

УДК 539.18:538.97

ОЦЕНКА СТРУКТУРЫ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ С ПОМОЩЬЮ ИЗЛУЧЕНИЯ БЫСТРЫХ ЭЛЕКТРОНОВ В ЭТИХ ОБРАЗЦАХ

© 2010 г. Д. А. Бакланов, И. Е. Внуков, Ю. В. Жандармов, Р. А. Шатохин

Белгородский государственный университет, Белгород, Россия

Поступила в редакцию 08.06. 2009 г.

Анализируется зависимость характеристик рентгеновского излучения, возникающего при прохождении через кристалл быстрых электронов, от качества внутренней структуры образца. Предложен способ оценки размеров микроблоков кристаллов по соотношению вкладов параметрического рентгеновского излучения и дифрагированного тормозного и переходного излучений для разных углов наблюдения. Обсуждается возможность оценки размеров микроблоков по соотношению интенсивностей этих механизмов излучения для одного угла наблюдения и разных порядков отражения.

ВВЕДЕНИЕ

Упорядоченность атомов среды приводит к появлению ориентационных и интерференционных эффектов в выходе вторичных процессов, возникающих при прохождении через нее быстрых заряженных частиц. К ним, в частности, относятся процессы рассеяния, выхода ядерных реакций, процессы генерации излучения и т.д. Наличие этой связи позволяет анализировать структуры мишени, используя результаты измерений. Например, по выходу обратного рассеяния каналированных ионов можно судить о расположении примесей в кристаллической решетке, а по спектрам излучения при каналировании быстрых электронов можно уточнить форму потенциала, плотность электронов [1].

В этом же ряду стоит и задача анализа качества структуры кристаллических образцов, т.е. наличие в образце блоков мозаичности, их распределение по углу разориентации относительно основного направления и размерам, по характеристикам рентгеновского излучения, генерируемого при прохождении через них быстрых электронов. К достоинствам этого подхода можно отнести высокую проникающую способность рентгеновского излучения и наглядность интерпретации. Наиболее удобным, по видимому, является регистрация и анализ характеристик излучения, испускаемого под большими углами к направлению падения частиц на образец, что существенно уменьшает вклад тормозного излучения, не чувствительного к структуре образца.

Этому требованию удовлетворяют два вида излучения: параметрическое рентгеновское излучение (ПРИ) [2, 3], которое можно рассматривать как когерентное рассеяние собственного электромагнитного поля быстрой частицы на электронных оболочках периодически расположенных атомов мишени; дифракция свободных фотонов, возникающих при

влете частицы в образец (т.е. дифрагированное переходное излучение (ДПИ)) или родившихся в нем за счет процесса тормозного излучения – дифрагированное тормозное излучение (ДТИ). Оценка характерного угла мозаичности образцов σ_m по характеристикам наблюдаемого излучения не представляет существенного интереса, поскольку та же самая информация может быть получена с помощью более простых методов рентгеноструктурного анализа. Однако для анализа микроструктуры образцов, т.е. оценки размеров микроблоков и углов относительной разориентации соседних блоков между собой, ситуация не столь очевидна. При использовании электронов, варьируя угол наблюдения и тем самым энергию фотонов, можно получить более качественную информацию, чем при использовании излучения с фиксированной длиной волны. Прямое измерение размеров микроблоков с помощью пучков рентгеновского излучения представляет собой сложную экспериментальную задачу и может быть использовано только для анализа поверхностных слоев [4]. Поэтому оценка возможности анализа микроструктуры образцов по характеристикам излучения, вызванного проходящими через них быстрыми электронами, представляется достаточно важной и актуальной.

ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ

Известно, что характерная ширина углового распределения ПРИ относительно брэгговского направления порядка $\Theta_{ph} = \sqrt{\gamma^{-2} + \omega_p^2/\omega^2}$, где γ – лоренц-фактор, а ω_p – плазменная частота среды. Как показано в [5], полная интенсивность ПРИ практически не зависит от мозаичности кристалла. Наличие мозаичности приводит к уширению ориентационной зависимости и углового распределения ПРИ,

а при сопоставимости Θ_{ph} и характерного угла мозаичности, уменьшает выход излучения за счет переотражения фотонов ПРИ [6, 7]. Поэтому чувствительность ПРИ к тонким деталям структуры кристалла незначительна. Однако, поскольку для кристаллов с совершенной структурой выход ПРИ значительно больше выхода ДТИ [8], учет вклада этого механизма в наблюдаемые характеристики излучения необходим.

Дифрагированные фотоны испускаются в брэгговском направлении, а ширина ориентационной зависимости определяется угловым распределением первичного излучения и, в основном, величиной σ_m и углом коллимации излучения ϑ_c [8]. В эксперименте эта величина редко бывает меньше нескольких миллирадиан, поэтому с помощью измерений ориентационной зависимости или углового распределения выхода дифрагированного излучения (ДТИ или ДПИ) оценка мозаичности кристалла может быть сделана только для достаточно больших значений σ_m , сопоставимых с ϑ_c . Поэтому определить наличие мозаичности и оценить величину σ_m существенно проще и дешевле с помощью обычных методов рентгеновской дифракции.

