

СИБИРСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ АН СССР

87

ИНСТИТУТ ЯДЕРНОЙ ФИЗИКИ

М. И. Гинзбург, В. А. Кабаник,

В. И. Кузнецов, С. В. Кротов

**ЧЕТЫРЕХКРИСТАЛЬНЫЙ
РЕНТГЕНОВСКИЙ СПЕКТРОМЕТР,
УПРАВЛЯЕМЫЙ ОТ ЭВМ**

ПРЕПРИНТ 79 - 160



Новосибирск

ЧЕТЫРЕХКРИСТАЛЬНЫЙ РЕНТГЕНОВСКИЙ СПЕКТРОМЕТР,

УПРАВЛЯЕМЫЙ ОТ ЭВМ

М.И. Гинзбург, В.А. Кабанник, В.И. Кузнецов, С.В. Кротов

А Н Н О Т А Ц И Я

Разработан и изготовлен двухосный четырехкристальный рентгеновский спектрометр, управляемый от ЭВМ на основе использования двойных монокристаллических Si и Ge кристаллов-монокроматоров.

Спектрометр обеспечивает фиксирование положения дифрагированного пучка в диапазоне энергий от 6 до 60 кэВ.

Спектрометр предназначен для работы на синхротронном излучении при проведении предварительной монохроматизации в экспериментах по Мерсбауэровской дифракции.

В В Е Д Е Н И Е

В настоящей статье описывается двухосный четырехкристальный рентгеновский спектрометр, использующий для монохроматизации рентгеновского пучка двойные монокристаллы Si и Ge кристаллы-монокроматоры ("бабочки").

Спектрометр предназначен для предварительной монохроматизации в экспериментах по Мессбауэровской дифракции, в которых в качестве источника излучения используется синхротронное излучение (СИ) накопителей [1]. Большой энергетический диапазон СИ допускает широкий выбор Мессбауэровских ядер для возбуждения их пучком синхротронного излучения.

Для работы по возбуждению ядер различных изотопов предполагается использовать четырехкристальный спектрометр, в котором плавная перестройка с одной энергии на другую осуществляется с помощью шаговых двигателей (ШД) управляемых от ЭВМ. При этом выбор определенной геометрии кристаллов - геометрии с максимальной дисперсией (симметричное сражение по Брэггу) (см. рис. 1а) обеспечивает фиксирование положения дифрагированного пучка в диапазоне энергий от 6 до 60 КэВ. Такое решение сильно упрощает задачу юстировки и настройки аппаратуры при переходе от одного ядра к другому.

При выделении узкой Мессбауэровской линии ($\delta E/E = 10^{-12} + 10^{-10}$) из сплошного спектра СИ возникает необходимость уменьшить пьедестал, связанный с диффузным рассеянием от кристаллов. Одно из возможных решений уменьшения фонового сигнала и достижение хорошего разрешения заключается в использовании совершенных кристаллов-монокроматоров для которых выполняется условие многократного Брэгговского отражения [2]. В данном спектрометре при использовании монокристаллов Si и Ge кристаллов осуществляется четырехкратное Брэгговское отражение.

Измерения основных характеристик спектрометра проводились на молибденовой трубке БСВ-8.

КОНСТРУКЦИЯ СПЕКТРОМЕТРА

Схема четырехкристального спектрометра показана на рис.2, а его общий вид на рис.3.

Спектрометр имеет две независимые оси вращения (2), которые расположены на базовой плите (1) прибора. На вертикальных осях устанавливаются гониометрические головки, которые состоят из латунной втулки (3), закрепленной на вертикальной оси (2), внутреннего радиационного круга (4), диаметром 86 мм и нанесенными на нем угловыми делениями с шагом равным 1° , внешней платформы (5) диаметром 88 мм, на которой размещен подвижной столик кристаллодержателя (6).

Крепление втулки к вертикальной оси гониометрической головки осуществляется подпружиненным винтом (7).

Внешняя платформа обеспечивает установленному на ней подвижному столику кристаллодержателя поворот в азимутальном направлении в пределах 360° .

Подвижной столик при необходимости позволяет юстировать кристалл в горизонтальной плоскости, обеспечивая линейное перемещение в пределах ± 5 мм и поворот вокруг вертикальной оси в пределах 360° и вертикальной оси в пределах $\pm 5^\circ$.

Осевой привод гониометрической головки состоит из внешней круглой платформы вращающейся вокруг проградуированной шкалы внутреннего круга (4) и поворотного тангенциального плеча (8) длиной 300 мм, закрепленного на втулке (3) разрезной муфтой (9).

Угловой диапазон вращения поворотного плеча 7° . На конце плеча закреплена закаленная полированная стальная пластина (10), служащая опорой для конусообразного острия микрометрического винта (11). Полный линейный ход винта 50 мм. Шаг винта 250 мк. Вращение винта производится шаговыми двигателями РИД-28 (12). Шаг двигателя в угловых единицах 1° и неточность положения вала двигателя $\pm 20'$. Вращение ШД передается микрометрическому винту при помощи безшкотовой системы имеющей два кардана (13) и подвижную муфту (14).

