентгеновского отражателя, основан на интерференционном сложении сравнительно слабых зеркальных отражений от многих поверхностей. Как нам уже известно (см., например, рис. 3.39 и пояснение к нему), коэффициент отражения рентгеновских лучей (отношение интенсивности отраженного излучения к интенсивности падающего излучения) от гладких поверхностей резко падает <sup>1</sup>) при углах выше критического угла полного внешнего отражения, но не становится нулевым, и даже при углах падения лучей в несколько градусов его величина остается значимой (порядка  $10^{-3}-10^{-4}$ ). Если заставить падающий луч отражаться синфазно от стопки полупрозрачных зеркал, то складываться будут не интенсивности отражений, а амплитуды электромагнитных волн, и тогда при совпадении фаз отражений даже со столь малым

коэффициентом отражения можно получить суммарную отражательную способность от МТПС равную единице, если отражение произойдет от 30 или 100 поверхностей! В этом и заключается принцип действия рентгеновских отражателей на основе МТПС. Работоспособность этого принципа очевидна из данных, приведенных на рис. 3.49.

Как видно из рис. 3.49, с помощью данной МТПС для рентгеновских лучей с энергией линии характеристического излучения Си  $K\alpha$  удается получить пиковую отражательную способность около 84% при угле падения больше градуса, т.е. почти в 3 раза большем, чем  $\theta_c$ для вольфрама. Кроме пика отражательной способности МТПС, который возникает при выполнении геометрических условий интерференционного сложения волн



Рис. 3.49. Зависимость отражательной способности от угла скользящего падения рентгеновских лучей с энергией 8048 эВ для МТПС со слоями W и B<sub>4</sub>C. Определение параметров Г и *d* дано в тексте. Рисунок взят из Underwood (2001)

отраженных слоями структуры, при меньших углах на рисунке виден спад кривой, соответствующей внешнему отражению при скользящем падении лучей на вольфрамовое зеркало.

Совпадение фаз при отражении многослойным зеркалом, как и в случае отражения от монокристалла, достигается при выполнении интерференционного условия Вульфа-Брэгга (1.30). Поэтому часто МТПС рассматривают как одномерные кристаллы с периодически распределенной электронной плотностью, рассеивающей рентгеновские лучи. Конечно, при отражении многопленочной структурой, в отличие

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Отражательная способность  $Q^2 = |(n-1)/(n+1)|^2$  гладкой поверхности для рентгеновских лучей при углах падения порядка нескольких градусов или десятков градусов в зависимости от отражающего вещества имеет величину порядка  $10^{-3}$  до  $10^{-4}$ , а соответствующая амплитуда мощности отражения Q = (n-1)/(n+1), являющаяся квадратным корнем из отражательной способности, варьируется от 1/30 до 1/100.

от отражения рентгеновских лучей монокристаллом, нет дифракции, а имеет место чистое внешнее отражение от поверхности пленки. Тем не менее, отражательные характеристики МТПС хорошо описываются динамической теорией дифракции для одномерного кристалла (Underwood & Barbee, 1981), в котором межплоскостное расстояние*d* заменяется на трансляционный *период структуры*, равный сумме толщин пары соседних слоев (см. рис. 3.48). Роль структурного фактора в таком искусственном монокристалле играет фактор «гамма» — отношение толщины слоя тяжелого материала к величине периода трансляции структуры

$$\Gamma = \frac{t_A}{t_A + t_B} = \frac{t_A}{d}.$$
(3.34)

Поскольку толщина рассеивающих слоев МТПС довольно велика (обычно более 10 Å) по сравнению с размерами атомов в кристалле, а, кроме того, в них присутствуют слои с разной диэлектрической проницаемостью, то формула Вульфа-Брэгга (1.53) в случае многослойных структур должна учитывать соответствующие коэффициенты преломления при перходе лучей из одного слоя в другой. Поэтому модифицированное условие Вульфа-Брэгга для многослойных структур содержит дисперсионную поправку и имеет вид (Соррепs et al., 1992):

$$m\lambda = 2d\sin\theta \sqrt{1 - \frac{(2\overline{\delta} - \overline{\delta}^2)}{\sin^2\theta}},\qquad(3.35)$$

где  $\overline{\delta}$  обозначает величину отклонения от 1 для действительной части коэффициента преломления и является средним значением компонент двух слоев с толщинами  $t_A$  и  $t_B$ :

$$\overline{\delta} = \frac{(t_A \delta_A + t_B \delta_B)}{d},\tag{3.36}$$

при этом параметр  $\delta$  определяется выражением (3.26). Отсюда следует, что, как и в случае монокристаллов, уменьшение периода повторяемости d должно приводить к увеличению угла отражения данной многослойной структурой. Различие лишь в том, что период искусственной структуры можно регулировать при ее изготовлении, подгоняя его по желанию к требованиям конкретного эксперимента, что невозможно сделать в случае монокристаллов.

Для сравнения отражательных характеристик однослойного зеркала скользящего отражения с характеристиками многослойных отражателей на рис. 3.50 в качестве примера приведены данные измерения отражательных способностей МТПС из W/Si с разными периодами структуры. Начальные спадающие участки кривых на обоих рисунках соответствуют зависимости отражающей способности однослойного плоского зеркала скользящего падения из чистого элемента (соответственно W и Cu), а пики связаны с интерференцией отражения от многих слоев. Приведенные данные еще раз показывают, что коэффициент отражения однослойных зеркал резко падает при углах скольжения лучей выше критического угла полного отражения ( $heta_c$ ) и далее при углах скольжения лучей больших нескольких десятых градуса остается почти равным нулю. Таким образом зеркало на основе МТПС работает как фильтр, обрезающий коротковолновую часть спектра и пропускающий всю длинноволновую часть спектра, о чем говорилось в предыдущем разделе. Коэффициент отражения многослойного зеркала также резко падает, когда угол скольжения превышает  $heta_c$ , но при некотором угле, соответствующем условию Вульфа-Брэгга, появляется пик отражательной способности. На рисунке видно, что интенсивный пик отражательной способности для структуры W/Si с периодом 39 Å наблюдается при угле скольжения почти в три раза большем, чем  $\theta_c$  однослойного зеркала с вольфрамовым



Рис. 3.50. Экспериментально измеренные значения отражательной способности в зависимости от угла падения рентгеновских лучей с длиной волны  $\lambda = 1,54$  Å для синтетических периодических МТПС: (a) W/Si из 100 пар слоев с разным периодом идентичности (Из статьи: Windt, 1998); (б) Cu/Si с разным периодом идентичности d и числом пар слоев N (экспериментальные данные изображены сплошной линией, а точечная линия обозначает теоретические значения, рассчитанные без учета инструментальной функции дифрактометра (из Windt, 1999). Для сравнения на обоих рисунках приведена расчетная кривая угловой зависимости отражательной способности зеркала скользящего падения с иридиевым покрытием (Ir более тяжелый элемент, чем W)

покрытием. Такое увеличение угла скользящего отражения в несколько раз по сравнению с отражением от однослойного зеркала позволяет при правильном выборе материалов слоев и соотношения их толщин уменьшить размер многослойного отражателя до размеров порядка 10–15 см, а иногда и более, что в десять раз меньше размера обычного рентгеновского зеркала. Например, сегодня в продаже есть многослойные отражатели для лабораторных рентгеновских дифрактометров длиной от 4 до 7 см.

Синтетические многослойные тонкопленочные отражатели изготавливают методами вакуумного осаждения тонких пленок <sup>1</sup>) с чередующимся составом: слой материала из элементов с большим Z, слой материала с малым Z. МТПС могут изготавливаться практически из любых материалов, если они химически не взаимодействуют друг с другом и между ними не происходит быстрой диффузии, разрушающей структуру. Но для работы в качестве рентгеновского отражателя материалы слоев должны еще обладать достаточно большим оптическим контрастом (значительной разницей величины диэлектрической проницаемости). Поэтому отражающие слои МТПС, которые должны иметь высокую электронную плотность, делают из химических элементов с большим атомным номером (из металлов), а промежуточные слои, служащие для регулировки периода структуры, из прозрачных для рентгеновских лучей элементов, например, углерода, аморфного бора, кремния или их соединений. Для изготовления МТПС, применяемых в качестве рентгеновских отражателей, часто используются пары слоев W/C, Mo/C, W/Si или W/B4C и продолжают разрабатываться все новые более эффективные сочетания (см. в конце книги табл. 6.8). Современные вакуумные технологии получения тонких пленок позволяют изготавливать многослойные синтетические отражатели практически с любой величиной периода d, начиная от нанометра, и до нескольких микрон. Более того, можно создавать структуры с периодом закономерно меняющимся как по длине, так и по толщине, что позволяет создавать рентгенооптические элементы с уникальными спектральными характеристиками, которые невозможно изготавливать на основе монокристальных монохроматоров или зеркал полного внешнего отражения. Многослойные структуры могут также выращиваться на специальным образом искривленных поверхностях, что сегодня используется для изготовления эффективных фокусирующих элементов рентгеновской оптики.

Важнейшими характеристиками МТПС для использования их в качестве монохроматоров рентгеновских лучей являются период структуры d, число периодов (пар слоев) в структуре, ширина кривой качания, которая определяется аналогично кривой качания монокристалла, о которой говорилось в разделе 3.3.3, и параметр  $\Gamma$ , определенный в выражении (3.34).

Мощным средством регулирования отражательных свойств МТПС является параметр «гамма», который можно изменять путем подбора соотношения толщин легких и тяжелых слоев при изготовлении структуры. Оптимальное значение этой характеристики можно рассчитать теоретически <sup>2</sup>), что обычно делается при проектировании МТПС монохроматоров. Из того, что появление пиков отражения от многослойных структур, как и в случае отражения от монокристаллов, определяется интерференционным правилом Вульфа-Брэгга (1.30) следует, что через отражатель также должны проходить и высшие гармоники. Однако, в случае МТПС интенсивность высших гармоник, загрязняющих монохроматизированный пучок, можно подавлять с помощью специального подбора параметра Г. Исследователями из компании Osmic Inc. (Jiang et al., 2001) показано, что, если сделать величину Г равной 1/m, где mесть целое число, то такая структура будет сильно ослаблять отражение с порядком

<sup>&</sup>lt;sup>1)</sup> Для наращивания тонких слоев в многослойных структурах могут применяться различные способы вакуумного напыления, такие как, например, магнетронное напыление или вторичное ионное напыление, а также химическое осаждение из пара (CVD), молекулярнопучковая эпитаксия (MBE). Основные методы изготовления МТПС — электронно-лучевое, магнетронное и лазерное напыления на подложку слоев тяжелых металлов (W/Re, Mo, Ni, Ru, Ti, Au) в сочетании со слоями легких элементов (C, B, Be, Si) или прозрачных для рентгеновских лучей химических соединений, например, B4C (см. табл. 6.8).