Болеe важен и интересен вопрос, можно ли с помощью измерений спектрально-угловых характеристик излучения быстрых электронов в образце (ПРИ + ДТИ + ДПИ) оценить размеры блоков мозаичности и характерные углы их взаимной разориентации. Пусть на поверхности мозаичного образца или внутри него рождается излучение со спектрально-угловым распределением $I(\omega, \mathbf{n})$ (соответственно, переходное и тормозное излучения). При выполнении условий дифракции на какой-либо из плоскостей отдельного блока мозаики для фотонов с энергией ω и единичным вектором в направлении движения фотона \mathbf{n} , удовлетворяющих условию:

$$\omega = \frac{|\mathbf{g}|^2}{2\sqrt{\epsilon_0}|\mathbf{ng}|} = \frac{g}{2\sin\Theta_B},$$

где \mathbf{g} и Θ_B – вектор обратной решетки этой плоскости и угол между ней и вектором \mathbf{n} , детектор с угловой апертурой ϑ_c , расположенный под углом $\Theta_d = 2\Theta_B$, регистрирует дифрагированное излучение. Интенсивность этого излучения будет зависеть от отражающей способности образца.

Известно [9], что несовершенные кристаллы можно классифицировать по размерам правильных блоков или участков в кристалле и степени их взаимной разориентации. В соответствии с первым фактором кристаллы можно разделить на два типа: a и b . В кристаллах типа a отдельные участки достаточно велики, чтобы проявилось заметное влияние первичной экстинкции, т.е. их линейный размер сопоставим с длиной первичной экстинкции. В кри-

сталлах типа b размер правильных блоков мал, поэтому эффект первичной экстинкции практически не наблюдается. В соответствии со вторым фактором кристаллы также можно разделить на две группы: α и β . В кристаллах группы α блоки почти параллельны друг другу, их взаимная разориентация мала, поэтому вклад вторичной экстинкции велик. В кристаллах группы β блоки распределены нерегулярно, поэтому вклад вторичной экстинкции мал.

Комбинируя эти факторы, можно условно разделить кристаллы по степени совершенства на четыре класса: от $a\alpha$ до $b\beta$. Пределом класса $a\alpha$, когда возможная разориентация микроблоков меньше области полного отражения рентгеновских лучей (“столика” Дарвина), является идеальный совершенный кристалл, а класса $b\beta$ – идеальный мозаичный кристалл. Принадлежность к этим классам не является раз и навсегда заданной, поскольку длина экстинкции, являющаяся критерием классификации, зависит от порядка отражения и энергии фотонов. То есть для разных порядков отражения или значений энергии фотонов один и тот же образец может относиться к разным классам [9].

Известно [9], что отражающая способность рентгеновского излучения кристаллами связана с совершенством их структуры. Кристаллы класса $a\alpha$ обеспечивают наименее узкую кривую качания ($\text{FWHM} \sim 20\text{--}30$ угл.с и меньше), хорошо описываемую динамической теорией дифракции рентгеновских лучей в совершенных кристаллах. Поэтому их интегральная отражающая способность невелика. Кристаллы типа b обладают значительно большей отражающей способностью. Максимальной отражающей способностью и наиболее широкой кривой качания обладают мозаичные кристаллы класса $b\beta$. Отражающая способность мозаичных кристаллов типа b хорошо описывается теорией дифракции рентгеновских лучей в мозаичных кристаллах. Для кристаллов класса $b\alpha$ необходимо дополнительно учитывать вторичную экстинкцию, уменьшающую интегральную отражающую способность.

Кристаллы класса $a\alpha$ иногда можно представить в виде набора кристаллитов, т.е. совершенных кристаллов малых размеров, каждый из которых отражает рентгеновское излучение в соответствии с динамической теорией дифракции. Отражающая способность такого кристалла как целого близка к отражающей способности совершенного кристалла с такими же размерами, если размеры кристаллита больше длины поглощения излучения. В противном случае отражающая способность такого кристалла больше, чем у совершенного, поскольку излучение может отразиться от кристаллитов, расположенных глубже по ходу пучка [9]. Необходимо подчеркнуть, что только в идеальном совершенном и идеальном мозаичном кристаллах интегральная отражающая

способность хорошо описывается соответствующими теориями для любых значений энергии фотонов и порядков отражения. В остальных случаях необходимо учитывать размеры блоков и их распределение по углам разориентации, что, как правило, неизвестно.

При использовании кристалла для генерации пучков рентгеновского излучения на него падает или в нем рождается расходящийся фотонный пучок с непрерывным спектром, часть фотонов которого затем отражается и регистрируется детектором с фиксированным угловым расположением. В такой постановке задачи несовершенство структуры приводит к уширению спектра детектируемого излучения и увеличению его интенсивности. То есть для кристалла класса $\alpha\alpha$ регистрируемое излучение наименее интенсивно, а ширина спектра и ориентационной зависимости, в основном, определяется углом коллимации излучения. Для кристалла класса $b\beta$ интенсивность излучения максимальна, так же как и ширина ориентационной зависимости и спектра излучения. Зависимость характеристик регистрируемого излучения от качества структуры кристалла позволяет, в принципе, провести оценку совершенства структуры реальных кристаллов по характеристикам наблюдаемого излучения.

Характерные параметры описанной выше классификации кристаллов – ширина “столика” Дарвина $\Delta\Theta$ и длина первичной экстинкции l_{ex} – зависят от порядка отражения и энергии фотонов [10]. Для неполяризованного излучения и отсутствия поглощения можно записать:

$$\Delta\Theta = 2\gamma\Delta\theta_0, \quad (1)$$

где $\Delta\theta_0 = 2\delta/\sin 2\Theta$ – поправка к углу Брэгга Θ из-за преломления волны в кристалле; $\delta = (\omega_p/\omega)^2/2$ – отличие показателя преломления от единицы;

$$\gamma = \frac{1}{2} \frac{f(\mathbf{g})}{f(0)} (1 + \cos(2\Theta)).$$

Здесь $f(\mathbf{g})$ – фурье-компонента пространственного распределения электронов в атоме кристалла – функция атомного рассеяния ($f(0) = z$, где z – число электронов в атоме), а \mathbf{g} – вектор обратной решетки, соответствующий плоскости, на которой происходит отражение.

