

02;05;12

Новый светосильный ступенчатый дифрактор для рентгеновского микроанализа

© М.И. Мазурицкий, А.В. Солдатов, В.Л. Ляшенко,
Е.М. Латуш, А.Т. Козаков, С.И. Шевцова, А. Марчелли

Ростовский государственный университет
E-mail: mazurmik@icomm.ru

Поступило в Редакцию 21 августа 2000 г.

В электронно-зондовых микроанализаторах рентгеновское характеристическое излучение генерируется в малом объеме образца, при этом площадь излучающей поверхности составляет примерно $1 \mu\text{m}^2$. Для расстояний порядка полуметра такой источник рентгеновского излучения может считаться точечным. Практическое использование рентгеновского микроанализа требует как высокого спектрального разрешения, так и хорошей интенсивности. Существующие в настоящее время монохроматоры не позволяют достичь обе эти цели одновременно. В данной работе представлены результаты тестирования нового прототипа светосильного ступенчатого дифрактора, изготовленного на основе четырех цилиндрических изогнутых кристаллов слюды (002), для рентгеновского микроанализа.

Известно, что совершенные и мозаичные кристаллы применяются для выделения монохроматического рентгеновского излучения в диапазоне энергий от нескольких сотен до десятков тысяч электрон-вольт. В случае практически точечных источников излучения целесообразно использование фокусирующей рентгеновской оптики на основе цилиндрически изогнутых кристаллов [1–3] (методы Иоганна, Иоганссона, Кошуа) или кристаллов со сферической, тороидальной [4,5] формой изгиба кристаллографических плоскостей. Ряд проблем, решаемых с использованием рентгеноспектрального микроанализа, требуют высокой разрешающей способности ($\lambda/\Delta\lambda$) спектрометра в сочетании с достаточной его светосилой. Обычно достигается компромисс между необходимым спектральным разрешением (ассоциируемым с малой отражающей площадью кристалла) и приемлемой апертурой дифрактора. Однако при любом типе изгиба кристалла для получения срав-

нительно хорошего разрешения ($\lambda/\Delta\lambda$ порядка $10^3-5 \cdot 10^3$) обязательно накладываются ограничения на размеры отражающей поверхности кристалла, что в свою очередь определяет предел светосилы спектрометра. В работе [6] нами разработан алгоритм, составлена программа компьютерного моделирования дифракционных зон и отражающих поверхностей для всевозможных изогнутых кристалло-монохроматоров с различной формой кривизны кристаллографических плоскостей (цилиндрической, сферической, тороидальной и т.д.), применяемых в схемах фокусировки на круге Роуланда. Для заданного параметра разрешения программа позволяет получить форму отражающей поверхности кристалла, в каждой точке которой падающее излучение удовлетворяет уравнению Бреггов (брегговскую дифракционную зону), определить оптимальные параметры кривизны и размеры кристалла-дифрактора.

В работах [7,8] нами впервые была предложена модель, а в работе [9] описана математическая схема построения светосильного ступенчатого рентгеновского дифрактора, удовлетворяющего условию высокого спектрального разрешения. Показано, что при неизменной угловой ширине каждой из ступенек достигается высокое разрешение.

Как известно, в рентгеновском микроанализаторе первичное характеристическое излучение, генерируемое в микрообъеме образца, попадает в камеру спектрометра. Сканирование по спектру осуществляется путем одновременного перемещения изогнутого кристалла-дифрактора и детектора монохроматического излучения. При этом источник излучения, вершина кристалла и входное окно детектора лежат на круге фокусировки. Подробней оптическая схема спектрометрического канала рентгеновского микроанализатора описана в монографии [10].

