

УДК 548.732

ДИФРАКЦИЯ ЖЕСТКОГО РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ В МОНОКРИСТАЛЛАХ КВАРЦА ПРИ НАЛИЧИИ ТЕМПЕРАТУРНОГО ГРАДИЕНТА

В.Р. КОЧАРЯН

Институт прикладных проблем физики НАН Армении, Ереван, Армения
Национальный исследовательский томский политехнический университет,
Томск, Россия

e-mail: vahan2@yandex.ru

(Поступила в редакцию 7 июня 2017 г.)

Рассмотрена дифракция жесткого рентгеновского излучения в монокристалле кварца в геометрии Лауэ при наличии температурного градиента. Экспериментально исследованы спектральные и угловые характеристики отраженного пучка в зависимости от величины температурного градиента. Показано, что с увеличением температурного градиента, приложенного перпендикулярно к отражающим атомным плоскостям (10 $\bar{1}$ 1) монокристалла кварца, фокус отраженного пучка приближается к кристаллу, угловая и спектральная ширина увеличиваются, а интенсивность возрастает на порядки.

1. Введение

Разработка новых методов получения монохроматических пучков жесткого рентгеновского излучения с управляемыми в пространстве и времени параметрами, например, угловая расходимость и монохроматичность, стимулируется требованиями создания более чувствительных и универсальных методов проведения исследований в различных областях науки и техники. Одним из таких методов является дифрактометрия рентгеновского излучения при наличии внешних воздействий. Например, наличие внешних акустических полей или температурного градиента в кристаллических монохроматорах позволяет управлять параметрами дифрагированного рентгеновского излучения в пространстве и времени [1–3]. Явление полной переброски рентгеновских лучей из направления прохождения в направлении отражения в монокристаллах кварца под воздействием температурного градиента или ультразвуковых колебаний впервые описано в работах [4, 5]. Наблюдалось резкое уменьшение коэффициента поглощения рентгеновского излучения в геометрии Лауэ под влиянием температурного градиента, перпендикулярного к отражающим атомным плоскостям [6–8]. На основе

монохроматоров с управляемыми параметрами был создан высокоразрешающий дифрактометр [9]. Экспериментально показано, что под воздействием температурного градиента угловая ширина полного перебрасываемого рентгеновского излучения прямо пропорциональна толщине монокристалла кварца [10], а также расстоянию между источником и образцом [11]. Экспериментально и теоретически показано, что с помощью акустического поля и температурного градиента можно управлять местоположением фокуса отраженного излучения в пространстве и времени, а также преобразовывать сферическую волну в плоскую [12, 13]. В этих работах экспериментально не был рассмотрен вопрос о переборке и управлении фокуса отраженного жесткого рентгеновского излучения (>30 кэВ). Хотя именно в этом диапазоне получение интенсивных монохроматоров и линзы с контролируемыми параметрами представляет интерес для применения в медицине и астрономии [14].

С целью получения базовых элементов жесткого рентгеновского излучения (>30 кэВ) с контролируемыми параметрами в настоящей работе рассмотрены принципы и закономерности отражения жесткого рентгеновского излучения от кристалла кварца в геометрии Лауэ под влиянием температурного градиента.

2. Экспериментальная часть и результаты

В эксперименте использован белый спектр рентгеновского излучения от рентгеновской трубки Мо БСВ-29 при напряжении 35 кВ и с анодным током 20 мА (энергии отражения 30 кэВ) и при напряжении 45 кВ и с анодным током 10 мА (энергии отражения 40 кэВ). Схема эксперимента приведена на рис.1.