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) см. например, программу расчета по адресу http://www-cxro.lbl.gov/.

m, то есть монохроматор будет подавлять гармонику порядка m. Так, например, для ослабления отражения 3-го порядка нужно, чтобы  $\Gamma = 1/3 \cong 0,33$ .

Теоретически, если рассматривать МТПС как одномерный монокристалл, увеличение числа слоев многослойной структуры должно приводить к экспоненциальному росту ее отражательной способности до единицы и уменьшению ширины пиков отражения<sup>1</sup>) (т. е. ширины кривой качания, которая определяет спектральную разрешающую способность монокристальных монохроматоров). Однако, на практике расчетные отражательные характеристики искусственных структур могут существенно отличаться от реально получаемых, что связано с их качеством и технологией получения.

На качество отражателей из МТПС отрицательно влияют погрешность формы и шероховатость поверхности подложки, межплоскостные шероховатости и разброс толщин слоев, неравномерная плотность слоев и размытие их границ вследствие диффузии. Как и в случае обычного рентгеновского зеркала ПВО, отражательная способность МТПС сильно зависит от гладкости поверхности каждого отражающего слоя. При этом гладкость означает, что шероховатость должка, на которую наносится многослойная пленочная структура. Если среднеквадратическая шероховатость поверхности подложки будет сравнима с толщинами слоев, то на ней невозможно будет создать МТПС с удовлетворительным отражательными характеристиками. Для изготовления синтетических тонокопленочных многослойных отражателей обычно используют «суперполированные» подложки с шероховатостью  $\sigma \approx 0,1$  нм (~ 1 Å).

Значительное поглощение рентгеновских лучей в слоях и неровности границ раздела снижают интенсивность отражения пленочной структурой и не позволяют получать единичную отражательную способность, хотя реально для современных МТПС в рентгеновской области она часто превышает 80%. Поглощение ограничивает проникновение рентгеновских лучей вглубь структуры, вследствие чего в отражении участвует лишь ограниченное число слоев ближайших к поверхности, независимо от общего их числа в структуре. Малость числа участвующих в отражении слоев приводит к большой ширине кривых качания, которая у МТПС в сотни раз больше чем у совершенных монокристаллов<sup>2</sup>) и не уменьшается с увеличением числа слоев (поскольку поглощение ограничивает глубину проникновения).

Опять же вследсвтие поглощения, экспериментально часто наблюдается более высокая отражательная способность и более узкие кривые качания от структур, изготовленных из более легких материалов (см. рис. 3.51 и табл. 6.8). Это происходит благодаря более глубокому проникновению лучей и вовлечению в отражение большего числа слоев структуры, когда материал имеет меньший коэффициент поглощения. Существует компромисс между атомным номером материала структуры и ее отражательной способностью, который более сложен, чем в случае однослойных зеркал скользящего падения. К счастью, оптимальные значения оптических свойств

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Уширение дифракционного пика (а следовательно и увеличение спектральной полосы, пропускаемой монохроматором из МТПС) при уменьшении числа отражающих слоев автоматически следует из анализа интерференционной функции Лауэ, которая в основном определяет форму и ширину дифракционного пика, получаемого от идеальной кристаллической структуры (см. например, Русаков. 1977. С. 116–119).

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) Кривая качания многослойных структур значительно (в сотни раз) шире, чем у монокристальных монохроматоров, поэтому типичная спектральная разрешающая способность монохроматоров из МТПС составляет 1–2%, тогда как для монокристаллов кремния или германия она достигает  $10^{-2}-10^{-3}$  % (табл. 2.2).



Рис. 3.51. Влияние числа N бислоев на отражательную способность структур W/B<sub>4</sub>C и NiC. Приведенные данные также показывают влияние числа слоев структуры на ширину кривой качания. Графики перерисованы из статьи Jiang et al., (2001)

структуры можно рассчитать теоретически до ее изготовления и скорректировать путем подбора оптимальной комбинации материалов и параметра Г.

Следует отметить, что при уменьшении толщины слоев, а следовательно, периода МТПС, несовершенство границ между слоями и взаимное проникновение материала соседних слоев проявляется сильнее, что сказывается на ухудшении рентгенооптических характеристик структуры. Поэтому до сих пор не удается изготавливать МТПС высокого качества с периодами 10 Å или меньше, чтобы использовать их в качестве рентгеновских монохроматоров при углах нормального падения (в десятки градусов), сравнимыми с углами работы монокристальных монохроматоров. Однако, получаемые сегодня структуры с периодами более 10 Å позволяют работать при довольно больших по сравнению с  $\theta_c$  углах скользящего отражения (от десятых долей градуса до нескольких градусов).

Перечень некоторых материалов чаще всего применяемых при изготовлении МТПС для монохроматизации сравнительно жестких рентгеновских лучей приведен в табл. 6.8, § 6.11. Из приведенных в таблице данных видно, что сегодня возможно изготавливать МТПС обладающие очень высокой отражательной способностью даже для излучения с длиной волны 0,59 Å (например, Ru/B<sub>4</sub>C), где обычное зеркало применять крайне затруднительно из-за малости  $\theta_c$ . Современные технологии обеспечивают получение МТПС с периодом менее 20 Å, позволяющих изготавливать рентгеновские монохроматоры, работающие при углах падения в несколько градусов <sup>1</sup>) с излучением 10–20 кэВ. Кроме того, данные таблицы подтверждают сделанное выше заключение, что не всегда структуры с бо́льшим числом слоев обладают большей отражательной способностью (сравни данные для W/Si), поскольку многое зависит от качества слоев, параметра  $\Gamma$  и коэффициентов поглощения материалов.

<sup>&</sup>lt;sup>1)</sup> С помощью формулы Вульфа–Брэгга легко показать, что МТПС, имеющая  $d \sim 2$  нм, будет отражать излучение с длиной волны  $\lambda = 0,7$  Å (энергия фотонов 17,7 кэВ) под углом  $\theta \sim 1^{\circ}$ .

Если сравнивать характеристики рентгеновских оптических элементов на основе монокристальных монохроматоров и зеркал полного внешнего отражения с характеристиками монохроматоров из МТПС, то видно, что по сравнению с зеркалами многослойные отражатели обладают почти такой же пиковой отражательной способностью, но могут работать при значительно бо́льших углах падения лучей, что позволяет сильно уменьшить размер оптического элемента (часто в десятки раз) без потери его приемной апертуры. Как и однослойные зеркала скользящего падения, многослойные отражатели могут изготавливаться на предварительно подготовленных подложках любой формы, необходимой для фокусировки или коллимации пучков рентгеновских лучей, что бывает чрезвычайно сложно сделать из монокристаллов. По сравнению с монокристаллами, МТПС почти не меняют своего периода и оптических характеристик при нагреве в довольно широких температурных интервалах (от 40°C до 100 °C), тогда как увеличение динамических колебаний атомов и изменения параметров решетки настоящих монокристаллов при нагреве в этих пределах могут сильно изменять брэгговский угол, вызывать уширение дифракционных пиков (т.е. уменьшать разрешающую способность монохроматора) и снижать интенсивность монохроматизированного пучка в процессе эксперимента. Эти отрицательные эффекты особенно проявляются при работе монокристальных монохроматоров на пучках мощного синхротронного излучения способного локально нагревать оптические элементы, где для борьбы с ними приходится создавать сложные системы охлаждения для термостатирования монохроматоров либо применять специальные материалы с повышенной термостабильностью, например, алмаз. Однако, изготовление больших монокристальных монохроматоров из наиболее эффективных и термостабильных кристаллов (алмаз) является очень сложной и дорогостоящей процедурой, тогда как современные производители многослойных рентгеновских отражателей уже предлагают МТПС с длиной от нескольких сантиметров до 30 см с любой формой отражающей поверхности <sup>1</sup>).

Спектральное разрешение отражателей из МТПС ниже чем у монокристальных монохроматоров, но зато шириной спектрального разрешения МТПС можно управлять, например, с помощью специальных технологических приемов изготовления структур. Сегодня существует возможность делать структуры со спектральным разрешением от 0,26% до 20%. Широкополосные отражатели с большим коэффициентом отражения, которые нельзя изготовить из монокристаллов, очень важны при работе на синхротронном излучении для отражения, фокусировки и коллимации полихроматических пучков в определенной спектральной полосе, например, при флуоресцентном анализе или при XAFS-спектроскопии.

Для изготовления широкополосных отражателей рентгеновских лучей, называемых «суперзеркалами», изготавливают структуры с переменным по толщине периодом, уменьшающимся с глубиной, называемые в англоязычной литературе «depth graded multilayers» (см. рис. 3.52). В качестве примера эффективности отражения полихроматических лучей многослойной структурой с меняющимся по глубине периодом на рис. 3.53 показана экспериментально измеренная отражательная способность структуры W/Si в интервале энергий 20–40 кэВ. Ширину полосы пропускания отражателя из МТПС можно также регулировать, выбирая комбинации разных материалов для бислоев. Дополнительно к регулировке ширины полосы пропускания этот способ позволяет влиять на интенсивность отражений высшего порядка и даже

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) См., например, ESRF http://www.esrf.fr/UsersAndScience/Experiments/Optics/ , Osmic Inc. http:// www.osmic.com , а такжде INCOATEC http://www.incoatec.de/english/download.html .



Рис. 3.52. Схема широкополосного отражателя из МТПС с переменным периодом, в котором создан градиент периода *d* по толщине структуры. Каждая пара слоев под заданным углом эффективно отражает свойственную для нее длину волны, а вместе вся структура при соответствующем подборе толщин бислоев отражает в заданном направлении широкую спектральную полосу рентгеновского излучения



Рис. 3.53. Измеренная отражательная способность МТПС с переменным по толщине периодом *d* для широкого спектрального интервала. (перерисовано из Windt (2004)

подавлять заданные высшие порядки, если соответствующим образом подбирать параметр Г (см. Jiang et al., 2001).

МТПС в последнее время стали все шире применяться в качестве рентгеновских оптических элементов, как на пучках синхротронного излучения, так и в лабораторных спектрометрах и дифрактометрах, где они могут выступать в качестве самостоятельных монохроматоров, так и работать в комбинации с монокристальными монохроматорами и однослойными зеркалами скользящего падения. Благодаря появлению МТПС стал возможным новый подход к коллимации пучков рентгеновских лучей. В отли-

чие от обычного рентгеновского зеркала, структуры МТПС могут иметь переменный угол отражения по длине структуры, если их изготовить с периодом *d* меняющимся по длине структуры<sup>1</sup>) (см. рис. 3.54). Коэффициент отражения и входная апертура подобных структур может быть на десятки процентов выше чем у фокусирующих монокристальных монохроматоров, что позволяет получать большее число фотонов в монохроматизированном пучке. Это позволяет создавать на их основе асферические



Рис. 3.54. Схема многослойного фокусирующего зеркала с изогнутыми слоями и градиентом  $abla \chi$  периода вдоль длины структуры. Структуры могут выращиваться на подложках с эллиптической, параболической и т. д. кривизной

фокусирующие и коллимирующие рентгенооптические устройства, известные сегодня как зеркала Гебеля (см. Schuster & Göbel, 1997; Schuster et al., 1999; Michaelsen et al., 2000).