В качестве оценки длины первичной экстинкции можно использовать выражение [9]:

$$l_{\text{ex}} = d/(2\bar{\xi}\sin\Theta), \quad (2)$$

где $\exp(-2\bar{\xi})$ – ослабление интенсивности волны при пролете через одну плоскость;

$$2\bar{\xi} = \frac{\pi d^2 N F e^2}{n m c^2}. \quad (3)$$

Здесь N – концентрация рассеивающих центров, d – межплоскостное расстояние, F – структурный множитель, n – порядок отражения.

Для проверки возможности определения степени несовершенства структуры кристалла по характеристикам регистрируемого излучения желательнее проанализировать результаты измерений для одного и того же несовершенного кристалла и разных энергий фотонов. Несмотря на ряд преимуществ мозаичных кристаллов перед совершенными [7, 11] в экспериментах по генерации ПРИ, как правило, использовались совершенные кристаллы. Возможное влияние несовершенства структуры, даже если оно и отмечалось, не комментировалось, а сами измерения проводились для одного угла наблюдения. Можно отметить только измерения, выполненные на Томском синхротроне для алмазных мишеней, вырезанных из одного и того же образца природного алмаза, для углов наблюдения $\Theta_{\text{д}} = 90^\circ$ [12] и $\Theta_{\text{д}} = 4^\circ$ [13]. Результаты обработки результатов измерений для каждого из углов наблюдения опубликованы в работах [6, 11, 14].

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ АППАРАТУРА И МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения выполнены на внутреннем электронном пучке Томского синхротрона. Схема эксперимента приведена на рис. 1а. Электроны, ускоренные до конечной энергии, сбрасывались на установленную в гониометре алмазную мишень (Кр), в которой генерировалось исследуемое излучение (ПРИ). Спектр и угловое распределение излучения измерялись детектором (Д), расположенным в свинцовой защите под углом $\Theta_{\text{д}}$ относительно направления электронного пучка. Полная энергия тормозного излучения из кристалла регистрировалась гаусс-квантометром (Q).

На Томском синхротроне наведение электронов на мишень происходит за счет потерь на синхротронное излучение [15]. По достижении требуемой энергии частиц рост магнитного поля прекращается, и в течение 20 мс поле поддерживается постоянным с погрешностью не хуже 0.1%. Для увеличения длительности импульса излучения, необходимой для нормальной работы спектрометрической аппаратуры, ускоряющее ВЧ-поле не выключается, а плавно снижается. Поэтому электроны выходят из синхронизма с ускоряющим полем и сбрасываются на мишень в течение 10–15 мс, в зависимости от амплитуды ВЧ-поля. Шаг спирализации примерно 0.01 мм, а максимальный размах горизонтальных колебаний 1.5–2.5 мм в зависимости от режима работы ускорителя и энергии электронов. Распределение электронов по координате попадания на мишень в горизонтальной плоскости удовлетворительно описывается рас-

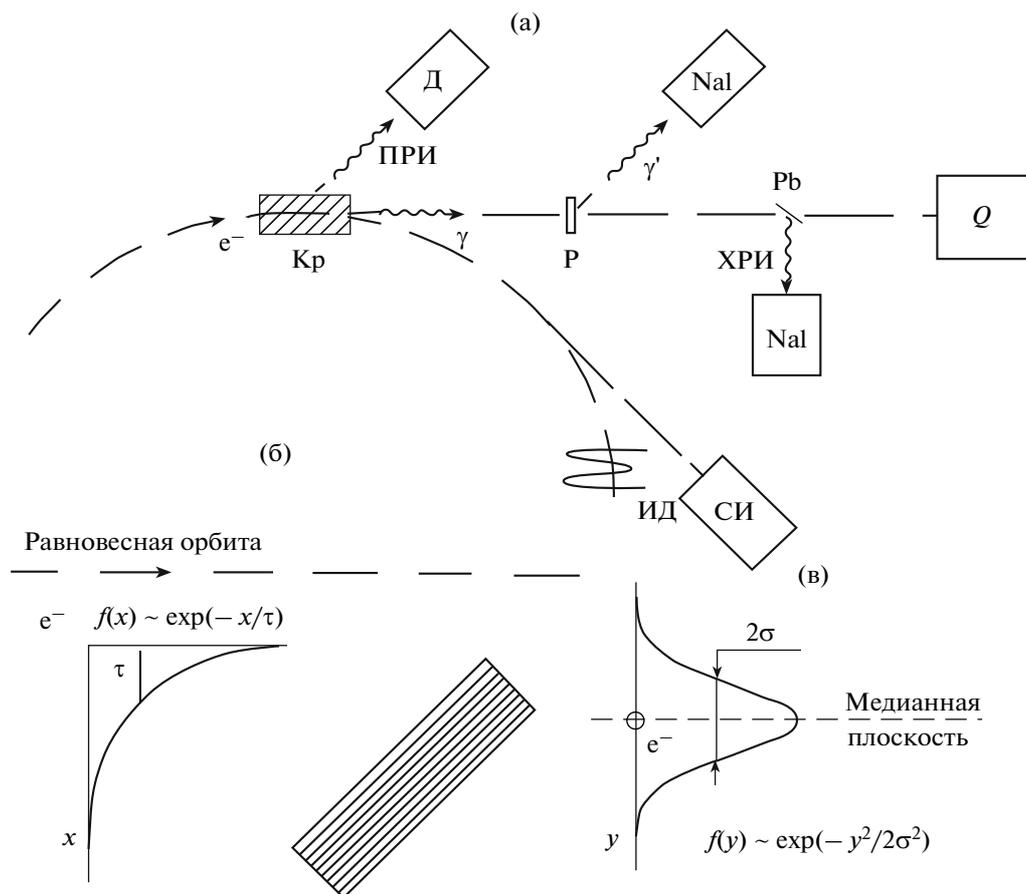


Рис. 1. Схема эксперимента: Q – квантометр; Кр – кристалл алмаза; Д – детектор излучения; ИД – индукционный датчик тока; СИ – датчик синхротронного излучения; Р – рассеиватель; Pb – свинцовый конвертор.

