УДК 621.384.665

СТАНЦИЯ «ТОПОГРАФИЯ И ДИФРАКТОМЕТРИЯ» НА ПУЧКЕ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НАКОПИТЕЛЯ ВЭПП-4. ТОПОГРАФИЧЕСКИЕ СЪЕМКИ ГРАНАТОВ

И. Куб [1], *В. Е. Панченко*, *М. Полцарова* [1]

Показаны достоинства спектра синхротронного излучения (СИ) накопителя ВЭПП-4 для рентгеновской топографии и дифрактометрии. Приведено описание станции «Топография и дифрактометрия» бункера СИ накопителя ВЭПП-4, обсуждаются особенности использовавшейся рентгенотопографической методики. Приведены результаты рентгенотопографических съемок монокристаллов гадолиний-галлиевого и марганец-германиевого гранатов на СИ ВЭПП-4 в сравнении с результатами традиционных съемок с помощью рентгеновских трубок и съемок на СИ накопителя ВЭПП-3.

Пуск в эксплуатацию бункера синхротронного излучения (СИ) накопителя ВЭПП-4 создал новые возможности для большинства работ, выполнявшихся ранее на пучках СИ накопителя ВЭПП-3 и имевших сезонный характер. На накопителе ВЭПП-4 работы на СИ ведутся одновременно с экспериментами по физике высоких энергий в течение 70 % календарного времени.

По трем каналам, откачиваемым механическими вакуумными насосами, в бункер вводится СИ электронов с криволинейных участков орбиты, расположенных в магнитном детекторе МД-1 [1] и доворотном магните ДМ-1. Наибольшая энергия электронов в накопителе 5.5 ГэВ. Зависимость *1* (рис. 1) проинтегрированного по вертикальному углу спектрального потока фотонов нефильтрованного СИ от длины волны λ (энергии фотонов E_γ) соответствует магнитному полю в МД-1 10.5 кЭ. Спектральный поток нормирован на 1 мА электронного тока и 1 мрад горизонтального угла. При этом поле в доворотном магните ДМ-1 составляет 9.5 кЭ (кривая *2*). Это приблизительно соответствует обычному режиму работы накопителя и магнитного детектора. Кривые *3*, *4* относятся к накопителю ВЭПП-3 и соответствуют энергии электронов в нем 2.2 и 2.0 ГэВ. Средние значения накопленных электронных токов в ВЭПП-3 и ВЭПП-4 около 10 мА. На рис. 1 также приведены спектральные потоки фотонов нефильтрованного излучения рентгеновской трубки с напряжением 50 кВ: *5* — тормозной спектр молибденового анода, *6* — линия MoK_{α_1}, *7* — тормозной спектр медного анода, *8* — линия CuK_{α_1}. Спектральные потоки нормированы на 1 мА анодного тока и 1 мрад горизонтального угла; при этом учтено излучение рентгеновской трубки в тот же вертикальный угол, в котором сосредоточено СИ ВЭПП-3 при 2.2 ГэВ.

На рис. 2 приведены ширины ψ_λ распределения интенсивности СИ по вертикальному углу на половине его высоты для ВЭПП-4 в зависимости от длины волны. Как и на рис. 1, кривая *1* относится к СИ из МД-1 при 10.5 кЭ, кривая *2* — из ДМ-1 при 9.5 кЭ.

Из рис. 1 видно, что СИ накопителя ВЭПП-4 имеет не только существенно больший спектральный поток фотонов, чем ВЭПП-3, в области $\lambda \geqslant 1$ Å, но и, что более важно, значительно продвинуто в коротковолновую область. Это

[1] Физический институт ЧСАН (Прага).

принципиально для дифрактометрии вблизи K-краев поглощения элементов с большими атомными номерами и для рентгеновской топографии кристаллов, содержащих такие элементы, — сильно поглощающих кристаллов.