На рис. 1, *a* изображены принцип разложения в спектр и схема фокусировки монохроматизированного рентгеновского излучения. Источник излучения *S* и детектор *D* расположены на фокальном круге (круге Роуланда). Третьей точкой является вершина дифрактора — середина его центральной ступеньки. В настоящей работе использована специальная форма отражающей кристаллической поверхности (рис. 1, *a*), а именно ступенчатая псевдоцилиндрическая поверхность, характеризующаяся постоянным угловым размером ступенек в плоскости фокального круга. Каждая ступенька представляет собой часть цилиндрической поверхности фиксированного радиуса, на которую наклеен изогнутый кристалл

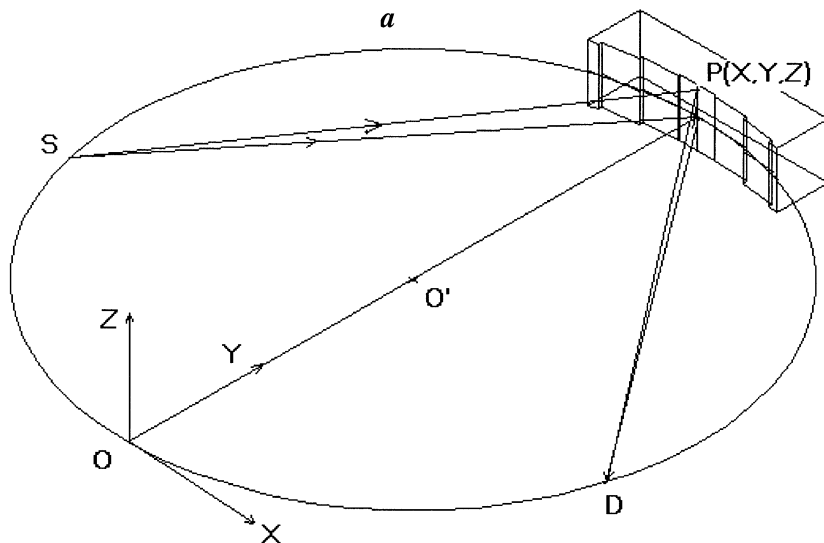


Рис. 1. Псевдоцилиндрический ступенчатый дифрактор: *a* — оптическая схема разложения в спектр и фокусировки рентгеновского излучения. *XYZ* — системы отсчета, O^b , O — центры круга фокусировки и кривизны ступенек соответственно, *S*, *D* — положение источника излучения и его изображения. *b* — общий вид действующего прототипа, предназначенного для рентгеновского микроанализатора.

слоды (002). Центральная ступенька имеет радиус изгиба, равный удвоенному радиусу фокального круга. По мере удаления от центра радиусы изгиба последующих ступенек уменьшаются. Оси симметрии всех цилиндрических поверхностей проходят через точку O перпендикулярно плоскости круга фокусировки. Алгоритм вычисления значений радиусов и других параметров дифрактора изложен в работе [9].

На рис. 1, *b* показан общий вид изготовленного нами прототипа дифрактора, для рентгеновского микроанализатора CAMEBAX-micro, в котором радиус фокального круга спектрометра составляет 160 mm. Конструкция держателя кристаллов такова, что он содержит четыре ступеньки, причем количество ступенек справа и слева от центральной различно.