Идея параболического многослойного зеркала с переменным периодом *d* была предложена в 1992 году Х. Гебелем для применения в качестве коллиматора, создающего параллельные пучки рентгеновских лучей для рентгеновской дифрактометрии. Применение подобной коллимирующей оптики дает выигрыш в интенсивности получаемых пучков больше чем в 10 раз. Принцип действия коллиматора для превращения расходящегося пучка в пучок параллельных лучей показан на рис. 3.55.



Рис. 3.55. Схема коллимирующего Гебелевского зеркала для формирования параллельного пучка монохроматических рентгеновских лучей. Отражатель состоит из многослойной пленочной структуры с периодом *d*, меняющимся по длине зеркала, которая с высокой точностью нанесена на параболическую поверхность подложки

Оптимальный выбор кривизны подложки и закона изменения параметра d структуры позволяет с помощью таких МТПС получать коллимированные или сфокусированные пучки с гораздо более высокой яркостью, чем это было бы возможно с помощью монокристальных фокусирующих монохроматоров.

Идея совмещения Гебелевского коллиматора типа показанного на рис. 3.56, *а* с монокристальным монохроматором с прорезным параллельным каналом (см. Schuster and Göbel, 1995; Schuster and Göbel, 1996) позволила создать оптические элементы

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) В англоязычной литературе такие тонкопленочные структуры называют «laterally graded multilayers».

для дифрактометрии с геометрией параллельного пучка, обладающие повышенной светосилой и разрешающей способностью. Соответствующим образом сформированная МТПС может служить и устройством для фокусировки расходящихся пучков рис. 3.56, *б*.



Рис. 3.56. Схема действия криволинейных асферичных мнонхроматор-коллиматоров и фокусирующих монохроматоров из МТПС с переменным периодом структуры. На выносках показана разница расположения отражающих слоев и периодов бислоев в точках 1 и 2 монохроматоров. Закон изменения периода идентичности при изготовлении задается так, чтобы выполнялись необходимые условия фокусировки или коллимации. (перерисован из Graded Multilayer Principles. (2002). http://www.osmic.com/education\_graded.asp)

Дальнейшее развитие гебелевская оптика получила в создании скрещенных многослойных отражателей, коллимирующих пучок в двух взаимноперпендикулярных направлениях (рис. 3.57). Эта схема была предложена М. Монтелем (Montel, 1957) много лет назад для рентгеновских зеркал скользящего падения и является модификацией схемы скрещенных зеркал Киркпатрика–Байеза (см. рис. 3.45 и пояснения к нему). В предложенном Монтелем варианте этой схемы зеркала устанавливаются не друг за другом, а рядом друг с другом, что уменьшает геометрические аберрации и неоднородности в сфокусированном изображении пучка рентгеновских лучей.



Рис. 3.57. Схема двумерно фокусирующего оптического элемента Confocal Max-Flux<sup>TM</sup> из двух скрещенных МТПС с градиентами периода по длине структур. В отличие от схем Киркпатрика–Байеза и Монтеля, здесь каждый из лучей из расходящегося пучка отражается последовательно от двух многослойных структур, конструкция которых разработана так, чтобы сводить отраженные лучи в одно пятно

Реализация подобной схемы с применением гебелевских многослойных зеркал менее громоздка и существенно проще, чем для зеркал полного внешнего отражения. Подобные оптические элементы на основе скрещенных зеркал Гебеля и их модификации (см. рис. 3.57), предложенные компанией Osmic Inc. в двумерно фокусирующем

монохроматоре <sup>1</sup>) Confocal Max-Flux<sup>TM</sup>, сегодня с успехом используются в лабораторных монокристальных дифрактометрах. Благодаря их применению, существенно увеличивается светосила дифрактометра и повышается разрешающая способность рентгеноструктурного анализа.

## 3.3.5. Другие перспективные элементы рентгеновской оптики.

**3.3.5.1.** Отражательная оптика. Эффект полного внешнего отражения рентгеновских лучей от гладких поверхностей используется для изготовления трубчатых

рентгеновских волноводов, работающих подобно оптическим волоконным световодам видимого диапазона. В этих устройствах применяется многократное зеркальное отражение лучей от гладкой поверхности при углах падения меньше  $\theta_c$ .

Такое отражение можно получить, например, если направить пучок рентгеновских лучей под углом  $\theta < \theta_c$  к поверхности цилиндрически изогнутого зеркала (см. рис. 3.58, а). В результате многократных отражений пучок можно повернуть на значительный угол  $\varphi$ вплоть до десятков градусов. Коэффициент отражения при этом сравним с коэффициентом отражения от зеркала скользящего падения из такого же материала и с такой же шероховатостью поверхности. Многократное отражение можно также получить, используя два почти параллельных зеркала (см. рис. 3.58, б).



Рис. 3.58. Многократное отражение луча от поверхности изогнутого зеркала (*a*) и от двух параллельных зеркальных поверхностей (*б*) при угле скользящего падения  $\theta < \theta_c$ 



Рис. 3.59. Полное внешнее отражение рентгеновского луча от стенок капилляра переменного сечения

Подобный эффект также наблюдается, если в качестве зеркал использовать, например, стенки гладкой капиллярной трубки из кварца или стекла рис. 3.59. Любой рентгеновский луч, попадая внутрь такой трубки, например, при угле, меньшем, чем критический угол, будет многократно отражаться от внутренних поверхностей,

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Подробнее см., например, http://www.osmic.com/New\_Developments/Why\_CMF.htm #Introduction .

создавая на конце трубки «виртуальный» рентгеновский источник. Таким образом можно передавать пучок излучения на расстояние в десятки сантиметров. Если трубка будет иметь переменное сечение, сужающееся к концу (рис. 3.58), то размер «виртуального» источника на выходе из нее будет уменьшенным по сравнению с размером входящего пучка рентгеновских лучей. Таким образом можно концентрировать пучок лучей и уменьшать его сечение на выходе из трубки. Из набора сужающихся гладких капиллярных трубок можно изготавливать большие «линзы», которые будут собирать рентгеновские лучи из большого телесного угла и сжимать их в маленькое пятно. Подобные линзы были изобретены М. А. Кумаховым <sup>1</sup>).

Оптика Кумахова позволяет не только сжимать широкие пучки рентгеновских лучей, но изготавливать линзы (называемые их разработчиками «полу-линзами»), которые преобразуют расходящиеся лучи в квази-параллельные пучки. Изготавливаемые сегодня полу-линзы способны создавать большие потоки рентгеновских фотонов, параллельные как по горизонтали, так и по вертикали, сечением от нескольких квадратных миллиметров до нескольких десятков квадратных сантиметров. В Институте рентгеновской оптики<sup>2</sup>), руководимом профессором М.А.Кумаховым, разработан и производится целый ряд линз для фокусировки и формирования пучков рентгеновских лучей и нейтронов. Современные субмикронные линзы последнего поколения имеют длину всего около 1 см и позволяют получать фокусное пятно размером до 3-5 мкм на расстоянии в несколько миллиметров от линзы. Следует отметить, что рентгеновские линзы Кумахова на сегодняшний день имеют самую большую приемную апертуру (то есть угол захвата) по сравнению с любыми другими рентгенооптическими элементами, в том числе МТПС и зеркалами скользящего падения. Это позволяет успешно применять их в сочетании с обычными рентгеновскими трубками для получения пучков излучения повышенной яркости (коэффициент усиления может достигать нескольких тысяч раз) или для создания «виртуального» источника излучения с заданной формой фокуса, например, линейного, точечного и т.п.

**3.3.5.2.** Френелевская дифракционная оптика — зонные пластинки. Для субмикронной фокусировки пучков рентгеновских лучей от источников СИ в последнее время широко используются зонные пластинки (Аристов и др., 1994).



Рис. 3.60. Аналогия в устройстве и действии оптической линзы Френеля и зонной пластинки. Рисунок взят из Navrotski (2), (2004)

Зонные пластинки в рентгеновском диапазоне являются дифракционными аналогами обычных оптических линз Френеля и обладают наивысшим пространственным разрешением из известных сегодня рентгенооптических элементов. Оптические стеклянные линзы Френеля (рифленые), с множеством концентрических колец (рис. 3.60 слева), благодаря их малому весу по сравнению с обычными выпукло-вогнутыми линзами и высокой эффективности сбора света, давно и широко применяются, например в качестве стекол прожекторов маяков и сигнальных фонарей, формирующих яркие пучки света от точечного источника. Для фокусировки рентгеновских лучей раработаны зонные

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Российский патент М. А. Кумахова № 1322888, 1984 г.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) «Институт рентгеновской оптики», Россия 123060 Москва, ул. 1-й Волоколамский проезд, 10 (Первый Московский завод радиодеталей) web: www.iroptic.com .

пластинки Френеля и зонные пластинки Брэгга-Френеля. Зонная пластинка Френеля представляет собой искусственную микроструктуру с концентрически расположенными чередующимися кольцевыми рентгеновски прозрачными и поглощающими или преломляющими областями разной ширины (рис. 3.60 справа).

В простейшем варианте линзы на основе зонных пластинок, работающие на прохождение плоской монохроматической волны, фактически являются циркулярными дифракционными решетками, состояшими из чередующихся прозрачных и непрозрачных колец (рис. 3.61) и их оптические свойства описываются теми же формулами, что и свойства дифракционных решеток (Howells, 2001).



Рис. 3.61. Линза на основе зонной пластинки Френеля, фокусирующая плоскую монохроматическую волну (*a*). В простейшей зонной пластинке, работающей на прохождение, в промежутках между прозрачными зонами есть непрозрачные зоны. На рисунке показаны только сходящиеся лучи от дифракции в первом порядке. Последовательные радиусы  $r_n$ заданы таким образом, чтобы возрастание длины пути до точки фокуса происходило с шагом  $n\lambda/2$ . Общее число зон N полностью характеризует зонную пластинку. Такие параметры зонных линз Френеля, как фокусное расстояние f, диаметр D, и численное значение апертуры NA могут быть описаны с помощью величин  $\lambda$ , N и  $\Delta r$  (ширина последней зоны). На рисунке (*б*) показана френелевская линза, фокусирующая расходящийся пучок рентгеновских лучей. (Рисунки взяты из Kirz and Attwood, 2001)

Радиусы границ колец зонной пластинки определяются уравнением

$$r_n^2 = nf\lambda + \frac{n^2\lambda^2}{4},\tag{3.37}$$

где n — номер зоны (прозрачные и непрозрачные зоны считаются отдельно),  $\lambda$  — длина волны излучения, f — фокусное расстояние первого порядка дифракции. Таким образом ширина активных кольцевых областей (зон) пластинки меняется по определенному закону, уменьшаясь от центра к краям, а разрешаюшая способность всего оптического элемента определяется шириной последней зоны.