В качестве исследуемых образцов были использованы прямоугольные

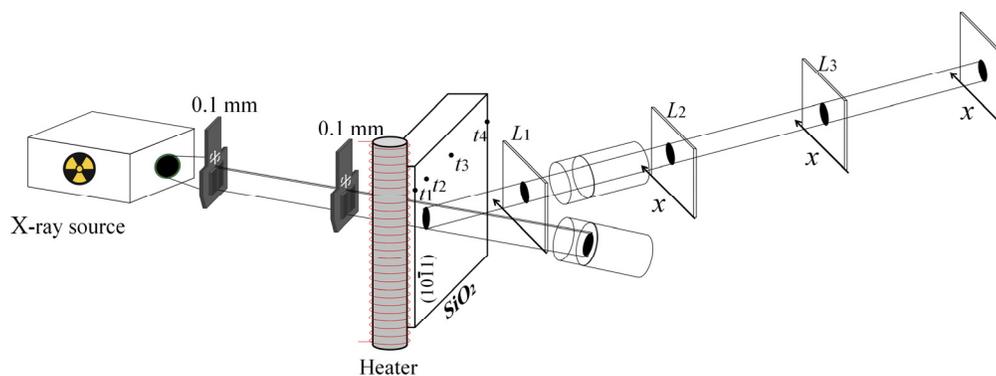


Рис.1. Экспериментальная схема: расстояние между второй щелью и кристаллом 8 см, для излучения с энергией 30 кэВ угол наблюдения $2\theta \approx 7^\circ$, а для энергии 40 кэВ $2\theta \approx 5.2^\circ$, угловая расходимость пучка ~ 2 мрад.

пластинки ($30 \times 30 \text{ мм}^2$) монокристалла кварца с толщинами 6 и 9 мм. Нагреваемая грань пластины параллельна отражающим атомным плоскостям ($10\bar{1}1$), т. е. температурный градиент был приложен перпендикулярно к отражающим атомным плоскостям. Температурный градиент в образце создавался с помощью нихромовой спирали (рис.1) с сопротивлением 0.3 Ом. Спираль установлена так, чтобы вектор температурного градиента и вектор дифракции были антипараллельны [15]. Подаваемая на спираль разность потенциалов составляла 40 В, а ток изменялся от 0 до 200 мА. Для калибровки величины температурного градиента в разных точках ($t_1 = 0$, $t_2 = 4$, $t_3 = 15$ и $t_4 = 30$ мм) измерялась температура поверхности кристалла, где t_1 соответствует нагревающей грани пластины. Температура поверхности кристалла измерялось с использованием термопары железо–константан с точностью 1°C . В область между t_1 и t_2 , где наблюдался максимальный температурный градиент, направлялся пучок рентгеновского излучения.

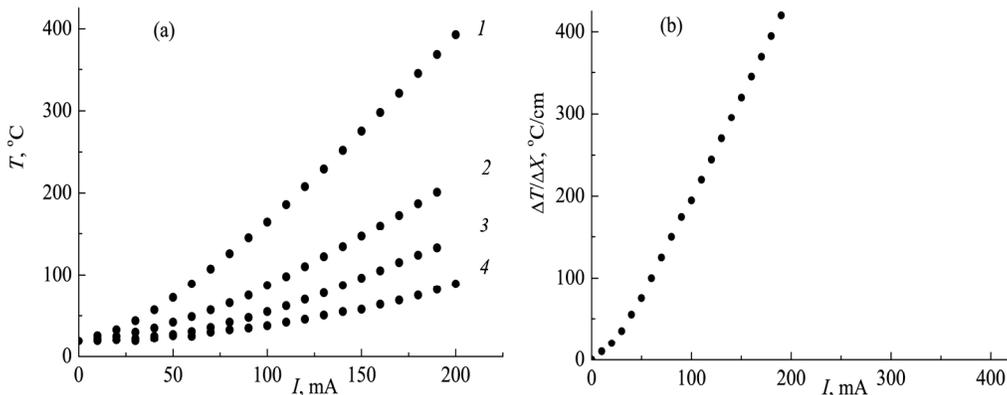


Рис.2. Зависимости (а) температуры в точках $t_1 = 0$ мм (кривая 1), $t_2 = 4$ мм (кривая 2), $t_3 = 15$ мм (кривая 3) и $t_4 = 30$ мм (кривая 4) и (б) температурного градиента в области между точками t_1 и t_2 от значения тока спирали нагревателя для кристалла кварца толщиной 6 мм.