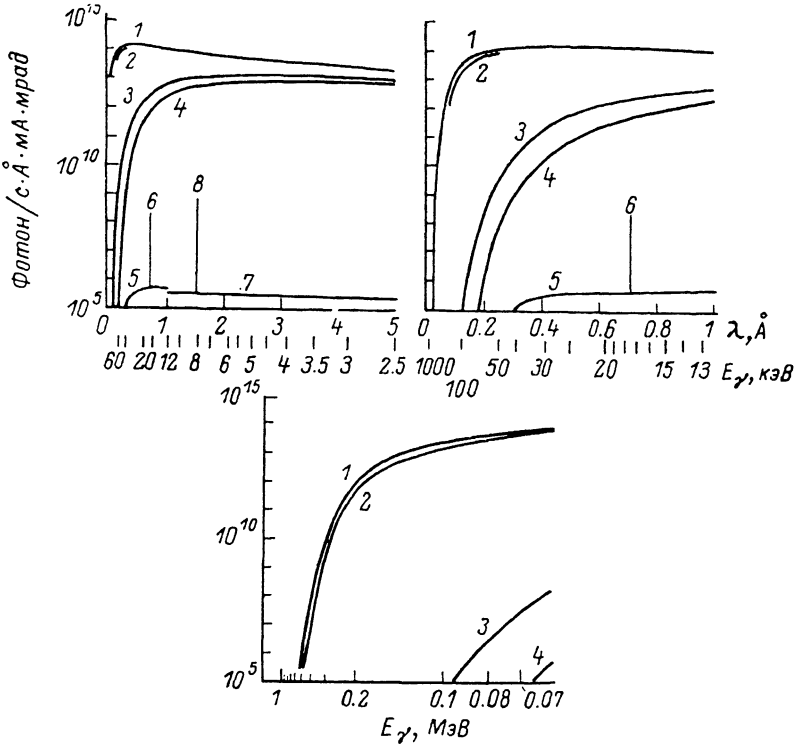

Рис. 1.

Станция «Топография и дифрактометрия» (рис. 3) размещена в бункере СИ накопителя ВЭПП-4 на одном из каналов. Помещение бункера в плоскости орбиты накопителя (медианной плоскости) экранируется защитой от жесткого тормозного излучения и электронно-фотонных ливней, возникающих при случайной гибели электронного пучка (сбросе) и постоянных потерях пучка, определяющих его время жизни в накопителе, исчисляемое несколькими часами. Во время накопления пучка и при выполнении ручных операций внутри станций каналы СИ перекрываются затворами, по толщине эквивалентными защите от жесткого тормозного излучения и электронно-фотонных ливней. Затворы не могут быть открыты, если в вакуумной камере накопителя введен хотя бы один пробник, могущий стать источником тормозного излучения и ливней (электрическая блокировка). Ни один пробник не может быть введен, если открыт хотя бы один затвор (также электрическая блокировка).

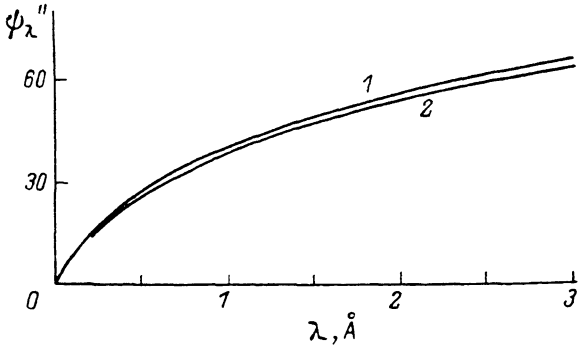

Рис. 2.

Внутри вакуумной камеры накопителя СИ падает на сплошной приемник излучения, охлаждаемый водой. Окна в этом приемнике формируют по горизонтали пучки СИ для каналов. Для каждого канала пучок СИ из вакуумной камеры накопителя выводится в атмосферу через шлюз, представляющий собой последовательность из трех бериллиевых фольг толщиной 200 мкм каждая.

Между первыми двумя фольгами вакуум 10^{-8} Тор, между второй и третьей 10^{-2} Тор. Третья фольга — сменная — защищает вторую от повреждений из-за фотохимических реакций. Каждый канал СИ имеет на входе бериллиевую фольгу толщиной 200 мкм. Воздушный зазор около 10 см между шлюзом и входом канала СИ окружен защитой от рассеянного излучения. На выходе канала СИ в бункере также имеется бериллиевая фольга толщиной 200 мкм. Таким образом, по пути к станции пучок СИ проходит через бериллий с полной толщиной 1 мм и воздушный зазор около 10 см между шлюзом и входом канала СИ. Кроме защиты от тормозного излучения и ливней, помещение бункера экранируется