Подобные пластинки изготавляются в виде тонких мембран из карбида и нитрида кремния или полиамида толщиной от долей микрона до нескольких мкм. Радиус последней зоны должен составлять 1–2 мм с точностью до десятков ангстрем, а ширина последней зоны достигает 100 Å. Такие пластины довольно просты в изготовлении, и находят широкое применение в рентгеновских микроскопах, рабо-

тающих на мягком рентгеновском излучении. Их недостатками являются низкая механическая прочность, низкая радиационная стойкость и способность работать лишь с довольно длинноволновыми рентгеновскими лучами ( $\lambda \sim 5-10$  Å). Кроме того, Френелевские линзы на зонных пластинках с поглощающими кольцами имеют низкую эффективность ( $\sim 10$ %), а остальная часть проходящей волны поглощается.

Существенно больший интерес в качестве фокусирующих элементов для области рентгеновских лучей, используемых в рентгеноструктурном анализе и рентгеновской спектроскопии, представляют *брэгг-френелевские зонные пластинки* (линзы), свободные от указанных недостатков. Различие между френелевскими и брэгг-френелевскими линзами примерно такое же, как между кристалл-монохроматорами лауэвского и брэгговского типа — одни работают на прохождение, а другие на отражение рентгеновских лучей.

Брэгг-френелевские линзы для фокусировки хорошо монохроматизированных жестких рентгеновских лучей действуют на эффекте запаздывания фазы рентгеновской волны, возникающем на поверхностном рельефе. Трехмерные линзы изготавляются из совершенных кристаллов (чаще из Si) или зеркал с многослойным пленочным покрытием. В настоящее время используются главным образом два типа брэгг-френелевских линз: линейные на подложке из плоского кристалла в сагиттальной геометрии (искривление желобом), работающие на отражение, и циркулярные, похожие на зонную пластинку из рис. 3.59 и фокусирующие на прохождение. Для работы с жесткими рентгеновскими лучами, например, в рентгеноструктурном анализе, наибольший интерес представляют линейные линзы.

Брэгг-френелевская оптика обеспечивает фокусировку до субмикронных размеров пучков рентгеновских лучей диапазона 6–60 кэВ и очень хорошо сочетается с источниками СИ 3-го поколения. Очень интересной особенностью зонной оптики является возможность управления фокусировкой и яркостью фокусного пятна с помощью воздействия, например, ультразвуком на подложку структуры (модулирование). Таким образом можно изменять размер фокуса и его яркость в несколько раз, что очень полезно, например при рентгеновском исследованиях локальной структуры материалов.

Разработки элементов фокусирующей рентгеновской оптики активно ведутся в Институте проблем технологии мироэлектроники и особочистых материалов (ИПТМ РАН, Черноголовка), где впервые созданы брэгг-френелевские зонные пластины на основе совершенных кристаллов и многослойных рентгеновских зеркал (зонная оптика скользящего падения), которые использовались в течение последних лет на источниках синхротронного излучения ESRF и LURE во Франции и BESSY-II в Германии. Например, разработанная линейная Брэгг-френелевская структура на подложке с двойной кривизной (сагиттальной и мередиональной), испытывалась на источнике ESRF (см. схему и результаты испытаний на рис. 3.62). Испытания показали, что совершенствование технологии и конструкции линз Брэгга–Френеля может существенно улучшить их эффективность сбора излучения при фокусировке <sup>1</sup>.

Существующие технологии изготовления линейных зонных пластинок пока не позволяют изготавливать их с большой площадью (обычно размер рентгеновских брэгг-френелевских линз сегодня составляет несколько квадратных миллиметров). Этого может быть достаточно для их использования в рентгеновской микроскопии, но для фокусировки пучков в рентгеновской дифрактометрии требуются линзы с площадью порядка квадратного сантиметра, которые пока не доступны.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) В настоящее время она пока не превышает 40%, что значительно меньше, чем у монокристальной и зеркальной оптики.



Рис. 3.62. Схема и результаты испытаний изогнутой линейной линзы Брэгга-Френеля (ЛБФ) с шириной внешней зоны 0,3 мкм и радиусом меридиональной кривизны около 3 м. Испытание проводилось на излучении от пучка ВМ5 из ПМ (поворотного магнита) накопительного кольца ESRF. В таблице под рисунком в крайней правой колонке приведена экстраполяция

полученных результатов к условиям пучка ID22 из ВУ (вставного устройства)

**3.3.5.3. Преломляющая оптика — рентгеновские линзы.** Наконец надо сказать, что в последние годы разрабатываются и проходят испытания рентгеновские преломляющие линзы похожие по действию на обычные оптические фокусирующие линзы. Эти рентгеновские оптические устройства были опробованы на практике (Snigirev et al., 1996) в 1996 г. А.А.Снигиревым с сотрудниками (ИПТМ РАН, Черноголовка), потом прошли довольно интенсивный путь совершенствования и сегодня уже практически применяются на ряде источников СИ для получения хорошо сфокусированных микропучков рентгеновских лучей с высокой плотностью потока фотонов.

Идея рентгеновских преломляющих линз Снигирева заключается в следующем. Показатель преломления рентгеновских лучей немного меньше единицы (коэффициент преломления лучей с энергией квантов 5-40 кэВ в рентгенопрозрачных материалах отличается от единицы на  $\sim 10^{-5}$ ), причем вакуум и газы для рентгеновских лучей оказываются более плотными средами, чем твердое тело. Поэтому рентгеновские лучи по сравнению с обычным светом ведут себя противоположным образом по отношению к преломлению разными средами. Если свет фокусируется двояковыпуклой стеклянной линзой, попадая в нее из воздуха или вакуума, то рентгеновские лучи будут фокусироваться двояковыпуклой вакуумной полостью в стекле, попадая в нее из стекла. Если в материале с низким коэффициентом поглощения рентгеновских лучей <sup>1</sup>) сделать, например, цилиндрическую пустоту (просверлить отверстие), то эта пустота будет фокусировать рентгеновские лучи. Фокусное расстояние такой

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Стекло, используемое для изготовления оптических линз, по прозрачности не лучший материал для рентгеновских лучей. С точки зрения минимума поглощения для изготовления рентгеновских преломляющих линз наиболее подходящими материалами оказываются литий и бериллий.

линзы, как и в обычной оптике, прямо пропорционально радиусу кривизны и обратно пропорционально величине  $\delta = (1 - n)$  отличия показателя преломления от единицы. Из-за малости  $\delta$  для рентгеновских лучей одиночная пустота будет фокусировать лучи на очень большом расстоянии от линзы (порядка сотни метров) даже при диаметре пустоты порядка 1 мм. Однако, если сделать ряд из N таких пустот, то они последовательно будут все сильнее отклонять лучи от их первоначального направления, уменьшая фокусное расстояние.

Данная идея впервые экспериментально подтверждена в работе (Snigirev, Kohn, et al. 1996), где была представлена первая практически действующая фокусирующая рентгеновская преломляющая линза с относительно малым фокусным расстоянием и достаточно высокой светосилой (см. схему рис. 3.63). Первая испытывавшаяся фокусирующая линза представляла собой ряд из 30 цилиндрических отверстий



Рис. 3.63. Схема фокусировки пучка параллельных рентгеновских лучей преломлением на ряде из N цилиндрических полостей в среде. Фокусное расстояние F данной комплексной линзы зависит от радиуса R кривизны полостей и величины  $\delta$  отклонения их показателя преломления от единицы ( $\delta = 1 - n$ ). Рисунок из Snigirev et al., (1996)

диаметром 0,3 мм параллельно просверленных в блоке из алюминия. С ее помощью авторам удалось сфокусировать параллельный пучок рентгеновских лучей с энергией 14 кэВ в пятно размером  $\sigma = 8$  мкм на расстоянии 1,8 м от линзы (в случае одной пустоты фокусное расстояние было бы 54 м), причем, как и при фокусировке оптической линзой, наблюдалось явное усиление плотности потока фотонов.



Рис. 3.64. Схема действия одномерной (*a*) и двумерной (б) преломляющих рентгеновских линз. (Lengeler, et al., 1999)

На фокусное расстояние данной комплексной линзы можно влиять подбором радиуса кривизны R пустот и их числа N. Чем меньше радиус и больше число пустот, тем меньше фокусное расстояние.

Та же самая технология может применяться для изготовления комплексных преломляющих линз, фокусирующих пучок в двух взаимно перпендикулярных плоскостях (Lengeler, Schroer, et al., 1999). Для этого в блоке линзы создаются ряды взаимно перепендикулярных цилиндрических отверстий (рис. 3.64, *б*).

Для изготовления подобных линз необходимо использовать ма-

териалы из химических элементов с низким номером Z, чтобы минимизировать поглощение при получении малого фокусного расстояния с высоким коэффициентом усиления плотности потока фотонов в фокусе. Проводились испытания линз (Lengeler, et al., 1998), изготовленных из алюминия, карбида бора, пирографита, бериллия и тефлона. Наилучшие результаты по коэффициенту усиления потока

фотонов были достигнуты в линзах из Ве с диаметром отверстий 1 мм (в 13,6 раз, с перспективой повысить этот коэффициент до 40) Установлено, что подобные линзы хорошо работают с рентгеновскими лучами из энергетического диапазона 9–30 кэВ, причем их свойства мало чувствительны к тепловым нагрузкам, что выглядит обнадеживающе в плане их применения на пучках сверхяркого излучения ондуляторов, ЛУР и даже рентгеновских лазеров (Schroer, Tümmler et al., 2001).

Недостаток двумерно фокусирующих линз рассмотренной простой конструктции (рис. 3.64) состоит в сильных сферических аберрациях изображения пучка в фокусе. Но этот недостаток удалось практически полностью устранить, изготавливая составные линзы с пустотами параболической формы (рис. 3.65). Элементы линзы представляют собой отдельные блоки с впадинами в форме параболоида вращения (рис. 3.65, a), и из этих блоков собирается линза (рис. 3.65, b), наподобие оптического фотообъекива составленного из двояковыпуклых линз, но в данном случае этими линзами являются вакуумные или воздушные пустоты <sup>1</sup>).