Микрометрический винт (11) крепится на вертикальной стойке (15) гайкой (16) с угловым зажимом. Стойка расположена на горизонтальной платформе (17), на которой устанавливается растяжка (18), подпружинивающая поворотное плечо (8), стойка микровыключателей (19), блокирующий работу ШД, крепление разъемов (20), шаговые двигатели (12).

Конструктивное размещение и исполнение всех узлов поворотного механизма независимых гониометрических головок выполнено идентично.

Для устранения фона, связанного с диффузным рассеянием рентгеновского пучка от первого кристалла и защитой детектора от прямого прошедшего пучка через кристалл между двумя гониометрическими головками устанавливается горизонтально танталовая щель (21) толщиной ~ 3 мм, имеющая плавный ход по одной из координат ~ 10 мм.

ОПИСАНИЕ РАБОТЫ СПЕКТРОМЕТРА

В зависимости от условий эксперимента спектрометр может устанавливаться как в вертикальной, так и в горизонтальной геометрии с симметричным или асимметричным отражением кристаллов по Брэггу.

В данных измерениях для установки спектрометра в рабочее положение базовую плиту прибора располагали горизонтально на верхней плите источника питания ВИП2-50-60 рентгеновской трубки БСВ-8.

Трубка при юстировке перемещается вдоль продольной оси и вращается вокруг вертикальной и собственной оси.

К защитному кожуху рентгеновской трубки крепится коллиматор, состоящий из двух вертикальных и одной горизонтальной щелей. Вторая горизонтальная щель располагается между кристаллами и может плавно перемещаться в пределах ± 5 мм с точностью $\sim 0,05$ мм.

Рентгеновский пучок от Mo трубки проводится по вертикальным осям спектрометра при помощи вертикальных щелей,

установленных на защитном кожухе трубки и перед детектором. Для регистрации излучения использовался сцинтилляционный детектор ФЭУ-85 со сцинтиллятором $NaI(Tl)$ размером $\phi 20 \times 1$ мм. Сигнал с детектора усиливался (У), затем через дискриминатор (Д) подавался на вход пересчетки (П), которая открывалась на заданное время сигналом со счетчика-таймера (Т). Блок-схема шагового привода и внешних устройств управляемых с помощью ЭВМ (ОДРА-1325), показана на рис.4.

Система шагового привода содержит стыкующий узел (СУ), разработанный в ИЯФ СО АН СССР [3]. СУ необходим для подсоединения к сети последовательной связи с ЭВМ. СУ преобразует сигнал от ЭВМ в последовательном виде в параллельный код. Параллельный битовый код из СУ подается в блок управления шаговыми двигателями (БУШД). Этот код несет информацию о направлении движения ШД и количестве шагов. Код, поступающий в БУШД с помощью последовательного перераспределения тока в обмотках ШД, преобразуется в последовательность угловых шагов вала ШД.

БУШД имеет автомат, включающий токи в обмотках ШД в момент начала исполнения команды и выключающий его после выполнения команды через время достаточное для полного успокоения механизма. Такой автомат позволяет уменьшить воздействие тепла возникающего в обмотках ШД на кристаллы-монокроматоры.

Частота шагов задается внутренним генератором. Количество шагов ШД равно коду двоичного числа на входе БУШД, а направление определяется старшим битом кода. Соответствующая директива, управляющей программы заносит число в БУШД, которое определяет направление и количество шагов ШД. Об исполнении команд устройство сообщает в ЭВМ импульсом в сигнальном кабеле "пинт". Информация с пересчетки и таймера, связанная с каждым перемещением ШД по системе связи записывается в ЭВМ. Таким образом, количество перемещений, задаваемых в БУШД хранится в массиве, находящимся в оперативной памяти ЭВМ.

Директивами управляющей программы задается направление вращения ШД, работа одного или двух ШД, выбор лифтов, нахождение максимума в спектре эмиссионных линий.

Управление работой спектрометра осуществляется с видеотона (ВД) в режиме диалога с ЭВМ.

Первичная информация, полученная в результате сканирования по спектру выводится из памяти с помощью внешних устройств вывода: знакопечатающего устройства (DZM), графического цветного дисплея (ГД), цифроаналогового преобразователя (ЦАПО).

Помимо усовершенствований, связанных с автоматикой управления спектрометром в конструкции спектрометра были использованы монокристаллы двойные Si и Ge кристаллы-монокроматоры, вырезанные в плоскости (220) и (111). Пара двойных монокристаллов позволяет четырехкратно по Брэггу отразить рентгеновский пучок и, тем самым, уменьшить фоновый сигнал и достичь хорошего разрешения системы.