На рис.2а приведены зависимости температуры от значения тока спирали нагревателя в разных точках поверхности кристалла кварца толщиной 6 мм, на рис.2б приведена зависимость температурного градиента от значения тока в области между t_1 и t_2 . Ток, подаваемый на спираль, изменялся от 0 до 200 мА, что соответствует температурному градиенту от 0 до $445^\circ\text{C}/\text{см}$ между точками t_1 и t_2 .

В ходе исследования рассмотрена зависимость интенсивности отраженного рентгеновского излучения от атомных плоскостей ($10\bar{1}1$) с энергией 30 кэВ (рис.3а) и 40 кэВ (рис.3б) от величины температурного градиента. При отсутствии температурного градиента в монокристалле кварца толщиной 6 мм интенсивность отраженного рентгеновского излучения с энергией 30 кэВ составила

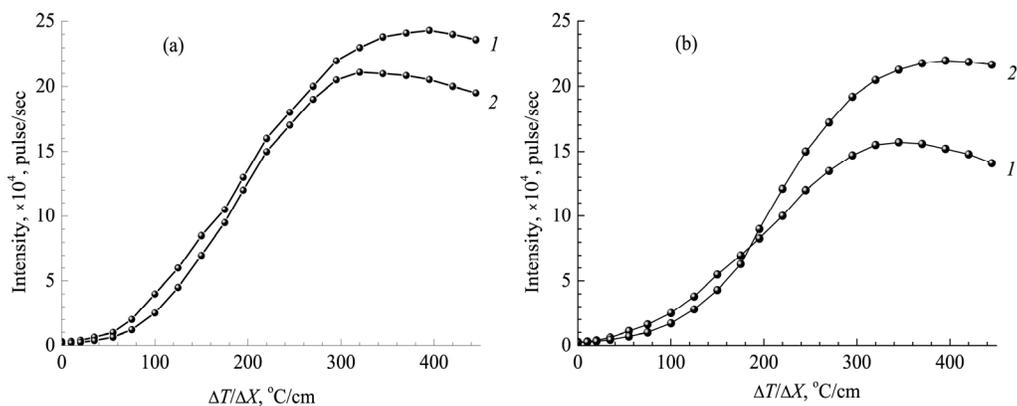


Рис.3. Зависимость интенсивности отраженного рентгеновского излучения от величины температурного градиента для энергий (а) 30 эВ и (б) 40 кэВ при толщинах монокристалла 6 мм (кривая 1) и 9 мм (кривая 2).

3000 имп/сек, а с энергией 40 кэВ составила 2700 имп/сек. В случае наличия температурного градиента максимальную интенсивность регистрировали при 395°C/см и она составила 243000 имп/сек при энергии 30 кэВ и 157000 имп/сек при энергии 40 кэВ. Максимальная отраженная интенсивность рентгеновского излучения от монокристалла кварца толщиной 9 мм при отсутствии температурного градиента составила 1800 имп/сек при энергии 30 кэВ и 2400 имп/сек при энергии 40 кэВ, а в присутствии температурного градиента максимальная интенсивность достигалась при 345°C/см и составила 211000 имп/сек при энергии 30 кэВ и 220000 имп/сек при энергии 40 кэВ.

