



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **101988** (13) **U**  
(51) МПК (2015.01)  
**G01N 23/223** (2006.01)  
**G02B 19/00**

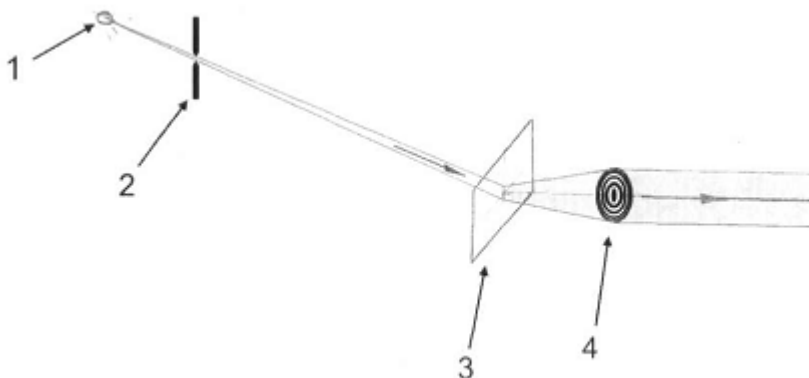
ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

**(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ**

(21) Номер заявки: <b>u 2015 03484</b>	(72) Винахідник(и): <b>Михайлов Ігор Федорович (UA), Батурін Олексій Анатолійович (UA), Михайлов Антон Ігоревич (UA), Кондратенко Валерій Володимирович (UA), Копилець Ігор Анатолійович (UA), Першин Юрій Павлович (UA)</b>
(22) Дата подання заявки: <b>14.04.2015</b>	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: <b>12.10.2015</b>	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: <b>12.10.2015, Бюл.№ 19</b>	(73) Власник(и): <b>НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ "ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ", вул. Фрунзе, 21, м. Харків, 61002 (UA)</b>

**(54) ПРИСТРІЙ МОНОХРОМАТИЗАЦІЇ РЕНТГЕНІВСЬКОГО ВИПРОМІНЮВАННЯ ШИРОКОСМУГОВОГО ДЖЕРЕЛА****(57) Реферат:**

Пристрій монохроматизації рентгенівського випромінювання широкосмугового джерела містить вузол колімації і монохроматизуючий вузол. Монохроматизуючий вузол містить флуоресцентну мішень і конденсор. Флуоресцентна мішень складається із змінного набору пластин, які містять чисті хімічні елементи, сплави або хімічні сполуки. Пластини мають товщину 0,1-1,0 мм. Конденсор є зонною пластинкою, полікапілярною лінзою або фокусуючим дзеркалом. Вузол колімації є полікапілярною лінзою або фокусуючим дзеркалом.

**Фіг. 1****UA 101988 U**



Корисна модель належить до приладобудування, зокрема до пристроїв, що перетворюють рентгенівське випромінювання від ширококугових джерел, наприклад синхротронів [1], лазерно-електронних генераторів (ЛЕГ) [2], плазмових джерел [3, 4], в монохроматичне. Воно може бути використане в рентгеноструктурному аналізі матеріалів.