пределением $f(x) \sim \exp(-x/\tau)$, где x – координата, отсчитываемая от ближнего к равновесной орбите края мишени, а τ – характерный параметр [16] (рис. 1б). При изменении энергии от 900 до 500 МэВ величина τ уменьшается с 0.7–0.9 мм [16] до 0.4 ± 0.1 мм [17].

Распределение координат попадания электронов на мишень в вертикальной плоскости (рис. 1в) удовлетворительно описывается гауссовым распределением $f(y) \sim \exp(-y^2/(2\sigma^2))$ с $\sigma \sim 0.6$ –0.7 мм [16] и обусловлено вертикальными бетатронными колебаниями [18]. Измерение размеров пучка на мишени [16] и на равновесной орбите [18] дают значение расходимости электронного пучка синхротрона $\vartheta_e \sim 0.15$ –0.2 мрад.

Измерения выполнены для двух углов расположения детектора: $\Theta_D = 90^\circ$ ($\omega_1 \sim 6.95$ кэВ $\ll \gamma\omega_p$) [12] и $\Theta_D = 4^\circ$ ($\omega_1 \sim 148$ кэВ $> \gamma\omega_p$) [13], где ω_1 и ω_p – энергия фотонов для первого разрешенного порядка отражения и энергия плазмона среды. В качестве мишеней в обоих экспериментах использовались образцы, вырезанные из одного и того же кристалла, природного алмаза [19], с размерами $6 \times 10 \times 0.35$ мм [12] и $6 \times 10 \times 2$ мм [13] и поверхностной мозаич-

ностью $\sigma_m \sim 0.2$ мрад [20]. Направление $\langle 110 \rangle$ было практически перпендикулярно большой грани, а вертикальная и горизонтальная грани кристалла были параллельны плоскостям (110) и (001).

В процессе спектральных измерений ток пучка электронов снижался до $\sim 10^6$ частиц за импульс и измерялся с помощью датчика синхротронного излучения (СИ). При таком токе за время сброса электронов на мишень (~ 10 –15 мс) число срабатываний детектора не превышало 20–30, а вероятность наложения импульсов от разных фотонов не превышала 3–5%. Абсолютизация показаний датчика синхротронного излучения осуществлялась посредством измерения полной энергии тормозного излучения в режиме малого (датчик СИ) и большого (индукционный датчик (ИД)) токов для одной и той же ориентации мишени. Погрешность нормировки не превышала 10–15% для угла наблюдения 4° , кристалла толщиной 2 мм и энергии электронов $E_0 = 500$ МэВ [13]. В эксперименте [12] для угла наблюдения 90° и $E_0 = 900$ МэВ погрешность увеличилась из-за неопределенности среднего числа прохождений электронов в кольцевом ускорителе через тонкую ми-

шень и сильной зависимости этой величины от ориентации кристалла [21] и составляла $\sim 25\text{--}30\%$. Более подробно параметры ускорителя, схема эксперимента и методика проведения измерений описаны в работах [16, 17, 22].

Для угла наблюдения $\Theta_{\text{д}} = 90^\circ$ измерения были выполнены в геометрии Брэгга. Для регистрации отражения 220 кристалл толщиной 0.35 мм разворачивался на 45° вокруг вертикальной оси и ориентировался плоскостью (010) вдоль направления электронного пучка по показаниям NaI(Tl)-детектора, регистрирующего фотоны излучения при каналировании и тормозного излучения, рассеянные в конверторе (Р) [23]. При такой установке мишени электронный пучок падал на кристалл под малыми углами к направлению $\langle 100 \rangle$, а вертикальная и горизонтальная грани кристалла были параллельны плоскостям $(1\bar{1}0)$ и (001) .

Дальнейшая ориентация осуществлялась по выходу ПРИ, регистрируемого пропорциональным счетчиком с ксеноновым наполнением БДП-2 с апертурой 4×16 мм, эффективностью $f \sim 80\%$ для энергии фотонов $\omega \sim 7$ кэВ и разрешением $\Delta\omega/\omega \sim 15\%$. Для нахождения центра рефлекса ПРИ и измерения углового распределения счетчик, установленный на расстоянии 106 см от кристалла, мог перемещаться в вертикальном и горизонтальном направлениях с шагом 0.25 мм. С целью более точного измерения углового распределения ПРИ перед счетчиком был установлен свинцовый коллиматор диаметром 4 мм. Угол коллимации излучения $\vartheta_{\text{с}} = 1.88$ мрад был меньше характерного углового размера пучка фотонов ПРИ $\Theta_{\text{ph}} \sim 6$ мрад.

Измерение углового распределения ПРИ проводилось с помощью дифференциального дискриминатора, настроенного на энергию фотонов $5.0 < \omega < 10.0$ кэВ. При измерении углового распределения фона на трассе пучка излучения от мишени до детектора устанавливался тонкий поглотитель из титана толщиной 50 мкм, обеспечивший поглощение практически всех фотонов ПРИ для отражения 220 без изменения остальных условий эксперимента [14]. Угловое распределение ПРИ для первого порядка отражения было получено вычитанием угловых распределений, измеренных без поглотителя и с поглотителем.