Рис. 3.65. Конструкция комплексной линзы с пустотами параболической кривизны. (*a*) конструкция одного блока линзы (двояковогнутая линза). (*б*) составной фокусирующий «объектив» из набора параболических элементов. Толщина линзы *d* вдоль оптической оси измеряется микронами. Schroer, Lengeler et al., (2001)

Приведенная в работе (Lengeler et al., 1999) теория получения изображений в рентгеновских лучах с помощью преломляющих линз показывает, что при изготовлении параболических линз из бериллия, аналогичных испытывавшимся алюминиевым линзам, позволит повысить коэффициент пропускания до 30%, коэффициент усиления плотности потока фотонов до 10<sup>3</sup> и достичь пространственного разрешения меньше микрона. Точная теория расчета фокусировки рентгеновских лучей в веществе, изложена в работе (Khon, 2002). В работе Schroer, et al. (2003) изложена технология изготовления и испытания планарных параболических линз из кремния, позволяющая изготавливать линзы с кривизной порядка микрона, имеющих фокусное расстояние несколько миллиметров способных фокусировать пучок рентгеновских лучей в линию толщиной несколько сотен нанометров. Принципиально подобные линзы могут фокусировать рентгеновские лучи в

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Аналогию между преломляющей рентгеновской параболической линзой рис. 3.65 и обычными линзами для фокусировки света можно построить и другим способом. Поскольку преломление рентгеновских лучей и света конденсированными средами происходит противоположным образом (см. рис. 1.8), то, с точки зрения геометрической оптики, свет фокусируется двояковыпуклой линзой из вещества в конденсированном состоянии, а рентгеновские лучи должны фокусироваться двояковогнутой линзой. Тогда фокусирующий объектив рис. 3.65, *б* можно представить как набор из серии двояковогнутых линз типа рис. 3.65, *а*.

пятно близкое к величине дифракционного предела, если обеспечить достаточную точность их изготовления.

Существенным достоинством параболических композиционных преломляющих линз подобного типа является почти полное отсутствие геометрических аберраций в сфокусированном пучке и способность работать с рентгеновскими лучами вплоть до энергии порядка 60 кэВ без смены оптики. По сравнению с рентгеновским зеркалами и кристаллическими монохроматорами преломляющие линзы обладают тем преимуществом, что они не меняют направления распространения первичного пучка рентгеновских лучей и позволяют серьезно упростить конструкцию рентгеновского оптического блока. Кроме того комплексные преломляющие фокусирующие линзы имеют очень малые размеры<sup>1</sup>). Сегодня подобные линзы уже разрабатываются и изготавливаются профессионально<sup>2</sup> (Schroer et al., 2003) и используются на экспериментальных станциях многих источников СИ. Основная область их применения: получение концентрированных микропучков рентгеновских фотонов для рентгеновской микродифракции, микроскопии и других методов рентгеновского исследования микрообъемов вещества.

## 3.4. Транспортировка пучков СИ

На современных источниках СИ расстояния от точки излучения до образца очень велики и могут достигать километра, как, например, на трех каналах японского источника SPring-8 и на некоторых каналах американского источника 3-го поколения APS. Поэтому существует непростая проблема транспортировки пучка рентгеновских лучей от источника к исследуемому образцу без существенной потери его интенсивности и расходования ее на производство ненужного тепла. При этом всегда приходится параллельно решать проблему радиационной безопасности.

Для передачи пучка рентгеновского излучения на большие расстояния с минимальными потерями интенсивности на рассеяние и поглощение обычно его транспортируют по герметичным каналам из нержавеющей стали, откачанным до глубокого вакуума или заполненным чистым гелием (газ, обладающий минимальным коэффициентом поглощения рентгеновских лучей). При прохождении рентгеновских лучей через воздух происходит поглощение или рассеяние фотонов, в результате чего их число в пучке уменьшается и возникает нежелательный фон рассеянного и флуоресцентного излучения. В вакууме такой проблемы нет. Но возникает вопрос, какова должна быть глубина вакуума. На самом деле разница в поглощении пучка в вакууме  $10^{-3}$  Торр (форвакуум) и  $10^{-9}$  Торр (сверхглубокий вакуум) ничтожно мала. Легко посчитать (см., например, Navrotski<sup>(1)</sup>, 2004), что при передаче на

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Длина фокусирующего объектива из 100 последовательно расположенных двояковогнутых линз варьируется от нескольких сантиметров до нескольких миллиметров в зависимости от радиуса кривизны и нужного фокусного расстояния. Например, испытывавшаяся в работе (Schroer, Kuhlmann et al., 2003) комплексная одномерная параболическая линза из кремния с N = 100 и R = 2,15 мкм имела длину вдоль оптической оси 8,4 мм при фокусном расстоянии 15,6 мм.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) Например, Физический институт Высшей технической школы в Аахене (Германия) в кооперации с ESRF (Франция), разрабатывает и изготавливает композиционные преломляющие рентгеновские линзы из Si и Be для рентгенвских микроскопов, работающих на синхротронном излучении. (Подробнее см. в Интернете: http://www.xray-lens.de/). Комплексная литиевая параболическая линза собственного изготовления, например, применялась в качестве фокусирующего коллиматора на APS для получения сверх ярких рентгеновских микропучков (APS Science 2003. P. 113–114).

расстояние 50 м (наиболее распространенная длина пользовательских каналов) пучка содержащего на входе в канал 6,02252  $\cdot 10^{23}$  фотонов с энергией 12 кэВ ( $\lambda \sim 1$  Å) по трубе с вакуумом  $10^{-3}$  Торр до выхода дойдут 6,0225189  $\cdot 10^{23}$  фотонов, то есть пучок практически не ослабится (ослабление составит  $\sim 10^{-5}$  %). При вакууме  $10^{-9}$  Торр пучок пройдет этот путь вообще без потери фотонов, однако разницу интенсивности пучка в этих двух случаях заметить практически невозможно, при том, что цена получения вакуума в них различается сщественно (получение сверхглубокого вакуума в сотни и даже тысячи раз дороже, в зависимости от сложности канала). При заполнении этого же канала гелием при атмосферном давлении, что еще дешевле (чем поддерживать вакуум) потери фотонов в пучке составят около 14 %. Но при такой высокой интенсивности, которую имеют пучки синхротронного излучения, даже такая потеря незначительна. Поэтому поглощение фотонов не главная причина, почему каналы транспорта пучков СИ стараются делать высоковакуумными.

Причина использования высоковакуумных каналов для транспортировки пучков СИ кроется в другом, а именно, в загрязнении и разрушении поверхности элементов дорогостоящей рентгеновской оптики остаточными газами вакуума. Под воздействием рентгеновских лучей высокой интенсивности разрушаются или диссоциируют молекулы углеводородов, имеющиеся рядом с оптическим элементом (например, рентгеновским зеркалом) даже в вакууме, и образуют углеродную пленку на его поверхности. Содержание этих остаточных газов в форвакууме достаточно велико, чтобы быстро загрязнить поверхность очень дорогого зеркала и привести к деградации его фокусирующих и отражательных характеристик. В этом случае лучше заплатить за получение сверхвысокого вакуума и тем самым существенно продлить срок службы зеркала. Образование углеродных пленок на поверхности меньше влияет на характеристики таких рентгенооптических элементов, как монокристаллические монохроматоры, работающие при больших углах падения и отражения, и селективно поглощающие фильтры. Поэтому для них рабочая атмосфера, с точки зрения загрязнения поверхности, не существенна. Во многих случаях хорошие результаты получаются при транспортировке рентгеновских пучков через каналы и рентгенооптические блоки, заполненные чистым гелием. Такая транспортировка тоже уменьшает скорость загрязнения рентгенооптических элементов и лишь немного снижает интенсивность получаемого пучка (удлиняет время измерений на несколько процентов), но значительно упрощает работу с каналом СИ.

По рассмотренным выше причинам для удешевления рабочей станции каналы транспортировки пучка обычно делают из отдельных состыкованных между собой секций, которые включают и рентгенооптические блоки. Сверхглубокий вакуум поддерживается отдельно в каждой секции, где проходит мощный полихроматический пучок, и в блоках, где устанавливается прецизионная рентгеновская оптика типа зеркал и монохроматоров скользящего падения. В ближайших к экспериментальной станции секциях, расположенных после зеркал и монохроматоров, достаточно поддерживать форвакуум или вообще можно заполнять их гелием. Вследствие различия глубины вакуума в соседних секциях канала каждая секция делается герметичной, а входной и выходной концы трубы каждой секции снабжаются прозрачными для рентгеновских лучей вакуумплотными окнами. В качестве окон для высоковакуумных секций обычно применяются окна из бериллиевой фольги толщиной 0,2-0,3 мм, впаянной в хорошо охлаждаемый медный фланец. Такое окно почти полностью прозрачно для рентгеновских лучей с энергией > 6 кэВ и обладает достаточной прочностью, чтобы выдерживать атмосферное давление. В качестве окон для секций заполненных гелием можно использовать значительно более дешевые окна из майларовой или каптоновой пленки. Соединение секций делается подвижным (например, с

помощью сильфонных соединений), а трубы крепятся в держателях с устройствами для регулировки их положения.

Надо отметить, что все части оборудования канала транспортировки пучка СИ имеют довольно большие размеры и вес. Это же относится и к трубам канала, которые, помимо своей большой собственной длины, часто снаружи закрываются свинцовой радиационной защитой. Поскольку транспортировка пучков жестких рентгеновских лучей очень большой интенсивности связана с серьезной радиационной опасностью, то толщина свинцовой защиты должна быть достаточной для поглощения рассеянного излучения от остаточных газов или случайных касаний пучка стенками канала. Подобную радиационную защиту часто делают простой обмоткой трубы свинцовой фольгой <sup>1</sup>). Все это делает канал транспортировки пучка очень тяжелым, поэтому для крепления его частей обычно используются специальные (как правило регулируемые) достаточно прочные и массивные подставки.

## 3.5. Отбор и монохроматизация СИ для экспериментов

Проблема отбора излучения из синхротронного пучка и его подготовка для эксперимента осуществляется с помощью рентгенооптического блока, располагающегося между выходом канала излучения из источника в экспериментальный зал (портом пучка СИ) и экспериментальной установкой пользователя (экспериментальной станцией), и состоящего из комбинации различных элементов рентгеновской оптики. Такими элементами являются колиммирующие щели, монокристальные монохроматоры, абсорбционные ослабители и фильтры излучения, монокристальные монохроматоры, фильтрующие и фокусирующие рентгеновские зеркала полного внешнего отражения. В последнее время в рентгенооптических блоках для фокусировки и коллимации на пучках СИ стали также применяться преломляющие и отражающие линзы разного типа.

Система отбора и подготовки пучков рентгеновских лучей из белого спектра зависит от задачи эксперимента и типа источника, который используется в данной экспериментальной установке. Свойства СИ, в частности горизонтальная поляризация излучения из поворотных магнитов, налагает определенные требования и ограничения на компановку рентгеновской оптики. Например, при работе на синхротронном излучении из соображений максимальной эффективности отражения дифракционные плоскости<sup>2</sup>) и плоскости отражения обычно располагаются вертикально, в отличие от лабораторных установок, где они чаще всего расположены горизонтально, чтобы упростить конструкцию измерительной установки. Такая схема исключает ослабление интенсивности отобранного пучка из-за поляризационного фактора с изменением угла  $\theta$  при перестройке длины волны и при проведении дифракционных исследований. Задача разработчиков пользовательского канала — обеспечить отбор излучения из какой-либо доступной точки источника синхротронного излучения, обработать пучки так, чтобы они давали требуемую для конкретного эксперимента энергию (длину волны), энергетический интервал ( $\Delta E$ ), сходимость/расходимость лучей, поляризацию, размер фокусного пятна и интенсивность. Задача эта не универ-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Поскольку для откачки труб до сверхвысокого вакуума часто приходится нагревать стенки вакуумных объемов до температуры выше 100°С, чтобы удалить адсорбированные газы, то свинцовая защита должна быть такой, чтобы ее можно было легко снять, а потом поставить снова.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) Под дифракционной плоскостью и плоскостью отражения здесь понимается геометрическая плоскость, содержащая первичный и отраженный лучи и нормаль к отражающей плоскости оптического элемента.

