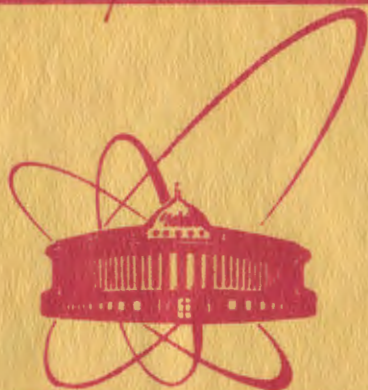


1194/82

9/10-82



объединенный
институт
ядерных
исследований
дубна

P13-81-794

А.Полерс,* Г.Щорнак

ИНТЕНСИВНОСТИ ОТРАЖЕНИЯ
n-ГО ПОРЯДКА ФОТОНОВ
НА КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛОСКОСТЯХ КВАРЦА,
LiF, Ge И Si

Направлено в ПТЭ

* Технический университет, Дрезден. Секция физики,
кафедра прикладной ядерной физики.
DDR-8027, Дрезден, Моммсенштрассе 13.

1981

1. ВВЕДЕНИЕ

Для прецизионных исследований характеристического рентгеновского излучения используются кристалл-дифракционные спектрометры Брэгга. Кристалл-анализатор, при помощи которого исследуется спектральный состав рентгеновского излучения, является либо плоским, либо изогнутым кристаллом. Расстояние d между выбранными плоскостями кристаллической решетки определяет диапазон длин волн или энергий, соответственно, в котором можно провести исследования. Аналитическая связь между длинами волн λ , углом Брэгга θ и порядком отражения n описывает условие Брэгга

$$n\lambda = 2d \sin\theta = \frac{1,2395 \cdot n}{E / \text{кэВ} \cdot \text{нм}} \quad /1/$$

Чтобы охватить максимально большую область энергии, рекомендуется проводить измерения не только на первом порядке отражения, но и на более высоких порядках. Однако известен тот факт, что при более высоких порядках отражения интенсивность рентгеновских рефлексов заметно падает^{1,2/}. Опубликованные в литературе данные об отражательных способностях кристаллов являются неполными и иногда противоречивыми. Цель настоящей работы состоит в исследовании изменения отражательных способностей ряда плоских кристаллов при разных порядках отражения. Особое внимание направлено на сравнимость результатов.

2. ТРЕБОВАНИЯ, ПРЕДЪЯВЛЯЕМЫЕ К КРИСТАЛЛ-АНАЛИЗАТОРАМ

Использованные в рентгеновских дифракционных спектрометрах кристаллы должны удовлетворять следующим требованиям:

- 1/ возможность анализа широкого спектрального диапазона;
- 2/ хорошее разрешение отдельных рентгеновских линий;
- 3/ высокое отношение эффект-фон;
- 4/ большая отражательная способность η ;
- 5/ возможность изгиба кристалла.

Ошибки в измерении спектров рентгеновского излучения по мере уменьшения угла Брэгга возрастают вследствие геометрических aberrаций^{3/}. Поэтому существует необходимость выбора определенного наименьшего угла θ , величина которого определяет геометрические aberrации, возможность их коррекции и точность эксперимента. С другой стороны, по конструкционным причинам вообще невозможно провести измерения в области около $\theta \approx 90^\circ$.

При условии, что предельные углы составляют 7 и 83° , можно, с определенной целью измерения, сформулировать требования к величине расстояния между плоскостями кристаллической решетки

ки. Чтобы, например, анализировать вплоть до урана K_{α} -линии тяжелых атомов или ионов, на первом порядке отражения следует применять кристаллы с межплоскостными расстояниями 0,05 нм. Однако такие кристаллы с достаточно высокой отражательной способностью неизвестны. Это обстоятельство и заставляет, несмотря на использование кристалл-анализаторов с наименьшими значениями межплоскостных расстояний, проводить измерения на отражениях выше первого порядка. Поэтому, чтобы выбрать подходящие для работы кристалл-дифракционного рентгеновского спектрометра кристалл-анализаторы, необходимо точно знать отражательные способности выбранных кристаллов при различных порядках отражения.