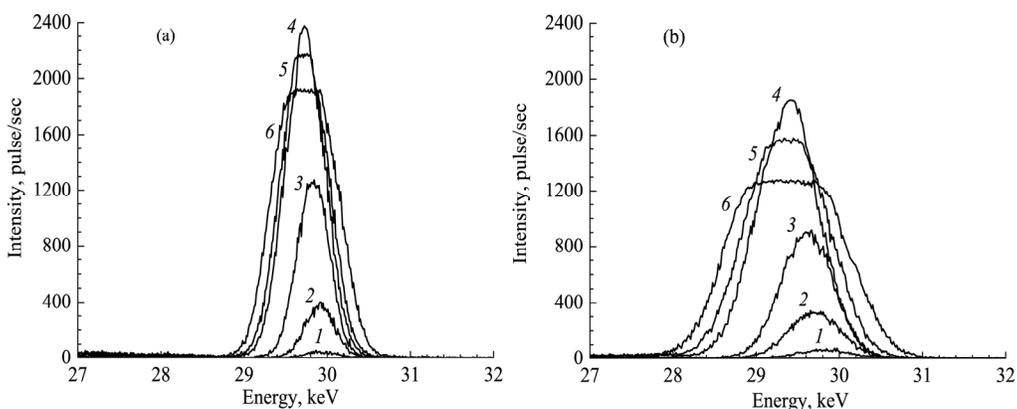


Рис.4. Спектры отраженного рентгеновского излучения при толщинах монокристалла (а) 6 мм и (б) 9 мм для разных значений температурного градиента: 1 – $\Delta T/\Delta x = 0^\circ\text{C}/\text{cm}$, 2 – $\Delta T/\Delta x = 20^\circ\text{C}/\text{cm}$, 3 – $\Delta T/\Delta x = 180^\circ\text{C}/\text{cm}$, 4 – $\Delta T/\Delta x = 270^\circ\text{C}/\text{cm}$, 5 – $\Delta T/\Delta x = 360^\circ\text{C}/\text{cm}$ и 6 – $\Delta T/\Delta x = 450^\circ\text{C}/\text{cm}$.

На рис.4 приведены спектральные распределения отраженного рентгеновского излучения от атомных плоскостей ($10\bar{1}1$) монокристалла кварца с толщинами 6 и 9 мм при энергии 30 кэВ для разных значений температурного градиента. Спектры зарегистрированы детектором XR-100CR с разрешением 270 эВ на линии Am 241 17.74 кэВ.

Явление фокусировки отраженного пучка под воздействием температурного градиента исследовано для энергии 40 кэВ. Для рассмотрения явления фокусировки на расстояниях L_1 (4 см), L_2 (20 см), L_3 (40 см), L_4 (60 см), L_5 (80 см), L_6 (100 см) и L_7 (120 см) от исследуемого образца регистрировались фронтальные сечения пучка без воздействия и под воздействием температурного градиента. Фронтальное сечение пучка регистрировалось с помощью синечувствительной медицинской рентгеновской пленки (PRIMAX RTG-B). Из этих снимков определялось фронтальное распределение интенсивности пучка на указанных расстояниях. На рис.5а приведены фронтальные распределения интенсивности

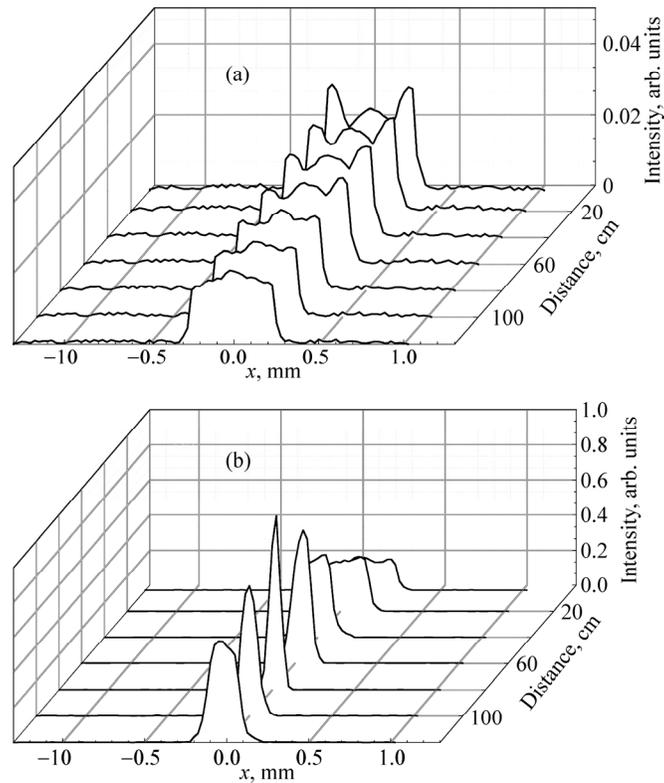


Рис.5. Фронтальное распределение интенсивности отраженного рентгеновского излучения от атомных плоскостей ($10\bar{1}1$) монокристалла кварца толщиной 6 мм на разных расстояниях (а) без воздействия температурного градиента и (б) под воздействием температурного градиента $260^{\circ}\text{C}/\text{см}$.