сальна, поскольку каждый эксперимент несет свои требования к излучению, поэтому оборудование каждого пучка СИ уникально.

Общей особенностью рентгенооптических блоков, работающих на пучках СИ является то, что они, как правило, имеют модульную структуру, в которой каждый оптический модуль представляет собой высоковакуумное устройство со сложной прецизионной механикой, системой дистанционного управления и часто со сложной системой охлаждения. Эти элементы соединяются между собой посредством вакуумных фланцев и труб в общую систему внушительных размеров.

Конструкция оптической системы канала СИ может зависеть от многих конкретных требований эксперимента. Например, разный подход нужен для рентгендифракционного исследования образцов в капилляре и образцов в форме пластин или фольги. Могут потребоваться пучки плоских волн для высокоугловых измерений или измерений с высоким энергетическим разрешением. В отдельных случаях необходима контролируемая поляризация, что требует соответствующих элементов в оптике канала пучка. Синхротронное излучение возродило применение в рентгеноструктурном анализе метода Лауэ, который требует полихроматических пучков с известной энергетической полосой. Специфической подготовки требуют пучки для проведения дифракционных и рентгеноспектральных исследований с разрешением по времени.

Для отбора и формирования монохроматических пучков часто применяется компановка рентгенооптического блока, схематически показанная на на рис. 3.66.



Рис. 3.66. Схема отбора и подготовки пучка монохроматических рентгеновских лучей сфокусированных на исследуемый образец. На схеме опущены устройства диагностики и контроля, обычно устанавливаемые в точках отмеченных на рис. 3.2, и обязательная предохранительная заслонка пучка на выходе из рентгенооптического блока

Оптический блок подсоединяется к выходному окну канала от источника излучения, которым может быть поворотный магнит или вставное устройство. На выходе из канала, как правило, уже имеется заслонка пучка, рассчитанная на высокую тепловую нагрузку от белого СИ. Далее в линии пучка уже пользователь встраивает коллимирующие и антифоновые щели, дополнительные заслонки, фильтры-ослабители (аттенюаторы) пучка, монохроматоры и зеркала для фокусировки и монохроматизации излучения. Первым элементом рентгенооптического блока, устанавливаемым сразу после заслонки выхода излучения из канала источника, является коллимирующая щель, которая определяет профиль и сечение пучка, падающего на монохроматор или зеркало и отсекает длинноволновую часть спектра. Щеки щелей, имеющие непосредственный контакт с пучком и подвергающиеся высоким тепловым нагрузкам (до 100 Вт/мм<sup>2</sup> и более при работе с пучками ондуляторного излучения) изготавливаются из вольфрама или карбида вольфрама, обладающих высокой температурой плавления, и имеют систему теплоотвода.

Роль первой коллимирующей щели в рентгенооптическом блоке очень велика. Кроме того, что она определяет сечение пучка, направляемого на монохроматор или зеркало таким образом, чтобы он не выходил за их рабочую область, с ее помощью ограничивается спектральный интервал СИ, вводимого в оптический блок. Известно, что пучки СИ из поворотных магнитов сильно коллимированы в вертикальном направлении относительно орбиты электронов. Согласно определению критической длины волны СИ, половина энергии пучка сосредоточена в пределах плоского угла  $\theta = 1/\gamma$ . При этом частота (длина волны) излучения сильно зависит от угла наблюдения относительно экваториальной плоскости. Для ондуляторного излучения справедлива зависимость частоты  $\omega$  в ондуляторе и угла  $\theta$  наблюдения

$$\omega \cong \frac{2\gamma^2 \omega_0}{1 + \gamma^2 \theta^2}.\tag{3.38}$$

Отсюда следует, что частота излучения при угле  $heta=1/\gamma$  равна половине частоты излучения, которое наблюдается вдоль оси пучка. Таким образом, наиболее жесткая часть СИ сконцентрирована вблизи экваториальной плоскости, а более длинноволновое излучение располагается на периферии пучка. Это свойство сразу позволяет облегчить работу оптического блока по монохроматизации пучка и снизить тепловую нагрузку на его элементы, если с помощью регулировки вертикального размера первой коллимирующей щели обрезать внешнюю область пучка, которая несет длинноволновое излучение, в том числе ИК, которое не нужно в эксперименте. При правильном выборе ширины щели такая процедура не уменьшит интенсивность коротковолнового рентгеновского излучения используемого в экспериментальной установке. Требующийся для этого вертикальный размер щели можно оценить, например, при помощи приведенной выше формулы. В случае ондуляторного излучения пучок коллимирован, как в вертикальном, так и горизонтальном направлениях, поэтому предварительную дискриминацию длинноволновой части спектра можно провести с помощью соответствующего выбора вертикального и горизонтального размеров щели. Это значительно упростит дальнейшую более тонкую монохроматизацию излучения в оптическом блоке, снизит фон и облегчит режим работы всех устройств блока. Правильный выбор вертикального размера первого щелевого устройства также определяет энергетическое разрешение оптического блока при заданной установке кристалл-монохроматора.

После каждого элемента рентгенооптической системы, сильно взаимодействующего с пучком или отражающего его, желательно устанавливать вторичные (антифоновые) щели. Их задачей является удаление возможного паразитического рассеяния оптическим элементом, загрязняющего спектр отбираемого излучения. Эти щели мало взаимодействуют с самим пучком, хотя иногда с их помощью регулируется его горизонтальный размер, поэтому их конструкция проще, чем у первой коллимирующей щели, и они чаще всего являются одинаковыми стандартными устройствами.

Прецизионная монохроматизация пучка выполняется кристалл-монохроматором. Выбор типа монохроматора зависит от задачи эксперимента и диапазона длин волн, в котором предполагается работать. Из применяемых на СИ двухкристальных монохроматоров монохроматор с прорезным параллельным каналом в монокристаллическом блоке является самым простым и дешевым. Монохроматоры с раздельными кристаллами, с фиксированным положением пучка или фокусировкой пучка существенно дороже. Монохроматор с прорезным параллельным каналом может быть хорошим решением проблемы монохроматизации, если длину волны монохроматического пучка

надо менять редко и в узких пределах. Например, в рентгеноструктурном анализе часто бывает достаточно иметь доступ к излучению с длиной волны от ~ 0,7 Å (приблизительно равно длине волны Мо  $K\alpha$ ) до ~ 1,8 Å (Мп  $K\alpha$ ). Монохроматор прорезного типа с кристаллом Si(111) будет вполне подходящим для подобной установки (собственное разрешение кристалла  $1,9 \cdot 10^{-4}$ , что вполне сравнимо с шириной спектральных линий рентгеновских трубок). Недостатком таких монохроматоров является изменение вертикального положения монохроматического пучка при перестройке на другую длину волны. Поэтому такие устройства не пригодны для рабочих станций, в которых приходится часто менять длину волны или проводить измерения со сканированием по длине волны, как, например, в случае спектроскопии поглощения или аномальной дифракции. В этих случаях применяются более сложные монохроматоры с фиксированным положением выходящего пучка.

Сложные монохроматоры с фиксированным положением пучков для СИ в последнее время производятся специализированными компаниями. Например, на ряде каналов источников СИ, таких как APS, ESRF, SPring-8 используются монохроматоры, производимые японской компанией КОНZU Precision Co., Ltd.<sup>1</sup>) Монохроматор с вертикально расположенной дифракционной плоскостью имеет два кристалла с горизонтальными осями наклона. Первый кристалл (кроме наклона вокруг горизонтальной оси) может перемещаться вдоль горизонтальной оси параллельной направлению первичного пучка СИ. Таким образом, при перестройке монохроматора на другую длину волны обеспечивается постоянство положения выходящего пучка, который параллелен первичному пучку СИ. Стабильность удержания вертикального положения пучка на месте при перестройке на другую длину волны составляет около 2 мкм на расстоянии 2 м от выхода из монохроматора. Для обеспечения стабильности работы монохроматора его кристаллы установлены на держателях, охлаждаемых газообразным гелием, которые постоянно поддерживает температуру кристаллов на уровне  $T \sim 125$  К (температура минимального теплового расширения Si). В ряде конструкций двухкристальных монохроматоров применяется криогенное охлаждение кристаллов жидким азотом. Монохроматор работает в камере с вакуумом 10<sup>-9</sup> Торр, предотвращающим загрязнение поверхности кристаллов углеродными пленками, повышающими тепловую нагрузку на кристалл из-за увеличения поглощения рентгеновских лучей и снижающими стабильность его работы.

В монохроматорах обычно используются пары кристаллов Si(111), Si(220), Si(311) или Si(511). Для большинства измерений по рентгеноструктурному или рентгеноспектральному анализу достаточно иметь две пары дополняющих друг друга кристаллов, чтобы охватить область энергий от 5 кэВ до 50 кэВ. Например, кристаллы Si(111) работают в диапазоне энергий от 4,5 кэВ до 24 кэВ, а Si(311) в диапазоне 5–50 кэВ. Область энергий можно расширить, если использовать пару кристаллов Si(511), которые обеспечивают монохроматизацию рентгеновских лучей в диапазоне 10–74 кэВ. Все эти кристаллы различаются еще и собственным энергетическим разрешением (шириной кривой качания), которая меняется приблизительно от  $\sim 10^{-4}$  для кристалла Si(111) до  $\sim 10^{-5}$  для кристалла Si(511).

Одним из важнейших свойств двухкристальных монохроматоров с раздельными кристаллами является их способность подавления высших гармоник посредством нарушения параллельности кристаллов. Например, в монохроматоре компании КОНZU Precision Co., Ltd., первый кристалл с помощью специального пьезо-электрического

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) KOHZU Precision Co., Ltd. 2-6-15 Kurigi, Aso-ku, Kawasaki, Kanagawa, 215-8521 JAPAN. Tel.: +81 44 981-2131; Fax: +81 44 981-2181. E-mail: sale@kohzu.co.jp URL: http://www.kohzu.co.jp/.
привода может слегка отклоняться от параллельности второму кристаллу. Обычно перемещения такого привода предварительно градуируются в единицах полуширины кривой качания кристалла. Поэтому можно сразу задавать смещение угла кристалла от точного брэгговского положения на ту или иную долю ширины кривой качания. Таким образом при отклонении кристалла примерно на 50% полуширины кривой качания при работе с кристаллами Si(111) удается подавить интенсивность 3-й гармоники в 1000 раз.