Для угла наблюдения $\Theta_{\text{д}} = 4^\circ$ и энергии электронов 500 МэВ измерение было выполнено в геометрии Лауэ. Кристалл толщиной 2 мм был установлен в гониометре так, что плоскость (110) практически совпадала с вертикальной. Кристалл ориентировался плоскостью вдоль направления электронного пучка по выходу излучения при плоскостном каналировании с помощью тонкого NaI(Tl)-детектора, регистрирующего изменение выхода фотонов характеристического рентгеновского излучения из

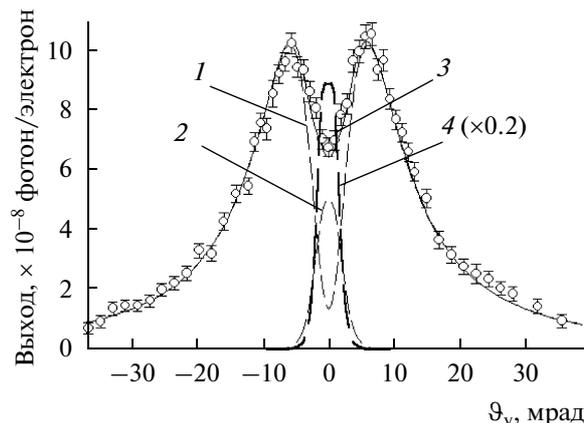


Рис. 2. Вертикальное угловое распределение фотонов первого порядка отражения для эксперимента [12]. $E_0 = 900$ МэВ; $T = 0.5$ мм; $\Theta_{\text{д}} = 90^\circ$; $\vartheta_{\text{с}} = 1.88$ мрад. Точки — эксперимент. Кривые — расчет: 1 — ПРИ в совершенном кристалле; 2 — ДПИ в совершенном кристалле; 3 — ПРИ+ДПИ в совершенном кристалле; 4 — ДПИ в мозаичном кристалле класса *ba*.

свинцового конвертора (Pb) толщиной 0.4 мм и шириной 5 мм, установленного на пути пучка γ -излучения из кристалла алмаза, от угла ориентации.

Для выхода на отражение 220 кристалл разворачивался на угол $\Theta \sim \Theta_{\text{д}}/2$. Дальнейшая ориентация осуществлялась по выходу ПРИ, регистрируемого NaI(Tl)-детектором диаметром 63 мм и толщиной 63 мм, перед которым был установлен коллиматор диаметром 14 мм. Детектор располагался на расстоянии 364 см от кристалла, что соответствовало углу коллимации излучения $\vartheta_{\text{с}} = 1.9$ мрад. В спектральном диапазоне 60–350 кэВ эффективность детектора близка к единице. Разрешение на линии 59.4 кэВ ^{241}Am составляло $\sigma = 4.8 \pm 0.1$ кэВ. Калибровка детектора и проверка линейности спектрометрического тракта осуществлялась по гамма-линиям изотопов ^{241}Am , ^{137}Cs и ^{22}Na .

АНАЛИЗ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ

Для условий эксперимента [12] энергия фотонов первого порядка отражения $\omega_1 \sim 6.95$ кэВ $\ll \gamma\omega_p \sim 67$ кэВ, поэтому основным источником излучения, которое может после процесса дифракции попасть в детектор, является переходное излучение. Характерная ширина углового распределения ПРИ $\Theta_{\text{ph}} \sim 6$ мрад значительно больше характерного угла излучения $\gamma^{-1} \sim 0.6$ мрад, поэтому измерение углового распределения результирующего излучения позволяет разделить вклады ДПИ и ПРИ.

На рис. 2 приведены результаты измерения вертикального углового распределения выхода излучения для отражения 220 в эксперименте [12]. Зависимость I — результаты расчета по кинематической

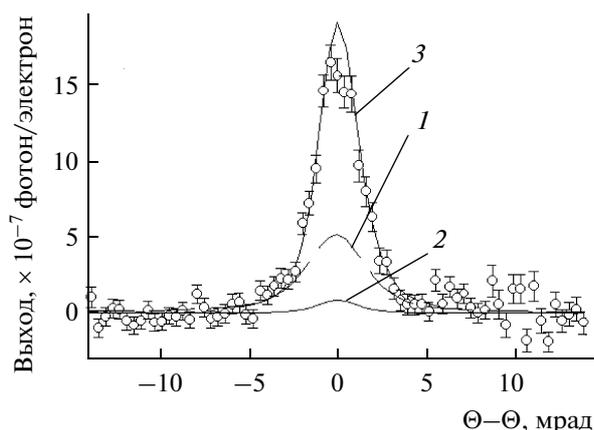


Рис. 3. Ориентационная зависимость выхода фотонов первого порядка отражения для эксперимента [13]: $E_0 = 500$ МэВ; $T = 2$ мм; $\Theta_D = 4^\circ$; $\Theta_c = 1.9$ мрад. Точки – эксперимент. Кривые – расчет: 1 – ПРИ в совершенном кристалле; 2 – ДТИ в совершенном кристалле; 3 – ПРИ + ДТИ в мозаичном кристалле класса ba .

теории ПРИ [24] в предположении, что кристалл является совершенным [14], а электроны проходят через мишень только один раз. Как показано в [6, 11], при выполнении условия $\sigma_m \ll \Theta_{ph}$, как в данном случае, мозаичность практически не сказывается на спектр и угловое распределение ПРИ. Как и в работе [14], из-за погрешности абсолютизации (~ 20 – 30%) и неопределенности среднего числа прохождений электронов через тонкую мишень результаты измерений нормированы на результаты расчета в области углов вылета фотонов $\Theta_v \geq 5$ мрад. Из рисунка видно, что расчетная зависимость хорошо описывает результаты эксперимента только для углов $\Theta_v \geq 5$ – 7 мрад. Для меньших углов экспериментальные точки идут значительно выше расчетной кривой, что свидетельствует о вкладе излучения с более узким угловым распределением, чем ПРИ, т. е. о вкладе ДПИ.