Відомий пристрій монохроматизації, який містить вузол колімації, що складається з різного виду щілин, і монохроматизуючий вузол, що містить дифракційну ґратку (ДГ) і щілинний вузол [5, 6]. Дифракційна ґратка, яка працює в жорсткій рентгенівській області на ефекті повного зовнішнього відбиття, здійснює просторове розділення падаючого ширококугового випромінювання по довжинах хвиль. Поворот ДГ або щілинного вузла дозволяє вибрати певний діапазон довжин хвиль у відбитому спектрі і пропускати монохроматизоване випромінювання за допомогою того ж щілинного вузла. Ступінь монохроматизації і ефективність ДГ є зв'язаними параметрами. Тому при необхідній для проведення рентгеноструктурного аналізу вимозі вузькості спектральної смуги ( $\delta E/E < 1 \times 10^{-3}$ ), яка пропускається, ефективність монохроматизації випромінювання (частка інтенсивності випромінювання джерела, використовувана на виході пристрою) стає низькою. Ефективність цього пристрою в основному визначається відношенням ширини спектральної смуги, що виділяється,  $\delta E$ , до загальної ширини первинного спектра  $\Delta E_0$ . До того ж цю величину необхідно множити на піковий коефіцієнт відбиття ДГ ( $R_{дг} \sim 0,01$  при робочій енергії квантів випромінювання з  $E \sim 8$  кеВ [5]). Так ефективність монохроматизації ширококугового спектра, наприклад для синхротронного випромінювання, з шириною  $\Delta E_0 \sim 50$  кеВ, до стандартного рівня  $\delta E/E \sim 1 \times 10^{-3}$  не може перевищити  $1 \times 10^{-6}$ . Необхідність застосування вхідних щілин  $< 50$  мкм для досягнення потрібної  $\delta E$  призводить до ще більшого зниження ефективності ДГ, якщо розмір джерела більший 50 мкм. Додатково з отриманого пучка необхідно видаляти довгохвильове випромінювання (наприклад за допомогою фільтрів), що призводить до подальшого зниження ефективності цього пристрою.

Відомий також пристрій монохроматизації, що є найбільш близьким до заявленої корисної моделі і вибраний як прототип. Ефективність цього пристрою вище ніж у описаного вище аналога за рахунок використання як монохроматизуючого вузла плоскої пластини монокристалу Si, Ge, LiF або ін. [7, 8], тобто кристал-монократора (КМ). Піковий коефіцієнт відбиття для таких монокристалів в монохроматичному випромінюванні складає десятки відсотків, проте оскільки монокристали вирізають дуже вузьку смугу ( $\delta E/E \sim 10^{-4}$ ) з падаючого спектра рентгенівського випромінювання і "відкидають" велику частину спектра ширококугового джерела, їх загальна ефективність залишається низькою.

Задачею корисної моделі є підвищення ефективності перетворення енергії випромінювання ширококугового джерела в монохроматичне.

Поставлена задача вирішується тим, що у відомому пристрої монохроматизації рентгенівського випромінювання ширококугового джерела, який складається з вузла колімації і монохроматизуючого вузла, монохроматизуючий вузол містить флуоресцентну мішень і конденсор; також флуоресцентна мішень складається зі змінного набору пластин, які містять чисті хімічні елементи, сплави або хімічні сполуки; також пластини мають товщину 0,1-1,0 мм; також конденсор є зонною пластинкою, полікапілярною лінзою або фокусуючим дзеркалом; також вузол колімації є полікапілярною лінзою або фокусуючим дзеркалом.

Суть корисної моделі полягає в тому, щоб використати велику частину енергії джерела шляхом перетворення ширококугового рентгенівського випромінювання в монохроматичне. Як перетворюючий компонент використовується флуоресцентна мішень, що збуджується тією частиною ширококугового первинного спектра, в якій енергія квантів вища за енергію краю смуги поглинання хімічного елемента, що флуоресцює. Флуоресцентна мішень монохроматизує падаюче на неї випромінювання шляхом перевипромінювання у вигляді характеристичного випромінювання атомів, що входять до складу цієї мішені, в тілесний кут  $4\pi$  стерадіан з широкою діаграмою спрямованості. Для збирання монохроматичного випромінювання в пучок із заданою кутовою розбіжністю служить конденсор, який є наприклад зонною пластинкою, полікапілярною лінзою або фокусуючим дзеркалом.

Зміна довжини хвилі монохроматизованого випромінювання включає використання змінного набору пластин різних хімічних елементів, наприклад закріплених на поворотному барабані. Для зменшення кількості таких пластин доцільно виготовляти їх із сплаву або хімічної сполуки двох і більше хімічних елементів, флуоресцентні лінії яких рознесені по енергіях один відносно одного. В цьому випадку ослаблення впливу спектральних ліній сусідніх елементів у флуоресцентному спектрі можна здійснити такими добре випробуваними в рентгеноструктурному аналізі засобами, як фільтри, монократори або енерго-дисперсійні детектори.