При одинаковых углах вращения из условия Брэгга: $n\lambda = 2d_{hke} \sin \vartheta$ следует, что энергетический диапазон перекрываемый кристаллами, вырезанными вдоль плоскости (220) ($d_{Si(220)} = 1.92 \text{ \AA}$, $d_{Ge(220)} = 1.99 \text{ \AA}$) значительно больше, чем для аналогичной конструкции монокроматора, вырезанного вдоль плоскости (111) ($d_{Si(111)} = 3.14 \text{ \AA}$, $d_{Ge(111)} = 3.25 \text{ \AA}$). Это условие значительно сокращает число шагов ШД при плавной перестройке с одной длины волны на другую. Однако при работе на синхротронном излучении в спектре отражения от плоскости (111) отсутствует вторая гармоника по λ .

Условие многократного Брэгговского отражения накладывает определенные требования на совершенство кристаллов [4, 5, 6].

При выборе материала для изготовления монокроматоров изучалась зависимость влияния величины плотности дислокаций на отражающие свойства Ge кристаллов.

Исследуемые кристаллы ориентировали и вырезали вдоль плоскости (400) с точностью не хуже $5'$. Была проведена серия изменений образцов вырезанных приблизительно с одинаковой концентрацией примесей ($\sim 10^{12} \text{ см}^{-3}$) и плотностью дислокаций меняющейся от 10^2 до 10^5 см^{-2} . Измерения проводились в схеме (+1, -1) с $D=0$.

В качестве исходно Γ_0 германия были использованы монокристаллы высокочистого германия, выращенные по методу Чохральского в кристаллографическом направлении (100), диаметром 30 + 35 мм., с концентрацией нескомпенсированных примесей ($N_a - N_y$) $- 4 \cdot 10^{11} + 8 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-3}$ и имеющих суммарную концентрацию ($N_a + N_y$) $\sim 10^{12} \text{ см}^{-3}$, но различающихся по величине плотности дислокаций от 10^2 до 10^5 см^{-2} .

Измерения зависимости отражающих свойств германиевых кристаллов от изменения величины плотности дислокаций проводились на линии $K_{\alpha_1} Mo$ в схеме (+1, -1) с $D=0$.

В качестве первого кристалла-монокроматора был выбран кристалл из исследуемой серии с минимальной плотностью дислокаций, что позволяло проводить измерения в приближении "плоской волны" ($\Delta\vartheta_1 < \Delta\vartheta_2$).

На рис.5 показаны характерные зависимости величины абсолютного коэффициента отражения и ширины на ПВ (полувисоте) "кривой качания" изучаемых Ge кристаллов от изменения величины плотности дислокаций.

На рис.5 и таблицы I видно, что кристаллы используемые для многократного Брэгговского отражения, разумно выбирать достаточно высокой степени чистоты с $N_a - N_y = n \cdot 10^{11} \text{ см}^{-3}$ и плотностью дислокаций не хуже чем 10^3 см^{-2} .

Для измерения характеристик четырехкристалльного спектрометра использовались Si кристаллы с плотностью дислокаций $\rho_g = 5 \cdot 10^2 \text{ см}^{-2}$ и проводимостью $\rho = 1000 \text{ ом} \cdot \text{см}$ и Ge кристаллы с плотностью дислокаций $\rho_g = 10^3 \text{ см}^{-2}$ и проводимостью $\rho = 300 \text{ ом} \cdot \text{см}$.

Кристаллы были вырезаны так, что факторы асимметрии $\beta = \sin(\vartheta - \alpha) / \sin(\vartheta + \alpha)$ были равны $\beta_{Si(420)} = 0.945$ и $\beta_{Ge(111)} = 0.965$, где ϑ - угол Брэгга на длине волны $\lambda_{K_{\alpha_1} Mo} = 0,71 \text{ \AA}$ α - угол между плоскостью дифракции и

внешней плоскостью кристалла.

В рабочем положении юстировка двойных кристаллов-монокроматоров осуществляется выведением одной из отражающих плоскостей кристаллов на вертикальные оси гониометрических головок (метод располвинивания пучка). Точная юстировка производится покачиванием кристаллов в вертикальной плоскости и перемещением в плоскости перпендикулярной плоскости рентгеновского пучка.

Изменение угла при повороте кристалла вокруг вертикальной оси приводит к параллельному перемещению пучка дважды отраженному по Брэггу относительно первоначального направления падающего рентгеновского пучка. Величина смещения определяется выражением вида:

$$\delta H = 2h \cdot [\cos \vartheta_{00} (1 - \cos \delta \vartheta) + \sin \vartheta_{00} \sin \delta \vartheta]$$

где ϑ_{00} - начальный угол Брэгга, $\delta \vartheta$ - угол поворота кристалла, h - ширина канавки в моноблочном кристалле. Эта формула определяет смещение дифрагированного пучка для одного моноблочного кристалла-монокроматора. Для четырехкристалльного спектрометра с симметричным отражением кристаллов по Брэггу в схеме (+1, +1) с D_{max} эта формула остается применимой, однако, h - ширину канавки одного кристалла следует заменить δh - разностью ширины канавок одного и другого кристаллов.