На рис. 2 (кривая 2) также приведены результаты расчета вертикальной зависимости выхода ДПИ, выполненного в соответствии с методикой работы [25], для совершенного кристалла и однократного прохождения электронов через мишень. В расчете учтены геометрические размеры детектора и поперечные размеры пучка электронов (рис. 1б, в). Для условий анализируемого эксперимента размеры детектора больше размеров электронного пучка на мишени, а угол коллимации $\Theta_c = 1.88$ мрад в несколько больше $\gamma^{-1} = 0.6$ мрад, поэтому учет геометрических факторов практически не сказался на угловом распределении ДПИ. При уменьшении размеров детектора и энергии электронов, как, например, в эксперименте [25], угловые распределения, рассчитанные с учетом и без учета геометрических размеров детектора и электронного пучка, существенно отли-

чаются. Для получения согласия экспериментальных и расчетных зависимостей авторы цитируемой работы использовали расходимость электронного пучка томского синхротрона в качестве свободного параметра и получили значение $\Theta_e = 1$ мрад вместо $\Theta_e \sim 0.2$ мрад [16].

Кривая 3 на рис. 2 – результирующее угловое распределение ПРИ+ДПИ. Как видно из рисунка, расчетная зависимость удовлетворительно совпадает с экспериментальной. В центре углового распределения экспериментальная и расчетная зависимости несколько отличаются, что может быть связано как с неопределенностью ряда параметров, использованных в расчете (размеры электронного пучка и его расходимость), так и с мозаичностью кристалла. Расчеты показывают, что увеличение расходимости пучка, обусловленное отличием средней кратности прохождения электронов через кристалл от единицы [21], практически не влияет на форму углового распределения детектируемого излучения.

Характерный угол мозаичности этого кристалла $\sigma_m \sim 0.2$ [20] мрад сопоставим с шириной области полного отражения для этой энергии фотонов $\Delta\Theta \sim \sim 0.02$ мрад. Поэтому по степени разориентации блоков этот кристалл следует отнести к классу α . Для проверки применимости к этому образцу приближения мозаичного кристалла типа b был проведен расчет углового распределения ДПИ в рамках этого приближения по методике, описанной в работах [17, 26] (рис. 2, кривая 4). Из рис. 2 видно, что угловые распределения ДПИ для совершенного кристалла (кривая 2) и мозаичного кристалла типа b (кривая 4) подобны, но отличаются по интенсивности практически на порядок. Примерно такого соотношения и следовало ожидать, поскольку для мозаичных кристаллов типа b отражающая способность $Q \sim N^2\lambda^2$ [6, 10, 27], где N – концентрация рассеивающих центров, а λ – длина волны. Таким образом, для относительно больших длин волн вероятность отражения рентгеновского излучения образцом такой толщины, как и для совершенного кристалла близка к единице, а характерный угол мозаичности примерно на порядок больше ширины “столика” Дарвина.

Зависимость 3 существенно ближе к экспериментальным точкам, чем сумма кривых 1 и 4 (рис. 2), поэтому кристалл алмаза, использованный в работе [12], следует отнести к классу aa , т. е. размеры составляющих его отдельных кристаллитов, проявившихся при измерении поверхностной мозаичности в эксперименте [20], больше длины первичной экстинкции $l_{ex} \sim 7$ мкм.

С увеличением энергии фотонов длина первичной экстинкции возрастает, и ситуация меняется. На рис. 3 точками показана зависимость выхода фотонов первого порядка отражения от угла разориен-

тации плоскости (110) кристалла алмаза толщиной 2 мм относительно направления брэгговского отражения, полученная в эксперименте [13] после вычета фона, уровень которого не превышал 30% от выхода в максимуме. Ошибки статистические и не включают погрешности определения числа электронов, прошедших через кристалл. Результаты этого эксперимента уже обсуждались в работах [6, 11].

Здесь же (рис. 3, кривая 1) показана расчетная зависимость, полученная в рамках кинематической теории ПРИ. Основными факторами, определяющими форму ориентационной зависимости выхода излучения (ОЗ), являются угол коллимации излучения и многократное рассеяние частиц в кристалле. Поэтому измеренная и рассчитанная ОЗ достаточно близки по форме, но значительно отличаются по амплитуде. Разница в полуширине кривых (FWHM) рассчитанной и измеренной зависимостей $\Delta\Theta_{\text{calc}} = 3.97$ мрад и $\Delta\Theta_{\text{exp}} = (2.9 \pm 0.2)$ мрад превышает экспериментальную погрешность (шаг измерения ОЗ ≈ 0.4 мрад) и свидетельствует о вкладе излучения с более узким угловым распределением, чем ПРИ. Для экспериментальных условий цитируемой работы $\omega \approx 145$ кэВ $> \gamma\omega_p \sim 35$ кэВ это дифрагированное тормозное излучение.