Если требуется уменьшение горизонтального размера пучка без потери или с минимальной потерей числа фотонов в нем, то это можно сделать с помощью сагиттального изгиба второго кристалла в двухкристальном монохроматоре. Рассмотренный выше монохроматор обладает такой возможностью. Этот метод часто применяется при получении пучков микронных размеров. Однако, эффективность отражения монохроматора обычно ниже, чем у зеркала, поэтому, если нет необходимости сжимать пучок в пятно микронного размера, то лучше такую фокусировку выполнять с помощью зеркала.

Одной из самых острых проблем монохроматизации СИ является проблема удаления высших гармоник, наносящих большой вред рентгеновским дифракционным и рентгеноспектральным измерениям. Пока самым эффективным средством для решения этой проблемы являются рентгеновские зеркала, являющиеся неотъемлемым элементом большинства рентгенооптических блоков. Обычно выбор зеркал скользящего отражения ограничен плоским, эллиптически изогнутым и тороидальным вариантами и определяется тем, должно ли зеркало лишь отсекать высшие гармоники или в дополнение к этому оно должно еще и фокусировать или коллимировать пучок и какова должна быть степень фокусировки. В оптическом блоке может быть одно зеркало (до или после монохроматора) или два, если зеркалами осуществляется фокусировка пучка в горизонтальном и вертикальном направлениях. Например, для сжатия пучков из поворотных магнитов до размера  $0.5 \times 0.5$  мм в области исследуемого образца, обычно приходится применять два фокусирующих зеркала или работать с одним плоским зеркалом, используя двухкристальный монохроматор с сагиттально изогнутым вторым кристаллом, фокусирующим в горизонтальном направлении.

Зеркало является чрезвычайно прецизионным рентгенооптическим элементом, а его юстировка из-за малости углов скольжения обычно гораздо более трудоемка и длительна, чем перестройка двухкристального монохроматора. Это создает сложности для работы в широком диапазоне длин волн. Например, исследования по EXAFS часто требуют измерений в диапазоне энергий от 5 кэВ до 30 кэВ. При такой ширине диапазона с помощью одного зеркала невозможно добиться отсечения высших гармоник без изменения его угла. Решение проблемы на пучке ВМ26 из поворотного магнита накопительного кольца ESRF найдено в изготовлении зеркала из Si и нанесении на его половину в продольном направлении полосы платиногового покрытия <sup>1</sup>). Таким образом на одной подложке совмещены два зеркала, расположенных рядом. Установка такого совмещенного зеркала под углом скольжения 2 мрад позволяет работать во всем диапазоне энергий без изменения угла наклона зеркала. При работе в диапазоне 12-30 кэВ очистку от гармоник выполняет платиновое зеркало, а при переходе в область 5–12 кэВ зеркало трансляционно без изменения угла смещается и в пучок вводится его часть без покрытия и фильтрация гармоник проводится кремниевым зеркалом. Сочетание зеркала скользящего падения с методом расстройки второго кристалла монохроматора позволяет добиться на данном оптическом блоке

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Принцип устройства зеркал скользящего отражения с несколькими покрытияаи на одной подложке см. в §3.3.4.

снижения содержания излучения гармоник в монохроматизированном пучке до 10<sup>-4</sup>. Однако такая схема подавления гармоник применима не всегда.

В ряде случаев измерения в экспериментальных установках проводятся с непрерывным сканированием по энергии рентгеновских лучей, например, в спектроскопии поглощений EXAFS или DAFS. Непрерывное изменение энергии монохроматических лучей достигается непрерывным сканированием двухкристального монохроматора. При этом практически невозможно одновременно бороться с гармониками методом расстройки монохроматора. Это чрезвычайно замедлит скорость измерений. В таких случаях для очистки монохроматического пучка от излучения гармоник приходится использовать два зеркала, одно до монохроматора, а другое после (рис. 3.67). Фильтрация двумя зеркалами обеспечивает очистку от высших гармоник в 10 раз выше, чем фильтрация одним зеркалом (остаточное содержание гармоник не выше 10<sup>-4</sup>).



Рис. 3.67. Схема отбора и подготовки монохроматических рентгеновских лучей сфокусированных на исследуемый образец, обеспечивающая непрерывное изменение длины волны отбираемого излучения. На схеме опущены устройства диагностики и контроля, обычно устанавливаемые в точках отмеченных на рис. 3.2, и обязательная предохранительная заслонка пучка на выходе из рентгенооптического блока

Для проведения измерений с разрешением по времени используется обычная схема оптического блока, применяемая на пучках СИ, в которую встраивается динамическая заслонка (чоппер), открывающая пучок, входящий в оптический блок на определенный короткий момент времени (рис. 3.68).

В принципе, импульсный характер СИ позволяет проводить на нем покадровые измерения с длительностью порядка миллисекунд и даже пикосекунд при работе накопителя в односгустковом режиме и без чоппера, если есть детектор, способный открываться и закрываться с такой частотой. Однако применение чоппера в дополнение к импульсному характеру СИ позволяет получать более короткие регулярные вспышки излучения с длительностью до 100 пс и регулировать длительность этих вспышек. Если чоппер выполнен в виде вала со сквозным диаметральным отверстием, то время открытия пучка определяется размером отверстия и скоростью вращения вала. Скорость вращения может быть синхронизирована, например, с частотой ускорительных станций накопительного кольца, чтобы чоппер открывал пучок только в момент прохождения банча через точку отбора излучения из кольца. Более того, такое устройство может быть синхронизовано с подачей внешнего воздействия на исследуемый образец, например, излучения импульсного лазера, мощного магнитного поля, ультразвука, и т.п. Примером рентгеновской установки,



Рис. 3.68. Схема рентгеновского оптического блока для измерений с разрешением по времени на монохроматическом излучении. Импульсы излучения формируются динамической заслонкой (чоппером) прямого пучка, которая в данном случае представляет массивный вращающийся вал со сквозным диаметрально прорезанным отверстием. На схеме показан ослабитель с разным коэффициентом поглощения на одной пластине. Монитор положения пучка обеспечивает определение положения пучка в вертикальном и горизонтальном положениях перед подачей на исследуемый образец

использующей этот принцип, может служить экспериментальная станция на пучке ID-09 / ESRF в Гренобле (Wulff et al., 1997), позволяющая проводить исследования короткоживущих фотовозбужденных импульсным лазером состояний в кристаллах с временным разрешением до 100 пс.

При измерениях с разрешением по времени обычно важно не только иметь импульсный источник рентгеновских лучей, но также высокую интенсивность пучка, чтобы за чрезвычайно короткое время экспозиции получить статистически значимый результат. Поэтому, как правило, необходима высокая степень концентрации пучка на исследуемом объекте, что достигается с помощью тороидальных фокусирующих зеркал (см. § 3.3.4). Подобное зеркало способно сжимать пучок СИ в пятно площадью в сотые доли квадратного миллиметра в зоне расположения исследуемого образца (с помощью хорошего зеркала достижимо пятно размерами 0,2 × 0,2 мм).

Эта же схема (рис. 3.68) может использоваться и для измерений на полихроматическом излучении, например, для дифракционных измерений методом Лауэ, если кристаллы двухкристального монохроматора развернуть параллельно входящему пучку, а остальную (находящуюся слева от монохроматора) часть оптического блока параллельным переносом поднять вверх так, чтобы прямой пучок попадал на зеркало. Такое перемещение обычно составляет 20–30 мм.

Наконец, следует особо отметить, что последним элементом рентгенооптического блока должна быть предохранительная заслонка пучка. Эта заслонка перекрывает пучок, выходящий из оптического блока, чтобы можно было проводить наладочные работы или установку образцов на измерительной станции без остановки работы оптического блока. Предохранительная заслонка также всегда есть на порте выхода пучка к пользовательской части канала. Но ее частое перекрывание крайне нежелательно, поскольку сильно меняет тепловые нагрузки на элементах рентгенооптического блока и нарушает стабильность их работы и приводит к изменению режима работы систем охлаждения, а после открытия пучка белого СИ выход на режим стабильной работы рентгенооптического блока занимает много времени. Поэтому

для перекрытия подачи излучения в экспериментальную станцию обычно пользуются конечной предохранительной заслонкой оптического блока.

3.5.1. Решение проблемы высших гармоник. При отборе монохроматического излучения из пучка белого СИ кристалл-монохроматоры брэгговского отражения кроме основной дифракционной линии, которая должна использоваться в качестве зонда в рентгеновских дифракционных экспериментах или при измерениях спектров поглощения, пропускают и излучение высших гармоник, которые загрязняют получаемый рентгеновский монохроматический спектр. Например, через кремниевый монохроматор с отражающей плоскостью (111) помимо основной дифракционной линии 111 в том же направлении будут проходить отражения с индексами 333, 444, 555, 777 и т. д. Излучение высших гармоник обладает более высокой энергией, поэтому они поглощаются и рассеиваются не так, как используемая в качестве анализирующего излучения первая гармоника первичного пучка, что искажает результаты измерений. Этот искажающий эффект при измерениях на СИ гораздо сильнее, чем при съемке на излучении рентгеновских трубок, поскольку число высших гармоник может быть намного больше, а их интенсивность может быть сравнима с интенсивностью первой гармоники. Поэтому эффект высших гармоник должен либо учитываться при обработке экспериментальных данных, а лучше исключаться в эксперименте. Для устранения вредного эффекта высших гармоник при работе с синхротронным излучением применяются в основном два способа: либо очистка спектра с помощью рентгеновского зеркала, либо подавление высших гармоник с помощью «расстройки» двухкристального монохроматора.

Метод расстройки монохроматора для подавления высших гармоник использует свойство кристаллов кубической симметрии и простейших структурных типов, к которым относятся Si и Ge, заключающееся в том, что с возрастанием порядка отражения от данной системы их плоскостей полуширина максимума дифракционного отражения уменьшается (см., например, Пинскер, 1982 — с. 225 и рис. 3.69).

Различие в ширине отражения разных порядков довольно велико. Поэтому, если второй кристалл двухкристального монохроматора, изображенного на схеме рис. 3.34 или рис. 3.67, слегка (на  $\Delta$  = несколько угловых секунд) отклонить от точного брэгговского угла, соответствующего максимуму кривой качания, то при уменьшении интенсивности первого порядка отражения на 50% интенсивность отражения во втором порядке упадет почти до нуля (станет менее 1% по сравнению с ее интенсив-



Рис. 3.69. Схематическое сравнение ширины кривых качания монокристалла в двух порядках брэгговского отражения, для демонстрации принципа метода устранения высших гармоник с помощью расстройки монохроматора

ностью при точном брэгговском положении кристалла). Данный способ легко можно реализовать, как при работе на СИ, так и при съемке на лабораторных источниках рентгеновского излучения.