Для определения воспроизводимости и абсолютной калибровки спектрометра по энергии была выбрана схема (+1, +1) с максимальной дисперсией (см.рис.3а). Достоинством схемы с D_{max} является то, что при синхронном вращении кристаллов положение выходящего пучка из системы подобных двойных моноблочных кристаллов остается неподвижным.

Абсолютная калибровка по энергии проводится на характеристических линиях Mo трубки ($K_{\alpha_1}, K_{\alpha_2}, K_{\beta_1}, K_{\beta_2}$), каждая линия которой, служит в данных измерениях репером.

Грубая настройка кристаллов на одну из эмиссионных линий (например, K_{α_2}) производится вращением барабана гониометрической головки. При этом жестко не связанные с барабанами плечи тангенциального углового механизма поворота отводятся

в крайнее положение до срабатывания концевиков, блокирующих работу ШД. Это положение считается за начало отсчета на угловой шкале и запоминается в виде числа в памяти ЭЭМ. В данном случае, кодировка длины микрометрического винта производится в числе, задающим величину поворота и диапазон сканирования ШД. Оперирование числом, как заданным угловым поворотом микрометрического винта, приводит ко взаимоднозначному соответствию между величиной шага ШД и значением определенной длины волны (энергии).

Выбор направления вращения кристаллов связан с необходимостью измерения люфтов ШД и механизмов углового поворота. Величина люфтов определялась по наклону "кривой качания" Si кристалла (220) на линии K_{α_1} . Для выбора люфтов все измерения по спектру проводились в одну сторону.

В положении $(+1, +1)$ по Бреггу (D_{max}) для пары двойных Si монокристаллов (220) в режиме автоматического синхронного шагового сканирования измерялись спектральные интенсивности эмиссионных линий Mo трубки. Как указывалось выше, по положению эмиссионных линий можно было провести калибровку спектрометра по энергии, учитывая изменение шага, связанные с характером тангенциальной угловой передачи.

Сравнение измеренных спектральных интенсивностей эмиссионных линий трубки с результатами работ [7а, 7б] приведено в таблице 2. На рис.6 показан измеренный эмиссионный спектр трубки. Напряжение на трубке было равно $U = 40$ кВ и ток $I = 20$ мА.

Воспроизводимость определялась путем многократного повторения "кривых качания" в широком интервале ($K_{\alpha_1} - K_{\alpha_2}$) в схеме с D_{max} . Положение дифракционного пика $K_{\alpha_1} Mo$ при отклонении от начального углового значения на 5° воспроизводилось с точностью не хуже $5''$ (10 шагов ШД).

Для измерения разрешающей способности прибора была выбрана схема $(+1, -1)$ с $D = 0$ (см. рис.1б). При неподвижном первом кристалле (Si (220)) настроенном на максимум отраже-

ния K_{α_1} линии, вращении второго кристалла (Si (220)) в режиме автоматического шагового сканирования с шагом $\sim 0,5$ снимался профиль "кривой качания" на линии $K_{\alpha_1} Mo$. В этом случае ШД "кривой качания" характеризует качество обработки поверхностей и совершенство исследуемых кристаллов. На рис.7 показана "кривая качания" Si (220) кристалла, измеренная в схеме с $D = 0$.

Разрешающая способность прибора работающего как четырехкристальный спектрометр определялась в схеме $(+1, -1)$ с $D = 0$ на K_{α_1} линии излучения Mo и была не хуже $0,14 \cdot 10^5$.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Измерение основных характеристик спектрометра показало, что в целом прибор удовлетворяет требованиям сформулированным к нему во введении.

На примере измерения эмиссионных линий Mo трубки в схеме с D_{max} продемонстрирована плавная перестройка длины волны и показана хорошая точность в фиксировании координаты дифрагированного пучка.

Полученные характеристики могут быть улучшены путем увеличения точности и уменьшения шага углового механизма поворота. Для этого необходимо увеличить жесткость и длину плеча углового механизма, уменьшить шаг ШД, используя редукционную передачу, уменьшить шаг микрометрического винта.

Для уменьшения ухода в величине шага, связанного с изменением температуры предлагается изготовить детали углового механизма из одного материала и термостатировать его, погружая в герметичную клетку с термостабилизирующей жидкостью.

Для увеличения разрешения спектрометра необходимо применять совершенные кристаллы, вырезанные и обработанные с высокой точностью. Возможность использования кристаллов с косыми срезами поможет, с одной стороны, изменить светосилу прибора (за счет приемных углов), с другой стороны, увеличить разрешение системы кристаллов с многократным Брегговским отражением,

используя высокие порядки по d_{hkl} [4].

Опыт работы со спектрометром на Mo трубке показал хорошую воспроизводимость при измерении спектров и надежность полученных результатов.