3. ОТНОСИТЕЛЬНЫЕ ОТРАЖАТЕЛЬНЫЕ СПОСОБНОСТИ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ РЕШЕТОК И ПРЕДЕЛЫ ДОКАЗАТЕЛЬСТВА РЕНТГЕНОВСКИХ ЛИНИЙ

Измерение полной отражательной способности кристаллической решетки прямым путем затруднительно. Но для сравнения относительных отражательных способностей различных кристаллических решеток достаточно при одинаковых условиях эксперимента исследовать интенсивности отдельных рентгеновских рефлексов определенной рентгеновской линии, соответствующие различным порядкам отражения и различным кристаллическим решеткам. При одинаковой первичной интенсивности анализируемого излучения справедливо $\eta \sim P / \text{чистая интенсивность}$, т.е. относительную отражательную способность кристаллов можно определить из отношений чистых интенсивностей рефлексов на исследуемых плоскостях кристаллических решеток. Чистая интенсивность рефлекса определяется из измеряемой полной интенсивности B вычитанием отдельно измеряемого фона U

$$P = B - U.$$

/2/

Ошибка в определении величины P уменьшается, если соотношение P/U растет для исследуемого рефлекса. Чтобы добиться низшего предела регистрации для определенной линии рентгеновского излучения, надо увеличивать произведение $P \cdot P/U$ для рассматриваемого рефлекса. При определении предела регистрации рентгеновских линий c справедливо соотношение

$$c \sim \frac{1}{[P^2/U]^{1/2}}$$

/3/

Если, как в данном случае, представляет интерес только сравнение пределов регистрации для различных измерений при одинаковых условиях измерения, то из формулы /3/ следует для определения относительного предела регистрации

$$\frac{c}{c_0} = \left(\frac{[P^2/U]_0}{P^2/U} \right)^{1/2}$$

/4/

При этом указатель "0" характеризует то измерение, с которым сравниваются все остальные. Относительный предел регистрации показывает, насколько хуже исходный предел регистрации оценивается по сравнению с первоначальным измерением.

4. УСЛОВИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Все исследования проведены на промышленном универсальном рентгеновском дифрактометре HZG-4 /4/, который действует по принципу фокусировки Брэгга-Брентано. Схема измерения показана на рис.1. Для анализа отражательных способностей кристаллов применяется излучение K_α -линии молибдена $E = 17,441$ кэВ/. В качестве монохроматора рентгеновского излучения использовался ниобиевый фильтр.

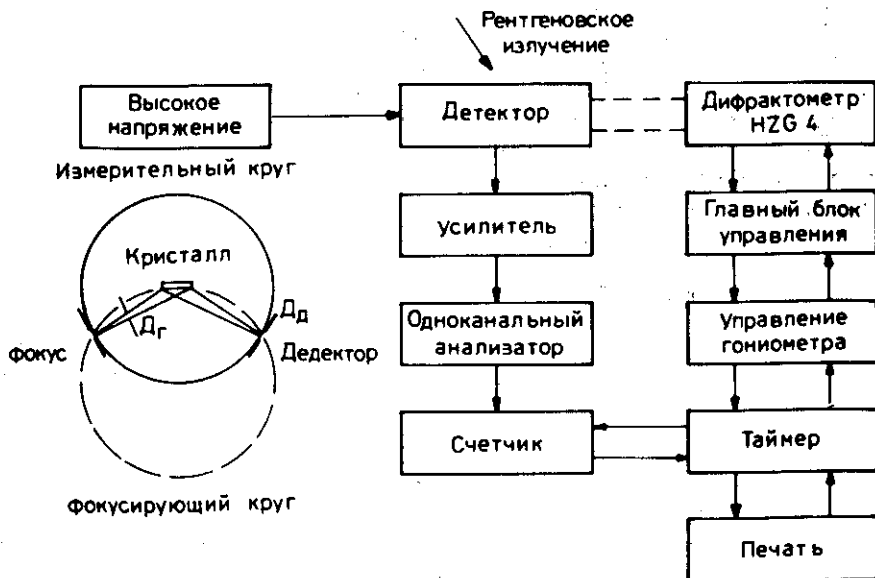


Рис.1. Схема измерения.

Система диафрагм спектрометра имела следующие параметры:

- горизонтальная диафрагма $D_G = 0,44$ мм /на расстоянии 110 мм от кристалла/,
- вертикальная диафрагма $D_B = 6,0$ мм /на расстоянии 115 мм от кристалла/,
- диафрагма перед детектором $D_D = 0,44$ мм.