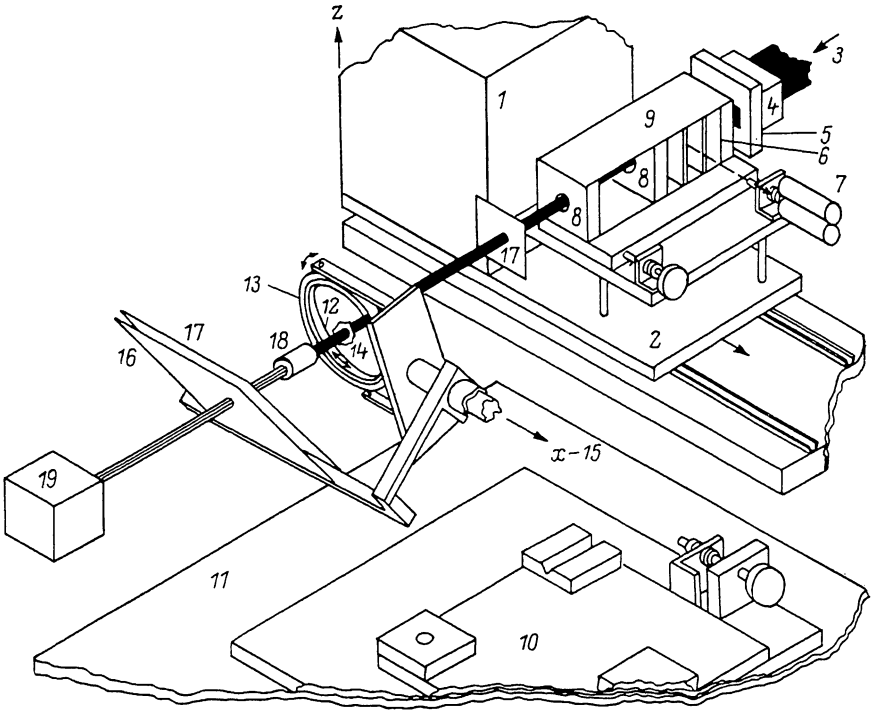

Рис. 3. Основные элементы станции.

1 — автономная защита от тормозного излучения и ливней, *2* — платформа для автономной защиты и коллиматора, *3* — направление пучка СИ, *4* — бленда коллиматора, *5* — общая диафрагма, *6* — формирующая диафрагма, *7* — щель для секционной топографии и дифрактометрии (показана вынесенной из бокса коллиматора), *8* — охранные диафрагмы, *9* — бокс, *10* — платформа для камеры или дифрактометра, *11* — основание станции, *12* — подвижное кольцо кристаллодержателя, *13* — обойма кристаллодержателя, *14* — образец (кристалл), *15* — горизонтальная ось прибора, *16* — фотопластинка или ее люминофорный заменитель, *17* — фильтры, *18* — промежуточная ловушка, *19* — основная ловушка.

защитой от СИ, рассеянного в помещении накопителя. Шторка для перекрывания пучка СИ электрически сблокирована с дверцами экспериментальной станции и с автоматизированной системой непрерывного радиационного контроля.

На данном канале имеется еще одна станция, кроме топографической. Так как этот канал обслуживается одним общим для обеих станций затвором, топографическая станция имеет автономную защиту от тормозного излучения и ливней (рис. 3). Автономная защита размещена на платформе, дистанционно перемещаемой в горизонтальной плоскости поперек оси канала. Когда автономная защита перекрывает выход канала, можно открывать дверцы станции и выполнять ручные операции внутри нее. При этом перемещение платформы с защитой электрически блокировано открытыми дверцами. При закрытых дверцах станция переводится в рабочий режим дистанционным перемещением платформы с защитой в направлении от оси канала пока полностью не открывается его выход. Открывание дверц станции механически блокируется перемещенной платформой. При этом напротив выхода канала оказывается коллиматор белого пучка СИ, как и автономная защита размещенный на платформе.

Коллиматор состоит из свинцовой бленды, общей и формирующей диафрагм из свинца толщиной 20 мм и двух охранных диафрагм, выполненных первая из стали и вторая из алюминия по 20 мм.