Очистка спектра от гармоник с помощью рентгеновского зеркала основана на различиях критического угла полного внешнего отражения для рентгеновских лучей с разной длиной волны. Используется свойство зеркал полного внешнего отражения отсекать коротковолновое излучение (см. соответствующий раздел данной книги). Для очистки спектра излучения, выходящего из монохроматора, используется второе зеркало, изображенное на схеме рис. 3.67, которое устанавливается под таким углом к пучку, выходящему из монохроматора, чтобы он был больше критического угла отражения высших гармоник, но ниже критического угла отражения основной гармоники. Таким образом лучи с используемой энергией отражаются, а высшие гармоники поглощаются зеркалом. Поскольку рентгеновские зеркала могут обладать почти 100 % эффективностью, то ослабление основной гармоники незначительно по сравнению с тем, которое происходит при расстройке монохроматора. Это наиболее предпочтительный метод при работе на СИ, снижающий содержание высших гармоник в пучке до величины менее 0,1 %, и сохраняющий основную рабочую интенсивность пучка. Так как из-за малости углов скользящего отражения рентгеновских лучей рентгеновские зеркала должны иметь большую длину (1 м и более), чтобы полностью отразить весь пучок, то данный метод очень трудно применить при работе с лабораторными источниками рентгеновских лучей.

Устранение высших гармоник с помощью амплитудной дискриминации сигнала измерительного детектора могло бы быть наиболее простым и эффективным средством борьбы с ними. Для этого достаточно с помощью электроники детектора выбрать энергетическое окно, в которое попадает только энергия фотонов используемых в качестве анализатора, а все остальное, что находится выше или ниже этой энергии обрезается. Однако, для такой сортировки необходимо иметь детектор с достаточно высокой разрешающей способностью, такой, как, например, у полупроводниковых детекторов (энергодисперсионных многоканальных спектрометров). К сожалению, при измерениях на синхротронном излучении и даже при измерениях интенсивности падающего на образец пучка фотонов от лабораторных источников излучения требуется очень высокая скорость счета ( $\gg 10^6$  фотон/с), с которой полупроводниковые детекторы работать не способны и могут справиться только ионизационные камеры. Но их энергетическое разрешение недостаточно для подавления гармоник, ближайших к основной. Поэтому два метода рассмотренных выше остаются основными способами борьбы с высшими гармониками, хотя применение энергодисперсионных детекторов может быть весьма эффективно во многих случаях измерений поглощения по флуоресцентному излучению образца.

## 3.6. Экспериментальные станции

Конечной и самой интересной для пользователя частью канала СИ является измерительный блок (экспериментальная станция), в который подается пучок рентгеновских лучей, подготовленных рентгенооптическим блоком, и где проводятся дифракционные, спектральные и др. измерения на различных образцах. Оборудование экспериментальной станции включает детекторы, держатели образцов, специальные столы и скамьи с прецизионными трансляционными и угловыми перемещениями для монтажа блоков измерительной установки, гониометры и рентгенооптические устройства, необходимые для проведения конкретных измерений. Устройство каждой экспериментальной станции, как и оборудование каналов СИ, уникально и не может быть воспроизведено на 100% на других каналах СИ даже для проведения одних и тех же исследований, поскольку уникален каждый источник излучения. Поэтому измерительные установки строятся по модульному принципу на основе общих для данного типа измерений идей из отдельных более или менее стандартных блоков, подобно моделям в детском конструкторе. К сожалению нельзя дать подробного рецепта для создания измерительных установок. В начале эпохи практического применения СИ для создания измерительных установок приходилось приспосабливать отдельные элементы из похожих лабораторных установок или изготавливать отдельные устройства

самостоятельно. Поэтому большинство крупных центров синхротронного излучения создавало собственные цеха, мастерские и лаборатории для разработки и производства экспериментальных установок. В них создавалось уникальное оборудование, часто с очень хорошими техническими характеристиками. И до настоящего времени подобные разработки ведутся и продолжается производство отдельных модулей для оборудования источников СИ в крупных центрах по использованию СИ, таких, как, например, HASYLAB в Германии, ESRF во Франции, APS в США, SPring-8 в Японии или Новосибирский ИЯФ СО РАН в России. Однако, производимые таким образом установки и устройства, несмотря на их высокий научно-технический потенциал, оставались и остаются полукустарными опытными образцами, в которых всегда присутствуют неустраненные недоработки, осложняющие работу с ними. Поэтому с приходом на рынок оборудования СИ специализированных компаний, которые во взаимодействии с центрами синхротронного излучения поставили разработку и производство необходимых модулей и устройств на промышленную основу, даже эти крупные институты все больше пользуются оборудованием, изготавливаемым такими компаниями.

Что необходимо для создания измерительной установки для проведения исследований материалов с помощью синхротронного излучения?

Главным элементом в любой измерительной установке является исследуемый образец. Существует мало рентгеновских методов исследования материалов, в которых образец остается неподвижным в процессе измерений. Чаще всего требуется перемещать и поворачивать его в трехмерном пространстве, например, чтобы воздействовать неподвижным пучком рентгеновских лучей с разных сторон, или подвергать его различным внешним воздействиям, чтобы получить нужные сведения о структуре и свойствах вещества. Одновременно с этим необходимо независимо перемещать детектор, регистрирующий сигналы рентгеновского излучения вокруг образца. Для этого используются специальные механические устройства, называемые гониостатами, гониометрами, дифрактометрами и спектрометрами, которые обеспечивают трехмерные перемещения и ориентации образца и позволяют подставлять его под различные внешние воздействия. Достаточно подробное описание рентгеновских гониостатов, гониометров и дифрактометров можно найти, например, в книгах Асланов (1982) и Aslanov, Fetisov & Howard (1998). Наиболее распространены трехосные гониометры с эйлеровой геометрией и каппа-геометрией, обеспечивающие трехмерное изменение ориентации образца по полной сфере, которые обычно применяются в рентгеновской дифрактометрии монокристаллов, и двухкружные гониометры, поворачивающие образец вокруг двух взаимно перпендикулярных осей, которые чаще всего применяют в дифрактометрии порошков. В практике рентгеновских исследований веществ с помощью СИ иногда приходится применять и более сложные гониометры, например, с 5, 7 и даже большим числом вращательных степеней свободы. Все определяется задачей. В то же время, например, для порошковой дифрактометрии образцов в капилляре с использованием координационного детектора может оказаться достаточным использовать простейший гониометр с одной осью. Множество гониометров разной сложности и размеров, которые годятся для проведения рентгеновских дифракционных и спектральных исследований веществ на синхротронном излучении, промышленно производится специализированными компаниями в Германии, Нидерландах, Японии и США. Ряд подобных устройств для манипуляций с образцами разработан в России Институтом Кристаллографии РАН, но их серийное производство не налажено.

Существует множество различных камер, в которых исследуемый образец может подвергаться различным воздействиям: нагреваться до высоких температур, охлаждаться, подвергаться высоким давлениям, облучаться лазером и т.п. Существуют специальные ячейки, обеспечивающие рентгеноструктурные и рентгеноспектральные измерения образцов в сверхглубоком вакууме, сверхвысоком давлении, высоких или криогенных температурах, в мощных магнитных полях, в растворенном или расплавленном состоянии, при воздействии коррозионной среды или излучения импульсного лазера, и т. д., и т.п. Часто размеры этих приспособлений не удается сделать как угодно малыми. Поэтому для работы с ними требуется использовать гониометры очень больших размеров, чтобы в них можно было встроить соответствующие приставки.

Необходимыми элементами экспериментальных станция являются рентгеновские детекторы. Они нужны, как для счета фотонов, рассеянных исследуемым образцом, так и для контроля интенсивности поступающего и прошедшего через образец пучков. В зависимости от задачи эксперимента могут использоваться точечные, линейные координационные, телевизионные детекторы с разрешением и без разрешения по энергии. В действующих сегодня экспериментальных станциях можно найти все типы детекторов, рассмотренные выше. Количество типов и моделей детекторов имеющихся на мировом рынке сегодня огромно, и постоянно разрабатываются все более совершенные. Поэтому не представляет большой сложности выбрать нужный для конкретной задачи, хотя он может оказаться и очень дорогим.

Различные щели, коллиматоры и фильтры рентгеновских лучей, которые также широко применяются в установках экспериментальных станций, практически не отличаются от стандартно используемых в соответствующих лабораторных установок, и их можно легко купить либо изготовить по заказу.

Поскольку синхротрон нельзя переместить в пространстве, как рентгеновскую трубку, что обычно делается в лабораторных установках, когда нужно сместить пучок рентгеновских лучей, то на экспериментальных станциях приходится подгонять положение самой измерительной установки к положению пучка. Поэтому установки экспериментальных станций целиком или их блоки крепятся на специальных подставках (оптических столах или оптических скамьях), которые имеют механизмы трансляционных перемещений в координатах *XYZ*. Более сложные и дорогие подставки могут иметь механизмы поворота и наклона. Выбор типа и сложности подставок определяется сложностью и конструкцией экспериментальной станции. Уместно лишь отметить, что при выборе подставки следует стремиться к минимуму степеней свободы в ней. Лишние степени свободы не облегчают юстировку, но создают лишние проблемы и снижают стабильность измерительной установки.

При создании экспериментальной станции обычно возникает вопрос, в какой атмосфере должна работать измерительная станция. Может ли она работать на открытом воздухе или для нее требуется вакуумная камера. Использование вакуума, обычной атмосферы или гелия зависит от конструкции конкретной установки и решаемой с ее помощью задачи. Иногда и сами измерительные установки делаются вакуумными, чтобы понизить рассеянный фон и флуоресцентный фон атмосферного воздуха. Например, если проводится анализ легких элементов, то флуоресцентное излучение от атмосферы может мешать эксперименту. Поглощение фотонов в воздухе является также большой помехой при работе с длинноволновым излучением (энергия < 5 кэВ). В случае дифракционных исследований на жестком излучении с энергией > 8 кэВ влияния рассеяния и поглощения в атмосфере не столь велико. Однако при больших расстояниях между образцом и детектором чаще всего установку закрывают пленкой ПВХ и этот замкнутый объем заполняют гелием для снижения паразитного фона и поглощения фотонов.

Здесь мы лишь кратко рассмотрели общий подход к созданию рентгеновских установок для исследований на синхротронном излучении. Конечно, требования к элементам и деталям экспериментальной установки различны в разных экспериментальных методах. В одних жесткие требования предъявляются к характеристикам детекторов, их спектральному и пространственному разрешению, динамическому диапазону и т.п., тогда как в других более важно иметь прецизионный гониометр со сложной системой координат при более мягком подходе к параметрам детектора. Все зависит от конкретного метода и задачи эксперимента, но структура установки внутри экспериментальной станции везде одна: детектор-монитор первичного пучка — держатель-гониометр образца — детектор рассеянного излучения! Поскольку оборудование экспериментальных станций, как и оборудование оптического блока пучка СИ, каждый раз уникально, то все варианты здесь описать невозможно. Но ряд конкретных экспериментальных установок для исследования структуры веществ с помощью СИ будет рассмотрен в последующих главах, посвященных практическим применениям синхротронного излучения.