отраженного рентгеновского излучения от атомных плоскостей ($10\bar{1}1$) монокристалла кварца толщиной 6 мм на разных расстояниях без воздействия температурного градиента, а на рис.5b – под воздействием температурного градиента при значениях температурного градиента $260^\circ\text{C}/\text{см}$.

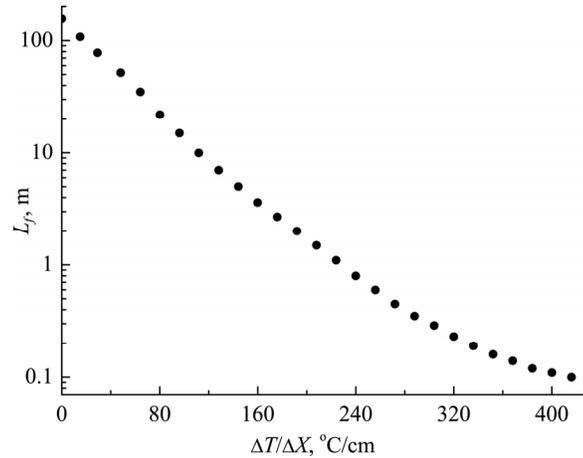


Рис.6. Зависимость фокусного расстояния отраженного пучка для семейства атомных плоскостей ($10\bar{1}1$) монокристалла кварца от величины температурного градиента.

В ходе эксперимента на расстояниях L_1 и L_7 от монокристалла измерены фронтальные сечения отраженного пучка ΔL_1 и ΔL_7 для разных величин температурного градиента. Из полученных экспериментальных результатов рассчитано местоположение фокуса L_f отраженного пучка:

$$L_f = \frac{L_7\Delta L_1 + L_1\Delta L_7}{\Delta L_7 + \Delta L_1}.$$

Зависимость фокусного расстояния отраженного пучка для семейства атомных плоскостей ($10\bar{1}1$) монокристалла кварца от величины температурного градиента приведена на рис.6.

3. Обсуждение результатов

Из рис.2а видно, что при определенном значении тока, по мере удаления от нагреваемой грани монокристалла кварца, температурный градиент уменьшается, т. е. температурный градиент в области между t_1 и t_2 намного больше, чем в области t_2 и t_3 . Как видно из рис.2b, при значении тока более 20–30 мА температурный градиент между точками t_1 и t_2 прямо пропорционален току, подаваемому на спираль.

На рис.3а наблюдается увеличение интенсивности отраженных пучков

более, чем в 80 раз при энергии 30 кэВ (кривая 1) и более, чем в 58 раз при энергии 40 кэВ (кривая 1 на рис.3б), когда толщина монокристалла составляет 6 мм. Для толщины монокристалла 9 мм интенсивность отраженных пучков достигает уровня 110–120-кратного увеличения для энергий фотонов 30 кэВ (кривая 2 на рис.3а), а для энергий фотонов 40 кэВ увеличение получается более, чем 90-кратным (кривая 2 на рис.3б). Многократное увеличение интенсивности обусловлено явлением полной переброски рентгеновского излучения от направления прохождения в направлении отражения с большой угловой шириной, которая намного больше, чем угловая ширина столика Дарвина, и зависит от толщины исследуемого монокристалла. Угловую ширину перебрасываемого рентгеновского излучения можно оценить по формуле [10, 11]

$$\Delta\theta = \frac{t}{2L_0} \sin \theta_B,$$

где L_0 – расстояние между источником рентгеновского излучения и исследуемым образцом, t – толщина кристалла и θ_B – угол Брэгга отражающих атомных плоскостей.