Исследуемые кристаллические плоскости

Кристаллическая плоскость	d/нм	n _{макс.}
LiF (200)	0,2013	5
Si (100)	0,5430	12
Si (III)	0,3138	8
Ge (100)	0,5663	12
Ge (III)	0,3270	8
кварц (10 $\bar{1}$ 1)	0,3343	8

Для счета рассеянных квантов рентгеновского излучения использовался пропорциональный счетчик, заполненный смесью 90% Xe и 10% CH₄. Обработка спектров исследуемых рефлексов осуществлялась по методу наименьших квадратов. При этом для аппроксимации фона бралась квадратичная функция.

Табл. 1 содержит перечень плоских кристаллов с соответствующими значениями межплоскостных расстояний d выбранных плоскостей и максимальными порядками отражения n_{макс.}, на которых проведены измерения.

5. ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Исследование показанных в табл. 1 материалов проводилось на плоских кристаллах. Однако в практике для увеличения светосилы часто используются фокусирующие спектрометры с изогнутыми кристаллами. При переходе от плоского к изогнутому кристаллу принципиальное поведение их отражательных способностей сохраняется, но полная отражательная способность кристалла растет с уменьшением радиуса фокусирующего круга R. Это видно из рис. 2 на примере Si(400)^{5/}. На рис. 3, 4 показаны измеряемые величины чистых интенсивностей как функции порядка отражения n. Для германия и кремния существует в общих чертах одинаковый ход соответствующих кривых, который вызван близостью структуры кристаллических решеток. Для определенных порядков отражения наблюдается ряд острых минимумов, так как структурный фактор для этих порядков отражения имеет очень маленькие значения. Такие минимумы появляются:

- у плоскостей кристаллической решетки типа /111/ для n = $2^{K+1} + 2K$ (K=0,1),

- у плоскостей кристаллической решетки типа /100/ для n ≠ 4K (K=1,2,3).

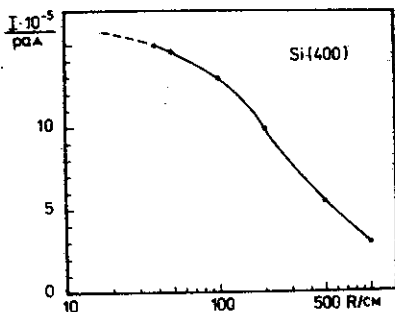


Рис.2. Зависимость отражательной способности кристалла I от радиуса изгиба R на примере Si(400)^{4/}.

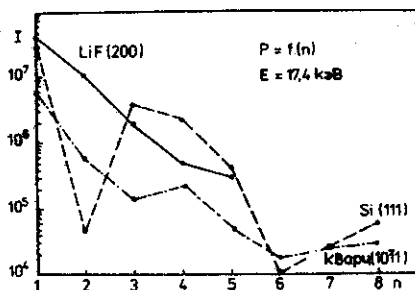
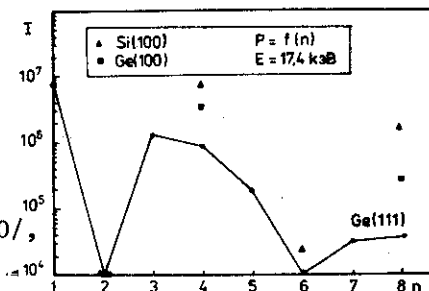


Рис.3. Зависимость интенсивности рентгеновских рефлексов I от порядка отражения для LiF /200/, кварца /1011/ и Si /111/.

Рис.4. Зависимость интенсивности рентгеновских рефлексов I от порядка отражения для Si /100/, Ge /111/ и Ge /100/.



Особенно ярко выраженные минимумы наблюдаются при нечетных n для плоскостей кристаллической решетки типа /100/.

Для LiF и, в ограниченной мере, для кварца обнаружен почти монотонный спад отражательной способности в зависимости от порядка отражения.

На рис.5 и 6 показаны зависимости величины R^2/U от порядка отражения. Кривые показывают ход зависимости от n, подобный приведенному на рис.3 и 4. Вследствие высокого отношения R/U повышаются отражения для:

LiF (200)	при	n = 2,3;
Si (111)	при	n = 1,3,4;
Si (100)	при	n = 4,8;
Ge (111)	при	n = 1,3;
Ge (100)	при	n = 4;
кварц(1011)	при	n = 1

и достигаются сравнимые с LiF(200) при n = 1 пределы регистрации рентгеновских линий.

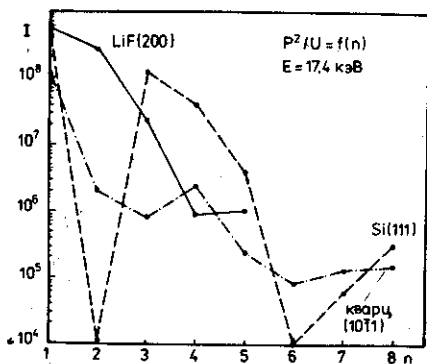


Рис. 5. Зависимость величины P^2/U от порядка отражения для LiF/200/, кварца /1011/ и Si /111/.