В заключении, можно сказать, что оперативность в управлении длиной волны, простота в эксплуатации спектрометра и другие достоинства делают прибор удобным в экспериментах по возбуждению Мессбауэровских ядер пучком синхротронного излучения.

Авторы выражают благодарность А.Н.Скринскому, Г.Н.Кулипанову за поддержку в работе и критические замечания, А.Н.Артемьеву за полезные обсуждения, Г.Л.Ковригину, Е.М.Труханову, А.Г.Носкову и Т.Н.Рощипкиной за помощь в изготовлении кристаллов, а Э.С.Миленину и А.В.Оводовой за выращивание высококачественных монокристаллов германия и определение плотности дислокаций на образцах.

ЛИТЕРАТУРА

1. A.N.Artemyev, V.A.Kabannik et al., Nucl. Inst. and Met. (1978), 152, 235-241.
2. U.Bonse and M.Hart. Appl. Phys. Lett. 7, 238-240 (1965).
3. В.И.Нифонтов. Диссертация. "Радиоэлектронная аппаратура для управления ускорительно-накопительными комплексами при помощи ЭВМ". Новосибирск. ИЯФ СО АН СССР. 1975.
4. S.Kikuta, K.Kohra. J. Phys.Soc.Japan, 29 (1970), 1322-1328.
5. J.H.Beamont, M.Hart. J. Phys. E7 (1974), 823-829.
6. T.Matsuzita. J. Appl. Cryst. 7 (1974), 254-259.
7. М.А.Блохин. Физика рентгеновских лучей. Изд. тех.-теор. литературы. Москва. 1957.
 - a) Н.Т.Мейер. Wissenschaftliche Veröffentlichungen aus dem Siemens-Konzern 7, 108 (1929).
 - b) J.H.Williams. Phys. Rev. 44, 146 (1933).

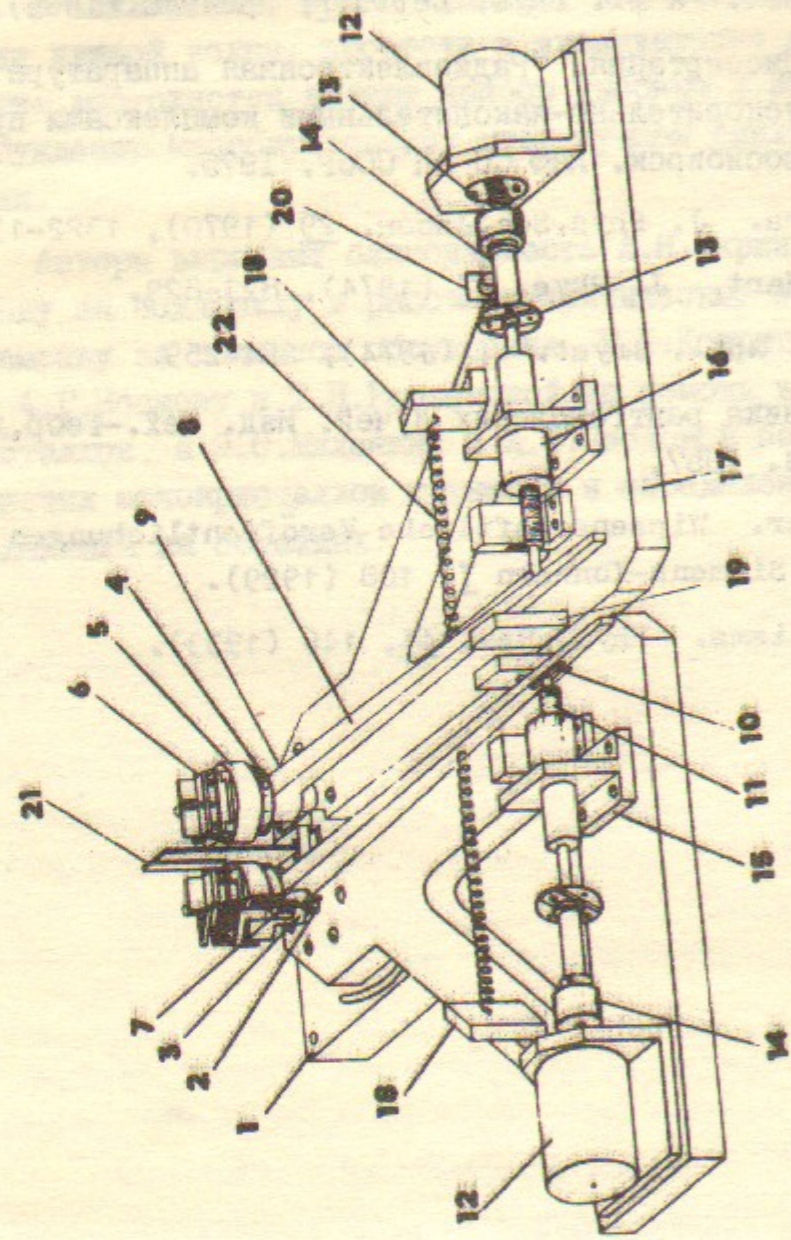


Рис. 1. Схема четырехкристального рентгеновского спектрометра.