Оценка вклада ДТИ по методике работы [9] для совершенного кристалла (рис. 3, кривая 2) показала, что в этом случае интенсивность ДТИ не превышает 25% от выхода ПРИ и не может объяснить результаты эксперимента. Учет мозаичности кристалла по методике [6, 17, 26] в случае однородного распределения блоков мозаики с размерами, меньшими длины первичной экстинкции $l_{\text{ex}} = 148$ мкм (мозаичные кристаллы типа *b*), показал, что наблюдаемое различие действительно обусловлено мозаичностью кристалла. Результирующая зависимость (ПРИ + ДТИ), рассчитанная с учетом мозаичности для обеих компонент (рис. 3, кривая 3), близка к экспериментальной. Рассчитанные значения выхода $Y^{\text{calc}} = 1.94 \times 10^{-6}$ фотон/электрон и ширины ОЗ $\Delta\Theta_{\text{calc}} = 2.67$ мрад удовлетворительно согласуются с результатами измерений $Y^{\text{exp}} = (1.63 \pm 0.008) \times 10^{-6}$ фотон/электрон.

Разница между результатами расчета и эксперимента может быть обусловлена погрешностью нормировки, предположением об однородности распределения блоков по толщине кристалла и использованной оценкой величины σ_m . В зависимости от величины σ_m и соотношения “мозаичной” и “совершенной” компонент кристалла будет меняться выход излучения и ширина ОЗ. Другой причиной этого различия может быть регистрация нескольких фотонов от разных электронов как один фотон большей энергии (эффект наложений). О возможности этого

эффекта говорит тот факт, что положение максимума ориентационной зависимости не совпадает с ее центром.

Как уже отмечалось, обе кристаллические мишени вырезаны из одного и того же образца естественного алмаза, поэтому их микроструктура должна быть примерно одинаковой. Это же подтверждают результаты эксперимента [28], в котором измерялись спектры излучения из этих кристаллов для угла наблюдения $\Theta_d = 90^\circ$ и $E_0 = 900$ МэВ детектором с углом коллимации $\Theta_c = 25$ мрад $\gg \Theta_{\text{ph}}$. Если микроструктура кристаллов разная и для энергии фотонов $\omega_1 \sim 6.8$ кэВ кристалл толщиной 2 мм относится к классу *b α* , для которой должен регистрироваться большой выход фотонов ДПИ (рис. 2, кривая 4), а толщиной 0.35 мм к классу *a α* , где выход фотонов ДПИ сравнительно мал, то ориентационные зависимости выхода излучения для этих кристаллов должны были отличаться, что не отмечено авторами цитируемой работы.

В эксперименте [17] кристаллы пиролитического графита с характерным размером блоков мозаичности $l \sim 1-5$ мкм [4] для этих же углов наблюдения соответствовали группе *b α* , то есть основной вклад в выход излучения давали механизмы ДПИ и ДТИ для углов наблюдения 90 и 4° соответственно. Поэтому можно полагать, что результаты измерений для угла наблюдения 90° [12] дают нижнюю оценку характерных размеров блоков $l > l_{\text{ex}} \approx 7$ мкм, а результаты для угла наблюдения 4° [13] дают верхнюю оценку этой величины $l \ll l_{\text{ex}} \approx 148$ мкм. Следовательно, характерные размеры микроблоков в образце естественного алмаза, из которого были вырезаны мишени, использовавшиеся в экспериментах [12] и [13], находятся в пределах $7 \text{ мкм} < l < 148 \text{ мкм}$.

С увеличением энергии фотонов для любого несовершенного кристалла применимость модели мозаичного кристалла типа *b* становится более оправданной [10]. Опыт показывает, что теория ПРИ в кинематическом приближении описывает результаты измерений в совершенных кристаллах с погрешностью не хуже 10–15% [29]. Примерно с такой же точностью теория дифракции рентгеновского излучения в мозаичных кристаллах описывает выход дифрагированных реальных фотонов в кристаллах типа *b* [22]. Следовательно, по результатам измерений ориентационных зависимостей или угловых распределений выхода излучения для нескольких углов наблюдения и сопоставления с результатами расчета выхода ПРИ и дифрагированных реальных фотонов (ДТИ или ДПИ) для мозаичного и совершенного кристаллов можно определить для какого угла наблюдения начинается переход из одного класса в другой, т.е. оценить средний размер блоков, из которых состоит исследуемый образец. Такие же измерения могут быть использованы при выборе

кристаллов для получения интенсивных пучков рентгеновского излучения при прохождении быстрых электронов через мозаичные кристаллы класса *ba* для прикладных, в том числе и медицинских, применений [7, 11].

Измерения для нескольких углов наблюдения требуют больших временных затрат, как на проведение измерений, так и на переустановку детекторов излучения и выбор оптимальных режимов работы ускорителя и экспериментальной аппаратуры. В соответствии с (1)–(3) аналогичное изменение ширины “столика” Дарвина и длины первичной экстинкции, как и при использовании разных углов наблюдения, происходит с увеличением порядка отражения из-за уменьшения величины F и сомножителя n^{-1} . Поэтому информация о размерах блоков может быть получена и за более короткое время в ходе измерений угловых распределений или ориентационных зависимостей выхода излучения для одного угла наблюдения, но нескольких порядков отражения. Обычно, в эксперименте уверенно регистрируется от 3 и до 6–7 порядков отражения в зависимости от типа исследуемого кристалла и используемой регистрирующей аппаратуры [14, 30], что аналогично использованию одного порядка отражения и нескольких углов наблюдения.

ВЫВОДЫ

Результаты исследований позволяют сделать следующие выводы:

1. Зависимость интенсивности излучения при прохождении быстрых электронов в кристалле от несовершенства его структуры позволяет ставить задачу количественной оценки качества структуры кристаллических образцов по характеристикам регистрируемого излучения.

2. Слабая зависимость интенсивности ПРИ от мозаичности кристалла не позволяет эффективно использовать этот тип излучения для анализа микроструктуры.