Поскольку L_0 и t не меняются, а угол Брэгга θ_B для энергии 30 кэВ больше, чем для энергии 40 кэВ, то при энергии 30 кэВ перебрасывается рентгеновское излучение с большей угловой шириной, вследствие чего для 30 кэВ увеличение получается больше, чем для 40 кэВ. Насыщение и уменьшение интенсивности параллельно с увеличением температурного градиента обусловлено тем, что при больших деформациях длина экстинкции становится намного больше, чем эффективная область (толщина) дифракции каждого монокристаллического луча, участвующего в дифракции.

Как видно из спектра отраженного рентгеновского излучения (рис.4), с увеличением температурного градиента происходит многократное увеличение интенсивности, расширение спектра, что обусловлено искривлением отражающих атомных плоскостей, и смещение спектра к направлению низких энергий, что обусловлено увеличением межплоскостных расстояний отражающих атомных плоскостей. Видно, что спектральная ширина перебрасываемого рентгеновского излучения для толщины монокристалла 9 мм (рис.4б) намного больше, чем для 6 мм (рис.4а).

Из фронтальных распределений интенсивности (рис.5а) следует, что без воздействия температурного градиента фронтальные сечения отраженного пучка с увеличением расстояния от исследуемого образца постепенно уменьшаются, т. е. фокусное расстояние больше, чем L_7 . В присутствии температурного градиента интегральная интенсивность отраженного пучка увеличивается, а фронтальные сечения отраженного пучка на этих расстояниях изменяются по-разному. С

увеличением значения температурного градиента на расстоянии L_1 фронтальное сечение пучка почти не меняется, но на расстояниях $L_2 - L_7$ сначала сужается до какого-то значения температурного градиента, а потом расширяется. На расстоянии L_7 фронтальное сечение пучка достигает своего минимального значения при более низком температурном градиенте, т. е. с увеличением температурного градиента фокус приближается к кристаллу.

Из рис.6 видно, что с увеличением температурного градиента фокус приближается к кристаллу, а из рис.3, 4 и 6 видно, что с увеличением температурного градиента при параллельном приближении фокуса к кристаллу увеличивается интегральная интенсивность и ширина спектра отраженного пучка.

4. Заключение

Экспериментально показано, что для определенного значения тока, при удалении от нагреваемой грани монокристалла кварца температурный градиент уменьшается, т. е. температурный градиент в области между t_1 и t_2 намного больше, чем в области t_2 и t_3 . Показано, что при энергиях рентгеновского излучения 30 и 40 кэВ для отражающих атомных плоскостей ($10\bar{1}1$) монокристалла кварца x -среза в зависимости от величины температурного градиента можно увеличить интегральную интенсивность отраженного пучка на порядки. Продемонстрировано, что с помощью температурного градиента можно из белого пучка отделять пучок с большой угловой и спектральной шириной, перебрасывать в направление отражения, фокусировать и изменять фокусное расстояние, т. е. в большом диапазоне управлять параметрами пучка.

Работа выполнена при частичной поддержке Федеральной целевой программы Российской Федерации Соглашение № 14.578.21.0198 (RFMEFI57816X0198) и Программы повышения конкурентоспособности ТПУ в части предоставления программного обеспечения для моделирования.

ЛИТЕРАТУРА

1. А.Р. Мкртчян, Р.Г. Габриелян, А.А. Асланян, А.Г. Мкртчян, Х.В. Котанджян. Известия НАН Армении, Физика, **21**, 297 (1986).
2. V. Kocharian, A. Mkrtychyan, A. Gogolev, S. Khlopuzyan, P. Grigoryan. Advanced Materials Research, **1084**, 107 (2015).
3. К.Т. Айрапетян, С.Н. Норейян, В.В. Маргарян. Известия НАН Армении, Физика, **52**, 53 (2017).
4. А.Р. Мкртчян, М.А. Навасардян, В.К. Мирзоян. Письма в ЖТФ, **8**, 677 (1982).
5. А.Р. Мкртчян, М.А. Навасардян, Р.Г. Габриелян, Л.А. Кочарян, К.Г. Галоян, А.А. Асланян. Письма в ЖТФ, **9**, 1181 (1983).
6. V.R. Mirzoyan, S.N. Noreyan. Abstracts of V USSR Conference on Coherent Interactions of Radiation with Matter, Simferopol', October 2-8, 142 (1990).