1 - базовая плита, 2 - ось вращения, 3 - втулка, 4 - внутренний радиальный муфта, 5 - внешняя платформа, 6 - подвижный столик кристаллодержателя, 7 - подпружиненный винт, 8 - подвижное плечо, 9 - разрезная муфта, 10 - опорная пластина, 11 - микрометрический винт, 12 - кардан, 13 - разрезная муфта, 14 - подвижная муфта, 15 - вертикальная стойка микрометрического винта, 16 - гайка микрометрического винта, 17 - горизонтальная платформа, 18 - стойка растяжки, 19 - стойка микрометрических винтов, 20 - разъем штифта, 21 - горизонтальная цель, 22 - растяжка.

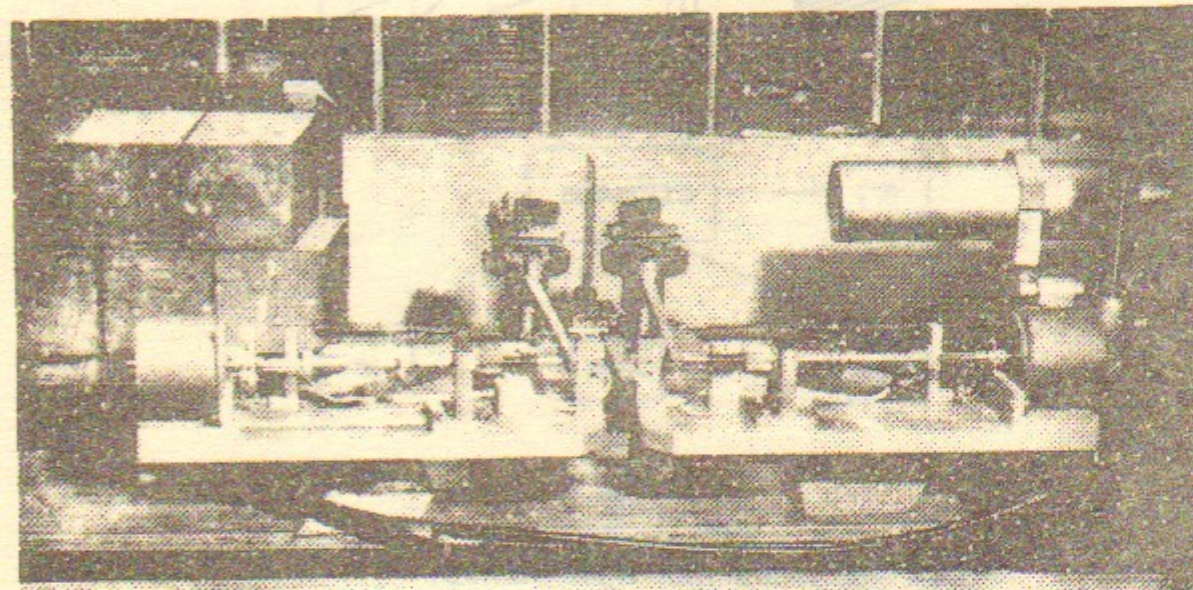


Рис. 2.

Общий вид рентгеновского четырехкристального спектрометра.