Спектр випромінювання флуоресцентної мішені містить тільки декілька вузьких спектральних ліній, в яких зосереджена вся енергія випромінювання. Співвідношення інтенсивностей спектральних ліній  $K\beta_1:K\alpha_1:K\alpha_2$  становить приблизно 1:4:2. Мала півширина спектральних ліній рентгенівського флуоресцентного випромінювання забезпечує  $\delta E/E < 1 \times 10^{-3}$ ,

якщо використовувати лише одну окрему спектральну лінію, наприклад  $K\beta_1$ . Разом з тим, найбільш яскравими лініями в характеристичному випромінюванні є лінії дублету  $K\alpha$  ( $K\alpha_1$  і  $K\alpha_2$ ). За довжинами хвиль вони розташовані на деякій відстані один від одного. Наприклад для найбільш поширеного для структурних досліджень випромінювання  $Cu-K\alpha_1$  і  $Cu-K\alpha_2$  ця

величина становить  $\frac{E_{\alpha_1} - E_{\alpha_2}}{E_{\alpha_1}} = 2,5 \times 10^{-3}$ . При використанні такого дублетного пучка для

цілей рентгеноструктурного аналізу, на дифрактограмі спостерігатимуться піки з відповідною двогорбою формою профілю. Така ж форма профілю виходить і при стандартному вимірюванні на рентгенівському дифрактометрі з вторинним монохроматором у випромінюванні рентгенівської трубки. Існує стандартна процедура подальшої обробки профілю дифракційного віддзеркалення для розділення дублету  $K\alpha_1$ ,  $K\alpha_2$  і проведення структурного аналізу. Тому для цілей рентгеноструктурного аналізу можна використовувати два варіанти монохроматизації: а) дублетний (лінії  $K\alpha_{1,2}$ ), коли необхідна висока інтенсивність падаючого пучка і б) монохромний (лінія  $K\beta_1$ ), коли потрібне високе розділення.

Нижче на фігурах 1 і 2 наведені приклади, які ілюструють конструкцію монохроматизуючого пристрою відповідно до пропонованого винаходу. На фіг. 1 показано схематичне зображення пропонованого пристрою монохроматизації рентгенівського випромінювання ширококутового джерела, що містить флуоресцентну мішень (3) і конденсор (4). Випромінювання від точкового джерела (1) з широким спектром довжин хвиль, обмежуване колімаційними щілинами (2), спрямовується на флуоресцентну мішень (3). Тут відбувається перетворення ширококутового рентгенівського випромінювання в характеристичне випромінювання, властиве даному типу матеріалу флуоресцентної мішені. Випромінювання, що розходить від мішені (3), збирається конденсором (4) і спрямовується на об'єкт дослідження. У наведеному прикладі як конденсор використовується зонна пластинка.

Флуоресцентна мішень в даному варіанті корисної моделі працює на просвіт, і для цього можуть використовуватися тонкі пластини різних матеріалів, товщина яких підбирається для досягнення максимальної інтенсивності флуоресцентного випромінювання. Оптимальна товщина для пластин флуоресцентної мішені за нашими оцінками складає 0,1-1,0 мм (приблизно  $1/\mu$  мм, де  $\mu$  - лінійний коефіцієнт поглинання рентгенівського випромінювання даною речовиною). Нижня межа визначається мінімальним об'ємом речовини, здатним забезпечити достатню інтенсивність вторинного характеристичного випромінювання, а верхня межа визначається прозорістю самої флуоресцентної пластини. Дана корисна модель може бути також використана в схемах "на відбиття", в яких як флуоресцентну мішень використовують масивні пластини, а опромінення поліхроматичним випромінюванням і збирання флуоресцентного сигналу здійснюються з одного боку пластини.

Нижче наведено порівняння ефективності монохроматизації прототипу і пропонованої корисної моделі відповідно до схематичного зображення, представленого на фіг. 1, з лазерно-електронним генератором (ЛЕГ) як джерелом поліхроматичного рентгенівського випромінювання.