3. Регистрация выхода излучения под брэгговскими углами (ДПИ + ПРИ + ДТИ) для разных углов наблюдения (разных порядков отражения) и сопоставление с результатами расчета для этих экспериментальных условий позволяет получить информацию о характерных размерах блоков, из которых состоит исследуемый образец, в том случае, если размеры блоков порядка длины первичной экстинкции.

Авторы выражают благодарность соавторам работ [12, 13, 17, 26] за участие в разработке и реализации методик, использованных в процессе исследований, и помощь при проведении измерений. Работа выполнена при поддержке Программы внутренних грантов БелГУ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Рябов В.А.* Эффект каналирования. М.: Энергоатомиздат, 1994. 240 с.
2. *Барышевский В.Г., Феранчук И.Д.* // ЭТФ. 1971. Т. 61. С. 944.
3. *Гарибян Г.М., Ян Ши* // ЭТФ. 1971. Т. 61. С. 930.
4. *Ohler M., Baruchel J., Moore A.W., Galez Ph., Freund A.* // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 1997. V. 129. P. 257.
5. *Афанасьев А.М., Агинян М.А.* // ЖЭТФ. 1978. Т. 74. Вып. 2. С. 570.
6. *Балдин А.Н., Внуков И.Е., Нецаенко Д.А., Шатохин Р.А.* // Вестн. ХНУ. Сер. физ. “Ядра, частицы, поля”. 2006. Т. 744. Вып. 3(31). С. 51.
7. *Внуков И.Е., Жандармов Ю.В., Шатохин Р.А.* // Вестн. ХНУ. Сер. физ. “Ядра, частицы, поля”. 2008. Т. 808. Вып. 2(38). С. 25.
8. *Brenzinger K.-H., Herberg C., Limburg B. et al.* // Z. Phys. A. 1997. V. 358. P. 107.
9. *Бакланов Д.А., Балдин А.Н., Внуков И.Е., и др.* // Вестн. ХНУ. Сер. физ. “Ядра, частицы, поля”. 2007. Т. 763. Вып. 1 (33). С. 41.
10. *Джеймс Р.* Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей. М.: Изд-во. Иностранная Литература, 1950. 464 с.
11. *Балдин А.Н., Внуков И.Е., Шатохин Р.А.* // Письма в ЖТФ. 2007. Т. 33. Вып. 14. С. 87.
12. *Верзилов В.А., Внуков И.Е., Зарубин В.В. и др.* // Тез. докл. XXVII Межд. конф. по физике взаимодей. заряж. частиц с кристаллами. М.: Изд-во. МГУ, 1997. С. 72.
13. *Chefonov O.V., Kalinin B.N., Naumenko G.A. et al.* // IV International Symposium “Radiation from Relativistic Electrons in Periodic Structures”. September 13–16. Lake Baikal (Russia), 1999.
14. *Балдин А.Н., Внуков И.Е., Калинин Б.Н., Каратаева Е.А.* // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2006. № 4. С. 72.
15. *Бутаков Л.Д., Галь Э.Г., Кирюхина Г.Ф. и др.* // Изв. вузов. Физика, 1991. Т. 34. № 6. С. 5.
16. *Адищев Ю.Н., Воробьев С.А., Забаев В.Н. и др.* // Ядерная Физика. 1982. Т. 35. Вып. 1. С. 108.
17. *Внуков И.Е., Калинин Б.Н., Науменко Г.А. и др.* // Изв. вузов. Физика. 2001. Т. 44. № 3. С. 53.
18. *Кожевников А.В., Никитин М.М., Медведев А.Ф.* // Изв. вузов. Физика. 1971. № 10. С. 115.
19. *Потылицын А.П.* // Изв. ТПУ. 2000. Т. 301(1). С. 55.
20. *Розум Е.И.* // Ред. “Журнала Известия Физика” – Томск. 1979. Деп. в ВИНТИ 03.10.79. № 3459.
21. *Калинин Б.Н., Курков А.А., Потылицын А.П.* // Изв. вузов. Физика, 1991. Т. 34. Вып. 6. С. 81.
22. *Vogotazova E.A., Kalinin B.N., Naumenko G.A. et al.* // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2003. V. 201. P. 276.
23. *Калинин Б.Н., Коновалова Е.И., Плешков Г.А. и др.* // ПТЭ. 1985. № 3. С. 31.
24. *Nitta H.* // Phys. Lett. A 1991. V. 158. P. 270.
25. *Adishev Y.N., Arishev S.N., Vnukov I.E. et al.* // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2003. V. 201. P. 114.
26. *Внуков И.Е., Калинин Б.Н., Кирьяков А.А. и др.* // Изв. вузов. Физика. 2001. Т. 44. № 3. С. 71.

27. Chabot M., Nicolai P., Wohrer K. et al. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 1991. V. 61. P. 377.
28. Адищев Ю.Н., Воробьев С.А., Калинин Б.Н. и др. // ЖЭТФ, 1986. Т. 90. Вып. 3. С. 829.
29. Brenzinger K.-H., Limburg B., Backe H. et al. // Phys. Rev. Lett. 1997. V. 79. P. 2462.
30. Fiorito R.B., Rule D.W., Maruyama X.K. et al. // Phys. Rev. Lett. 1993. V. 71. P. 704.

Estimation of Crystal Sample Structure by Means of Fast Electrons Radiation

D. A. Baklanov, I. E. Vnukov, Yu. V. Zhandarmov, and R. A. Shatokhin

Dependence of characteristics of radiation emitted under fast electrons transmission across the crystal on the sample internal structure quality is analyzed. Method of microblock size estimation by parametric X-ray radiation and diffracted bremsstrahlung and transition radiation yield ratio for different observation angles is suggested. Possibility of microblock size estimation using yield ratio of emission mechanisms for the same observation angle and several diffraction orders is discussed.