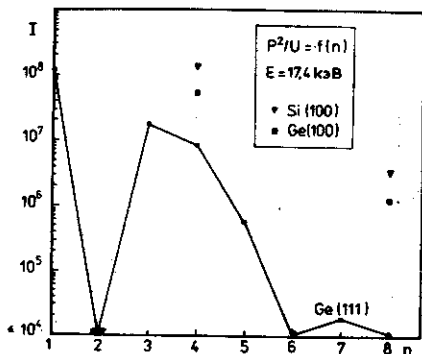


Рис. 6. Зависимость величины P^2/U от порядка отражения для Si /100/, Ge /111/ и Ge /100/.

Табл. 2 содержит пределы области измерения в зависимости от порядка отражения и относительные пределы регистрации рентгеновских линий для исследуемых кристаллических решеток. Те порядки отражения, для которых соотношение /4/ дало очень большие значения, не учтены. Видно, что для исследованных кристаллов LiF/200/, Si /111/ и Si /100/ выполняются сформулированные в разделе 2 требования, которые и рекомендуются для применения как кристалл-анализаторы в рентгеновских кристалл-дифракционных спектрометрах.

6. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведенные измерения дают обоснование для оценок применимости исследуемых кристаллических решеток при анализе квантов рентгеновского излучения и низкоэнергетического μ -излучения на высоких порядках отражения. Кроме LiF, из исследуемых кристаллов особенно рекомендуется кремний для применения в кристалл-дифракционных спектрометрах Брэгга. Было бы желательно, на основе полученных результатов, исследовать дополнительные плоскости кристаллической решетки на их применимость в кристалл-дифракционных спектрометрах. Это необходимо, так как промышленные кристаллы кремния и германия относительно ориентации их плоскостей кристаллической решетки не всегда определяют оптимальные условия их использования /цилиндрические кристаллы/. А для изготовления достаточно больших кристаллических плат не все плоскости доступны.

Таблица 2

Относительные пределы регистрации и измерения
рентгеновских линий для диапазона брегговского угла
 $7^\circ \leq \theta \leq 83^\circ$

Плоскость кристаллической решетки	n	Предел измерения /кэВ/		с /с.*
		$\mathcal{J} = 7^\circ$	$\mathcal{J} = 83^\circ$	
LiF (200)	1	25,263	3,102	1,00
	2	50,525	6,201	1,45
	3	75,788	9,306	5,06
	4	101,051	12,407	25,00
Si (III)	1	16,206	1,996	1,13
	3	48,617	5,969	2,13
	4	64,823	7,959	3,78
	5	81,029	9,949	11,95
Si (100)	4	37,457	4,599	2,05
	8	74,914	9,198	4,05
	12	112,371	13,797	14,14
Ge (III)	1	15,549	1,909	2,22
	3	46,648	5,728	5,87
	4	62,197	7,637	8,45
	5	77,746	9,546	31,62
Ge (100)	4	35,915	4,410	3,28
	8	71,830	8,820	20,41
кварц (10 $\bar{1}$ 1)	1	15,210	1,868	2,13
	2	30,420	3,735	5,42
	3	45,630	5,603	26,73
	4	60,841	7,470	15,81
	5	76,051	9,938	50,00

* Сравнительное измерение: LiF/200/, n = 1.

В заключение авторы выражают признательность профессору Г.Музиолу за поддержку работы, Е.Бохману за помощь при проведении измерений и К.Фодель - за подготовку рентгеновских спектров для обработки на ЭВМ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Блохин М.А. Методы рентгено-спектральных исследований. Изд-во физ.-мат. лит-ры, М., 1959, с.168.

2. Beer W. Rapport IPF-SP-004, Fribourg, 1974.
3. Zschornack G. et al. JINR, E13-81-269, Dubna, 1981.
4. Universelles Röntgendiffraktometer HZG-4, VEB Freiburger Präzisionsmechanik, Freiberg, 1978.
5. Cauchois Y., Bonelle C. X-Ray Diffraction Spectrometry. In: Atomic Inner-Shell Processes. Academic Press, New York et al., 1975, vol.2.

Рукопись поступила в издательский отдел
15 декабря 1981 года.