Лазерно-електронний генератор (ЛЕГ) створює поліхроматичне рентгенівське випромінювання в інтервалі енергій 8-40 кеВ зі змінним робочим вікном шириною від декількох кеВ до  $\sim 10$  кеВ [1] залежно від умов роботи. Близько половини повної енергії випромінювання зосереджено в спектральній смузі  $\Delta E/E \approx 0,2$ . Величина емітансу за даними роботи [2] складає мінімум  $1 \times 10^{-7}$  м·рад [3]. Таке значення емітансу при діаметрі випромінюючої області 20 мкм відповідає кутовій розбіжності пучка  $0,6^\circ$  або  $\sim 0,01$  радіан.

Оцінимо ефективність монохроматизації рентгенівського пучка, створеного ЛЕГ, за допомогою брегівського відбиття від площин (002) монокристала LiF (прототип). Кристал (002) LiF має ширину кривої хитання  $\sim 0,02^\circ$  і піковий коефіцієнт відбиття  $R \approx 6\%$  для даного діапазону енергій рентгенівського випромінювання [7]. Вирізання необхідного для структурних досліджень вузького діапазону ( $\delta E/E \approx 1 \times 10^{-3}$  зі спектральної смуги ( $\Delta E/E \approx 0,2$  [2], дає ефективність використання випромінювання початкового пучка

$$\eta_{KM} = 0,5 \times \frac{\left(\frac{\delta E}{E}\right)}{\frac{\Delta E}{E}} \times R \approx 1,5 \times 10^{-4}.$$

Діапазон кутів, який вирізає КМ, визначається шириною кривої гойдання дифракційного піку віддзеркалення. Кристал (002) LiF має ширину кривої гойдання  $0,02^\circ$  для випромінювання з енергією квантів 8 кеВ. Таким чином, при кутовій розбіжності пучка ЛЕГ  $0,6^\circ$ , кристал LiF корисно використовує випромінювання лише на  $\sim 0,03$  від усього тілесного кута джерела. Інакше кажучи, ефективність КМ має бути ще меншою.

Ефективність,  $\eta_F$  використання випромінювання початкового пучка рентгенооптичною схемою, представленою на фіг. 1, при збудженні флуоресценції мішені оцінимо таким чином. Для випадку тонкої флуоресцентної мішені товщиною  $i$ , що працює в схемі на просвіт, формула для інтенсивності потоку,  $\Phi_i$ , флуоресцентного випромінювання  $i$ -тої аналітичної лінії під впливом первинного рентгенівського спектра [11] має наступний вигляд:

$$\Phi_i = \left(1 - \frac{1}{S_q}\right) \omega_q \rho_i \int_{\lambda_0}^{\lambda_{qi}} \Phi_0(\lambda) \tau_i(\lambda) d\lambda \int_0^t \exp\left(-\mu(\lambda) \frac{x}{\sin \varphi}\right) \exp\left(-\mu_i \frac{t-x}{\sin \psi}\right) dx,$$

де  $\tau$  і  $\mu$  - лінійні коефіцієнти поглинання і ослаблення відповідно;

$S_q, \omega_q, \rho_i$  - величини стрибка поглинання, виходу флуоресценції і частка інтенсивності  $i$ -тої лінії в спектральній серії;

$\lambda_0, \lambda_{qi}$  - довжина хвилі краю суцільного спектра і краю смуги поглинання атома  $i$ -го сорту, відповідно;

$\Phi_0(\lambda)$  - спектральна залежність потоку випромінювання, що створюється лазерно-електронним генератором;

$x$  - змінна інтеграції по товщині;

$\varphi, \psi$  - кут падіння і кут спостереження флуоресценції, відповідно.