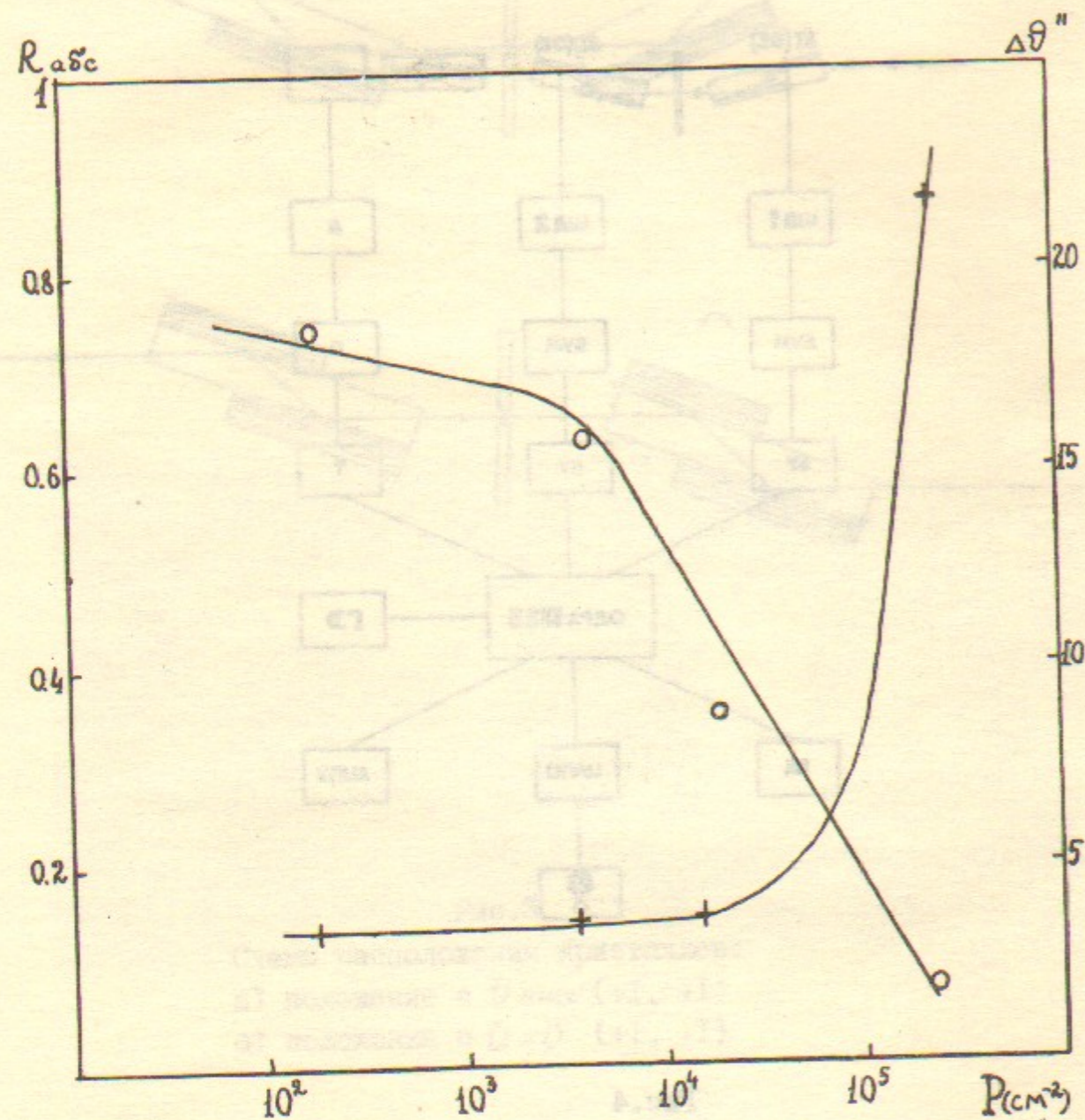


Рис. 5.

Зависимость абсолютных коэффициентов отражений и ширины на полувысоте (ШПВ) "кривых качания" Ge (400) кристаллов от изменения величины плотности дислокаций.

Номер кристалла	1	2	3	4
Рд см ⁻² плотность дислокаций	$2 \cdot 10^2$	$6,2 \cdot 10^3$	$1,8 \cdot 10^4$	$3,3 \cdot 10^5$
R_{abs} абс. коэфф. отражения	0.73	0.64	0.36	0.07
$\Delta\theta$ " ширина на полувысоте "кривой качания"	3".5	3".714	3".714	21".8

Таблица I.

Сравнение абсолютных коэффициентов отражений и ШПВ "кривых качания" исследуемых кристаллов Ge от величины изменения плотности дислокаций.

ЭМИССИОННЫЕ ЛИНИИ	K_{d_1}	K_{d_2}	K_{β_1}	K_{β_2}
E (K α B)	17474	17373	19607	19964
γ [7 a]	100	50.6	23.6	3.48
γ [7 δ]	100	49.9	27.9	5.17
γ изм.	100	50.1	20.4	3.12

Таблица 2.

Сравнение измеренных спектральных интенсивностей
эмиссионных линий Mo трубки с результатами работ [7 а, б].