Конструкция всех элементов коллиматора нацелена на минимизацию попадания в объем станции возникающих при формировании белого пучка СИ флуоресцентного излучения свинца и рассеянного излучения. С этой целью обращенные к входящему пучку поверхности общей и формирующей диафрагм, а также внутренняя поверхность бленды защищены алюминием. Размеры входного окна бленды немного больше поперечных размеров пучка СИ, входящего в нее из канала. Общая диафрагма несколько ограничивает поперечный размер пучка в горизонтальном направлении. Три следующие диафрагмы — формирующая и две охранных — жестко скреплены друг с другом в едином боксе. Размеры этих диафрагм взаимосвязаны. Формирующая диафрагма оставляет от пучка, прошедшего через общую диафрагму, ту часть, которая необходима для конкретной работы. Размеры охранных диафрагм таковы, чтобы пропущенный формирующей диафрагмой прямой пучок проходил через охранные, не прикасаясь к их краям. Это достигается юстировкой положения бокса с формирующей и охранными диафрагмами как целого на платформе для автономной защиты вокруг и вдоль двух осей — вертикальной и горизонтальной, перпендикулярной к оси прямого пучка. Дверцы станции и обращенная к ним боковая стенка бокса с диафрагмами выполнены из свинцового стекла; обращенные к входящему пучку поверхности охранных диафрагм покрыты люминофором и наблюдаемы в зеркало.

Вслед за коллиматором по ходу пучка имеется платформа для топографической камеры или дифрактометра, расположенная на основании станции и юстируемая вокруг вертикальной оси и вдоль горизонтальной, перпендикулярной к оси прямого пучка. Камера и дифрактометр, устанавливаемые на платформе, имеют недостающие юстировки вдоль и вокруг указанных осей. При необходимости использовать вместо камеры или дифрактометра другой прибор он устанавливается на основание станции вместо платформы, и теперь уже все основание как целое юстируется вокруг и вдоль указанных осей.

Топографическая камера и дифрактометр имеют вертикальную плоскость дифракции, что является общепринятым при работе на пучках синхротронного излучения из-за его поляризации. Камера предназначена для получения топограмм кристаллов в белом СИ. Дифрактометр выполнен на основе вертикального гониометра производства фирмы «Филипс» с кинематикой кристалла и детектора 1 : 2, шаговый двигатель и редуктор реализуют шаг по углу Брэгга в диапазоне 0.03—0.5″.

Для получения секционных топограмм и узких прямых пучков для дифрактометрии в боксе между формирующей и первой охранной диафрагмами коллиматора устанавливается горизонтальная щель. Она формируется двумя шлифованными танталовыми цилиндрами, зазор между которыми определяется толщиной фольг, проложенных между их концами. Эффективная ширина такой щели слабо зависит от погрешностей установки цилиндров, а ореол, создаваемый после щели лучами, испытавшими полное внешнее отражение на цилиндрах и прошедшими после этого через щель, ничтожно мал.

В камере и дифрактометре используется кристаллодержатель, рассчитанный на установку в нем образцов диаметром вплоть до 100 мм. Подвижное кольцо для крепления образца поворачивается червячной передачей в обойме кристаллодержателя на угол $\pm 45°$. Плоскость обоймы может составлять с горизонтальной осью прибора угол от -10 до $+10°$. Для облегчения и ускорения юстировки образца в кристаллодержателе вместо фотопластинки используется ее люминофорный заменитель для прямой визуализации дифракционной картины.

В большинстве случаев топографических съемок (малые углы Брэгга — короткие длины волн) на фотопластинку падает и прямой пучок СИ, прошедший через образец. В этом случае вокруг проекции прямого пучка на фотопластинке оказывается интенсивно засвеченной область диаметром до 50 мм.

Существен фон и на остальной части фотопластинки. Для предотвращения этого между образцом и фотопластинкой размещена промежуточная ловушка прямого пучка. Она имеет степени свободы вдоль трех осей. Для визуализации

правильности расположения ловушки наружная сторона ее донышка покрыта люминофором. Толщина донышка такова, что на фотопластинке остается достаточно четкий для облегчения расшифровки дифрактограммы след прямого пучка.

Прямой пучок, миновавший или прошедший через фотопластинку, попадает в основную ловушку.