b

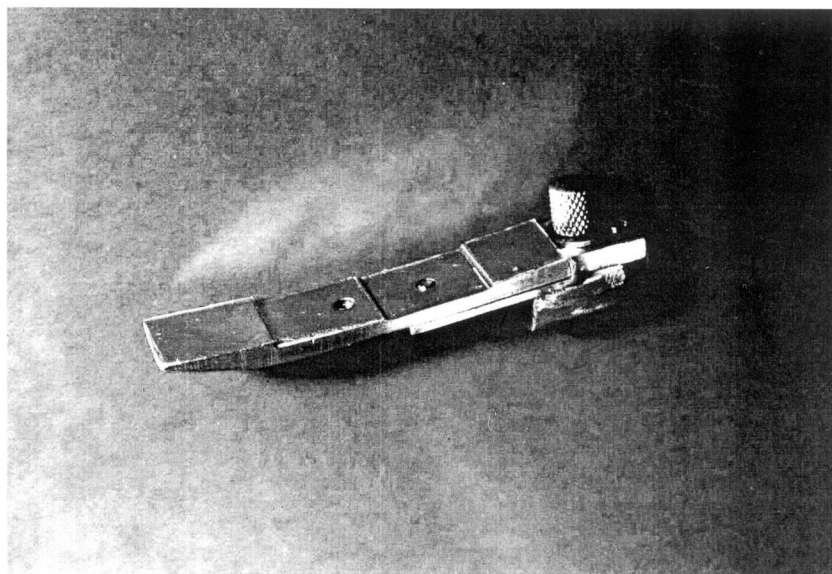


Рис. 1 (продолжение).

Тестирование действующего прототипа ступенчатого дифрактора проводилось в спектрометрическом канале микроанализатора SAMEBAХ-micro с использованием излучения $\text{Ag } L\alpha(3)$, $\theta_B = 38.92^\circ$. На рис. 2, *a* и *b* представлены эмиссионные спектры, полученные от центральной ступеньки и всего дифрактора соответственно. При дифракции излучения на центральном кристалле измеренное значение спектрального разрешения составило $\lambda/\Delta\lambda = 10^3$. Для всего дифрактора, содержащего четыре цилиндрически изогнутых кристалла, соответствующая величина разрешения оказалась меньше — равной $0.7 \cdot 10^3$. При этом интенсивность в максимуме спектра возросла в 3.3 раза, что примерно соответствует отношению площади поверхности дифрактора к площади центральной ступеньки. Таким образом, для тестированного образца интенсивность спектра возросла пропорционально увеличению рабочей площади поверхности дифрактора.