7. **В.Р. Кочарян, Р.Ш. Алексанян, К.Г. Труни.** Известия НАН Армении, Физика, **45**, 290 (2010).
8. **К.Т. Наугаретян, S.N. Noreyan, V.V. Margaryan, V.R. Kocharyan.** Advanced Materials Research, **1084**, 342 (2015).
9. **А.Р. Мкртчян, А.Г. Мкртчян, В.Р. Кочарян, А.Е. Мовсисян, С.Б. Дабагов, А.П. Потылицын.** Известия НАН Армении, Физика, **48**, 212 (2013).
10. **С.Н. Нореян, В.К. Мирзоян, В.Р. Кочарян.** Известия НАН Армении, Физика, **39**, 124 (2004).
11. **В.В. Маргарян, С.Н. Нореян, К.Т. Айрапетян.** Известия НАН Армении, Физика, **45**, 215 (2010).
12. **R.G. Gabrielyan, H.A. Aslanyan.** Phys. Stat. Sol. (b), **123**, K97 (1984).
13. **A.R. Mkrтчyan, M.A. Navasardian, R.G. Gabrielyan, L.A. Kocharian, R.N. Kuzmin.** Solid State Communications, **59**, 147 (1986).
14. **Y. Liu, J. Nelson, C. Holzner, J.C. Andrews, P. Pianetta.** J. Phys. D: Appl. Phys., **46**, 494001 (2013).
15. **V.R. Kocharyan, A.S. Gogolev, A.E. Movsisyan, A.H. Beybutyan, S.G. Khlopuzyan, L.R. Aloyan.** J. Appl. Crystallography, **48**, 853 (2015).

ԿՈՇՏ ՌԵՆՏԳԵՆՅԱՆ ՃԱՌԱԳԱՅԹՄԱՆ ԴԻՖՐԱԿՑԻԱՆ ԿՎԱՐՑԻ
ՄԻԱՔՅՈՒՐԵՂՆԵՐՈՒՄ ՁԵՐՄԱՅԻՆ ԳՐԱԴԻԵՆՏԻ ԱՌԿԱՅՈՒԹՅԱՄԲ
Վ.Ռ. ԲՈՉԱՐՅԱՆ

Դիտարկվել է Լաուե երկրաչափությամբ կոշտ ռենտգենյան ճառագայթման դիֆրակցիան կվարցի միաբյուրեղում ջերմային գրադիենտի առկայության պայմաններում: Փորձնականորեն ուսումնասիրվել են անդրադարձած փնջի անկյունային և սպեկտրալ բնութագրիչները՝ կախված ջերմային գրադիենտի մեծությունից: Ցույց է տրված, որ կվարցի միաբյուրեղի (10 $\bar{1}$ 1) անդրադարձնող ատոմական հարթություններին ուղղահայաց կիրառված ջերմային գրադիենտի արժեքի մեծացմանը զուգընթաց անդրադարձած փնջի ֆոկուսը մոտենում է բյուրեղին, անկյունային և սպեկտրալ լայնությունները մեծանում են, իսկ ինտենսիվությունը աճում է կարգերով:

HARD X-RAY DIFFRACTION IN QUARTZ SINGLE CRYSTALS IN THE PRESENCE OF TEMPERATURE GRADIENT

V.R. KOCHARYAN

The hard X-ray diffraction in the Laue geometry in the quartz single crystal in the presence of temperature gradient is considered. The spectral and angular characteristics of the reflected beam are experimentally studied as a function of the magnitude of the temperature gradient. It has been shown that, when the temperature gradient is applied perpendicularly to the (10 $\bar{1}$ 1) reflecting atomic planes of quartz, the focus of the reflected beam approaches the crystal, the angular and spectral width increase, and the intensity increases by orders.