Станция оснащена телеоборудованием для визуализации рентгенотопографических изображений с помощью рентгенвидикона с регулируемой памятью и стеклоуглеродным входным окном для работы со статическими объектами и рентгенвидикона со стеклоуглеродным входным окном для дефектоскопии подвижных объектов [2]. В комплект телеоборудования входит видеомагнитофон.

Большая интенсивность СИ ВЭПП-4 в коротковолновой области обеспечивает выполнение условия $\mu t < 1$ (μ — коэффициент ослабления рентгеновских лучей, t — толщина образца) для сильно поглощающих кристаллов. Это позволяет получать при коротких экспозициях прямые (кинематические) изображения дефектов (экстинкционный контраст), являющиеся, как известно, наиболее узкими. Конечно, выбор приемлемых для съемок длин волн и экспозиций ограничивается необходимостью учета трех обстоятельств. Во-первых, чем короче длина волны, тем больше экстинкционная длина и, следовательно, тем сильнее проявляет себя механизм формирования динамических изображений дефектов, что обнаруживается в виде уширения их прямых изображений. Во-вторых, чем короче длина волны, тем выше чувствительность фотоэмульсий и различных формирователей видеосигналов: рентгенвидиконов, супервидиконов с люминофорным преобразованием рентгеновского излучения в свет [2] и приборов с зарядовой связью (ПЗС) [3]. В-третьих, чем больше длина волны, тем бóльшая часть излучения поглощается в исследуемом кристалле, что приводит к его нагреву. Это допустимо не для всякого кристалла и, кроме того, осложняет крепление его в кристаллодержателе. Обычно кристалл, в частности для обеспечения технологической гигиены полупроводниковых материалов, помещается в полиэтиленовый пакет, закрепленный в подвижном кольце кристаллодержателя, и нагрев кристалла приводит к смазыванию рефлексов. Поэтому для ослабления неиспользуемой мягкой компоненты излучения на выходе коллиматора помещаются фильтры. Кроме того, непосредственно перед фотопластинкой располагается полихлорвиниловый фильтр для снижения фона в целом. Нежелательно использование в качестве фильтров текстурированных материалов, дающих фоновую дифракционную картину.

Разумеется, в случае толстых сильно поглощающих кристаллов достаточного совершенства приходится довольствоваться промежуточным контрастом (кинематические и динамические изображения дефектов одновременно) или борманновскими изображениями дислокаций, получаемыми благодаря аномальному прохождению рентгеновских лучей.

Распределение плотности электронного сгустка — источника СИ — по трем координатам является приблизительно гауссовым со средними квадратичными отклонениями по вертикали $\sigma_z \approx 380$ мкм и по горизонтали перпендикулярно к орбите $\sigma_x \approx 870$ мкм. В соответствующих направлениях эти два параметра дают в L/l раз меньший вклад в геометрическую размытость топографических изображений, где $L \approx 23.5$ м — расстояние от излучающего пучка до кристаллодержателя и $l = 100 \div 160$ мм — расстояние от кристаллодержателя до фотопластинки. Соответственно этот вклад составляет 2 и 5 мкм; такого же порядка пространственная когерентность рентгеновского излучения.

Для топографических съемок монокристаллов кремния, арсенида и фосфида галлия, алмаза, сапфира, гранатов и др., а также различных минералов станция используется несколькими академическими и прикладными организациями: ИГиГ СО АН СССР, ИХТТИМС СО АН СССР, ИК АН СССР (Москва), ИП АН УССР (Киев), ЛНПО «Буревестник», ЦНИГРИ (Москва), ФИ ЧСАН (Прага) и др.

Первые топографические съемки гранатов, выполненные на станции, показали, что имеются исключительно благоприятные условия для изучения дефектов структуры сильно поглощающих кристаллов. При использовании белого СИ накопителя ВЭПП-3 с энергией электронов 2.2 ГэВ экспозиция топографиче-