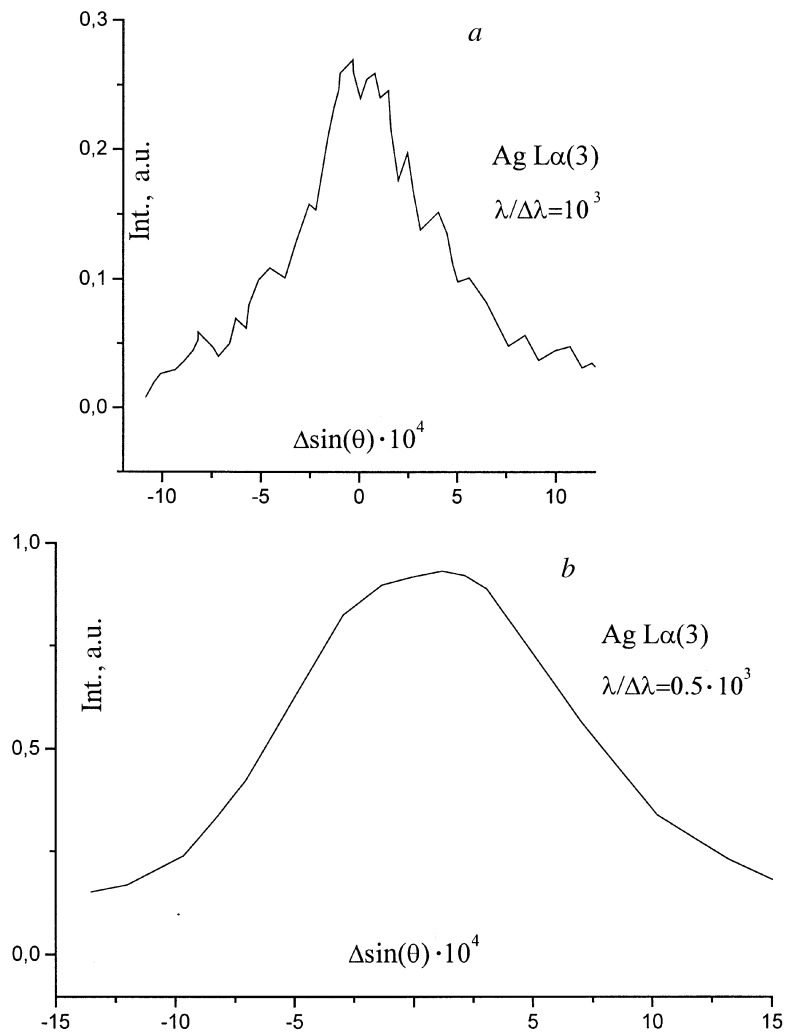


Рис. 2. Ag Lα (3) эмиссионный спектр, полученный с использованием цилиндрически изогнутых кристаллов слюды (002) при угле Брегга $\theta = 38.92^\circ$: *a* — для одного центрального кристалла с разрешением $\lambda/\Delta\lambda = 10^3$; *b* — для всего дифрактора с разрешением $\lambda/\Delta\lambda = 0.5 \cdot 10^3$.

Замена изогнутого по Иоганну [1] монокристалла на ступенчатый дифрактор, содержащий четыре кристалла слюды, привела к выигрышу в интенсивности. При этом в принципе не должно было измениться спектральное разрешение. Однако из экспериментальных спектров (рис. 2, *a* и *b*) видно, что наблюдается небольшое ухудшение спектрального разрешения. Это ухудшение спектрального разрешения может быть обусловлено либо погрешностями изготовления держателя, либо неточностью наклейки кристаллов.

Нами были проанализированы возможные причины и источники погрешности. С использованием профилометра Rank Taylor Hobson получены профили поверхностей ступенек дифрактора. В результате обнаружено, что изогнутый кристалл слюды остается достаточно гладким со стороны его отражающей поверхности. Размеры шероховатостей не превышают нескольких микрон. Вместе с тем наблюдаются уступы порядка 20–30 μm , которые свидетельствуют о частичном скалывании, отщеплении наружных слоев кристалла. Однако наиболее существенной причиной, ухудшающей разрешающую способность многоступенчатого дифрактора, оказалась несоосность цилиндрически изогнутых кристаллов слюды. Ниже приведены соотношения, связывающие допустимую погрешность относительного смещения Δx (Δy) осей цилиндров с величиной спектрального разрешения:

$$\Delta x = \frac{R}{\lambda/\Delta\lambda} \operatorname{tg} \theta; \quad \Delta y = \frac{R}{\lambda/\Delta\lambda} \operatorname{tg}^2 \theta,$$

где R — радиус изгиба кристалла.

В нашем случае значения относительного смещения осей Δx и Δy составили величину порядка 0.2 mm для разрешения $0.7 \cdot 10^3$. Установлено, что источником погрешности является технологическая неточность изготовления держателя кристаллов и наклейки на его поверхность изогнутых кристаллов слюды.

Список литературы

- [1] *Johann H.H.* // *Z. Phys.* 1931. V. 69. P. 185.
- [2] *Johansson T.* // *Z. Phys.* 1933. V. 82. P. 507.
- [3] *Cauchois Y.* // *J. De Phys. Et Le Radium* 2, 320, (1932).
- [4] *Bonnelle C., Mande C.* *Advances in X-Ray Spectroscopy.* Oxford and New York: Pergamon Press, 1982. 423.

- [5] *Baronova E.O., Stepanenko M.M., Lider V.V., Pereira N.R.* Second Workshop. Weimar, Germany, 1999. P. 213–217.
- [6] *Мазурицкий М.И., Солдатов А.В., Латуш Е.М.* и др. // Письма в ЖТФ. 1999. Т. 25. В. 19. С. 11–16.
- [7] *Marcelli A., Soldatov A.V., Mazuritsky M.I.* European Patent Nr. 97830282. 6-2208 deposited by INFN on 06/11/97 published on 12/16/98.
- [8] *Mazuritsky M.I., Soldatov A.V., Marcelli A.* // SPIE Proceedings. 1998. V. 3449. P. 75–79.
- [9] *Мазурицкий М.И., Солдатов А.В., Латуш Е.М.* и др. // Письма в ЖТФ. 2000. Т. 26. В. 12. С. 15–22.
- [10] *Reed S.J.B.* Microanalysis. Cambridge: University Press, 1997.