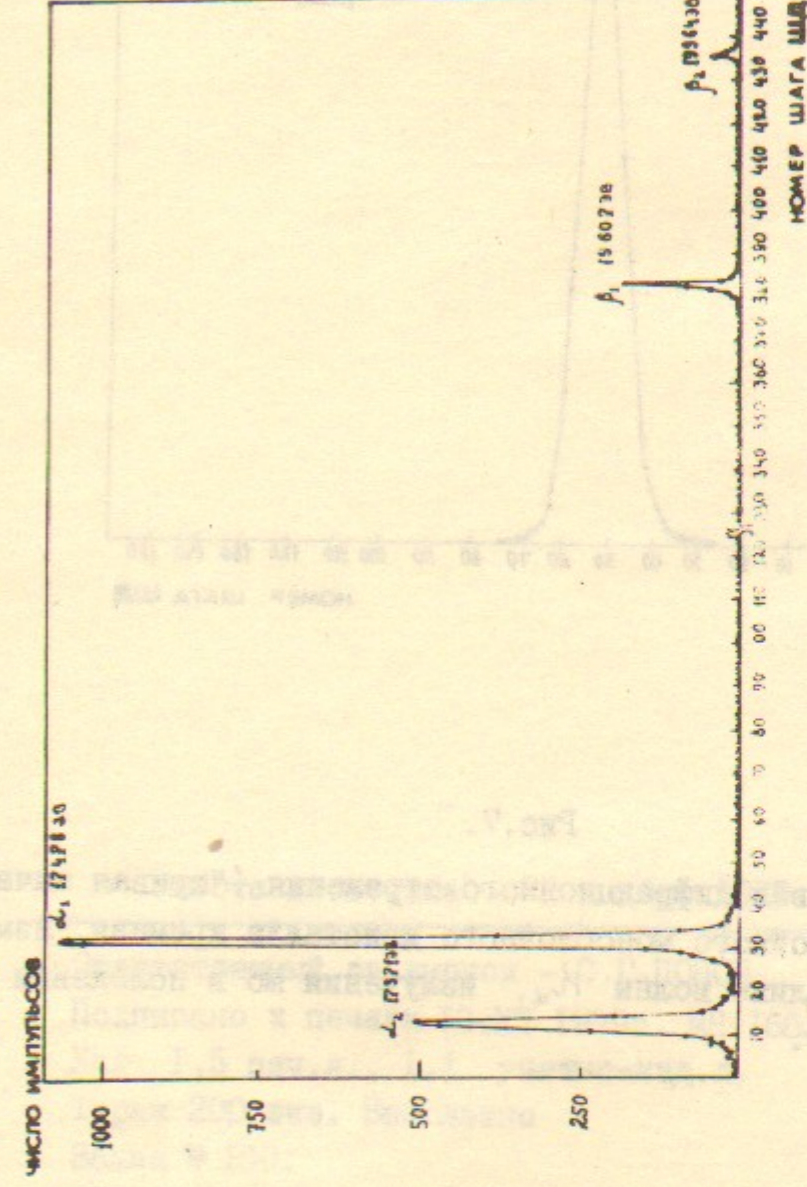


Рис. 6. Спектр эмиссионных линий Mo трубки измеренный в схеме (+1, +1) с D_{max} Si (220) кристаллов в режиме автоматического шагового сканирования

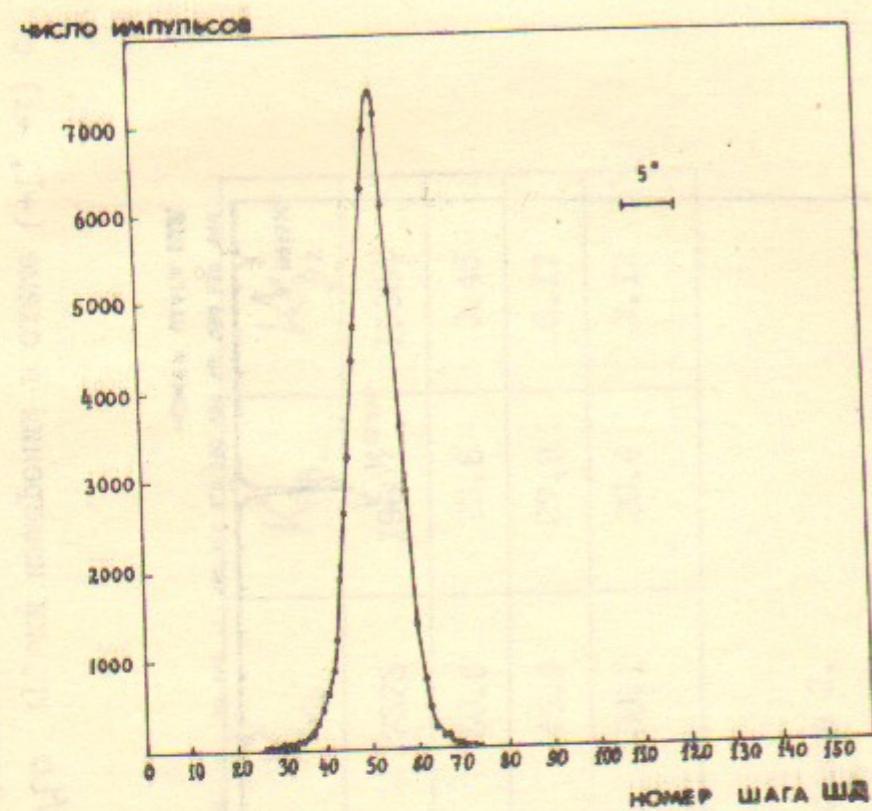


Рис.7.

Кривая дифракционного отражения ("кривая качания") (220) двойного монокристалла кремния, измеренная на длине волны $\lambda_{d,1}$ излучения Mo в положении (+I, -I) с $D = 0$.

Работа поступила - 22 ноября 1979 г.

Ответственный за выпуск - С.Г.ПОПОВ
 Подписано к печати 13.XI-1979г. МН 16638
 Усл. 1,5 печ.л., 1,1 учетно-изд.л.
 Тираж 200 экз. Бесплатно
 Заказ № 160.

Отпечатано на роталпринте ИЯФ СО АН СССР