ских съемок на отражение по Лауэ полумиллиметровых пластин гадолиний-галлиевого граната (ГГГ) $Gd_3Ga_5O_{12}$ с ориентацией (111) составляла около 500 мА·мин (в миллиамперах — ток в ВЭПП-3) при $\mu t = 3 \div 10$ [4]. На рис. 4, *а* приведена полученная в белом излучении накопителя ВЭПП-4 при отражении по Лауэ топограмма (рефлекс $80\bar{8}$) монокристалла ГГГ толщиной 280 мкм с такой же ориентацией (срез перпендикулярен к направлению роста [111]), выращенного в ФИ ЧСАН. Плоскости среза полированы химико-механическим способом. Топограмма визуализирует включения, сегрегационные полосы и множество дислокаций, перпендикулярных к поверхности среза. Имеются винтовые дислокации, некоторые — с большой краевой частью. Энергия электронов в ВЭПП-4 4.7 ГэВ, ток 6.4 мА. Угол Брэгга для отражения $80\bar{8}$ составлял 10°,

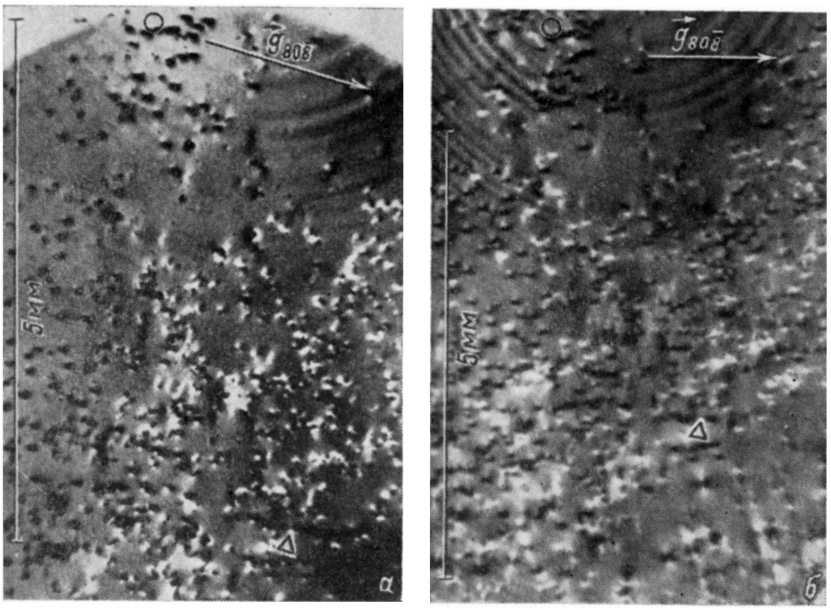

Рис. 4.

что соответствует длине волны 0.38 Å. Конечно, в формировании рентгенотопографического изображения участвовали и другие гармоники. Съемка была выполнена на фотопластинку для ядерных исследований типа МК с толщиной эмульсии 10 мкм, обработанную в проявителе Д-19 при комнатной температуре (такие же фотопластинки использовались и при съемках на СИ ВЭПП-3). Экспозиция составила всего 25 с.

На рис. 4, *б* приведен тот же рефлекс $80\bar{8}$ этого же кристалла, полученный на излучении AgK_{α_1} рентгеновской трубки с фокусом 0.1×0.1 мм источника Hilger & Watts (50 кВ, 3 мА) в камере Ланга при съемке на фотопластинку Ilford *L*4 с эмульсией толщиной 100 мкм, обработанную в проявителе Д-19 в холодильнике. Экспозиция 46 ч [5]. Топограммы на рис. 4 относятся к одному и тому же участку кристалла: привязка дана кружком и треугольником. В работе [6] для этого кристалла выполнены сравнения контрастов изображений дефектов: рассчитанного, полученного в камере Ланга (рис. 4, *б*) и на пучке СИ ВЭПП-4 (рис. 4, *а*).

Выполнены также съемки монокристалла (пластина среза (100)) марганец-германиевого граната (MnGeG) $Ca_3[Mn_2^{3+}]Ge_3O_{12}$, выращенного Б. В. Миллем в МГУ. При температуре ниже 500 К из-за наличия ионов Mn^{3+} в этом монокристалле имеет место тетрагональное удлинение ячейки $c/a - 1 \sim 10^{-3}$, где a и c — параметры решетки (кооперативный эффект Яна—Теллера) [7]. Следствием этого искажения ячейки являются ян-теллеровские (ферроэластические) «домены» — области с различными направлениями тетрагональной оси c. Для рентгенотопографических съемок на отражение по Брэггу соответствующая