Інтенсивність потоку високоенергетичної складової спектра первинного пучка ЛЕГ, який збуджує флуоресценцію, становить:

$$\Phi_0 = \int_{\lambda_0}^{\lambda_{qi}} \Phi_0(\lambda) \tau_i(\lambda) d\lambda,$$

Множник  $(1-1/S_q)\omega_q \rho_i$  має величину близько  $0,5 \div 0,6$ . При оптимальній товщині мішені для ліній дублету  $i f x i$ ,  $c i 2$  відношення повного потоку флуоресцентного випромінювання до повного потоку збуджувального випромінювання, яке падає від ЛЕГ, досягає  $\Phi_i/\Phi_0=0,1$ .

Якщо встановити конденсор (зонну пластинку) на відстані від мішені, рівній радіусу зонної пластинки, то тілесний кут, з якого він збиратиме флуоресцентне випромінювання, складе  $\pi$  стерадіан або  $0,25$  повної сфери. Тобто конденсор зможе зібрати  $\sim 0,25$  флуоресцентного випромінювання, що вийшло з мішені. Типова ефективність зонної пластинки -  $10\%$ .

Таким чином, повна інтенсивність потоку монохроматизованого випромінювання, створеного і зібраного в пучок монохроматизувальним пристроєм, який складається з флуоресцентної мішені і зонної пластинки, для ліній дублету  $K\alpha_1, \alpha_2$  може досягати  $\eta_{F1}=0,1 \times 0,25 \times 0,1=2,5 \times 10^{-3}$  від інтенсивності падаючого пучка. Для окремої характеристичної лінії  $K\beta_1$  - це відношення кінцевого потоку флуоресцентного випромінювання до вихідного потоку пучка ЛЕГ складе  $\eta_{F2}=4 \times 10^{-4}$  за умови  $\delta E/E \approx 5 \times 10^{-4}$ . Отже загальна ефективність монохроматизації широкосмугового випромінювання ЛЕГ запропонованою корисною моделлю у варіанті, зображеному на фіг. 1, може перевершувати прототип зонайменше у декілька разів.

Вищевикладений розрахунок зроблений для випадку обмеження випромінювання точкового джерела щілинами (див. фіг. 1) до вузького пучка з розбіжністю  $0,02^\circ$ , як в монохроматизуючих пристроях, що використовують кристали-монохроматори. Це зроблено, аби порівняти ефективність запропонованого пристрою (флуоресцентне перетворення) і прототипу (монохроматизація кристалом) в однакових умовах, оскільки КМ відображає падаюче випромінювання у вузькому діапазоні кутів, а випромінювання джерела, що приходить на кристал під іншими кутами, безповоротно втрачається. У загальному випадку без таких обмежень перевага запропонованого пристрою буде ще більшою.

Додатковою перевагою флуоресцентного перетворення є те, що довжина хвилі флуоресценції не залежить від кута падіння збуджуючого випромінювання на мішень. Це

дозволяє суттєво збільшити корисно використовувану частину випромінювання джерела за рахунок збирання випромінювання з більшого тілесного кута шляхом зміни вузла колімації.

На фіг. 2 показано схематичне зображення варіанта пропонованого пристрою монохроматизації, в якому для підвищення ефективності замість звичайних колімаційних щілин (позиція 2 на фіг. 1) використовується фокусуючий елемент (2), що встановлюється перед флуоресцентною мішенню (3). Пучок, що в цьому випадку розходитьсся від джерела (1), фокусується в "крапку" на флуоресцентній мішені (3). Як фокусуючий елемент (2) (вузол колімації) доцільно використовувати полікапілярну лінзу [9, 10] або фокусуюче дзеркало, що працює на ефекті повного зовнішнього віддзеркалення. Такі оптичні елементи є ширококуговими в тому сенсі, що здатні фокусувати випромінювання з широким діапазоном довжин хвиль. На відміну від схем з кристалом-монохроматором спрощуються вимоги до вузла колімації (2): фокусуючому елементу (2) досить лише сфокусувати вихідний пучок в пляму невеликих розмірів на флуоресцентній мішені без яких-небудь вимог до його кутової розбіжності.

Введення фокусуючого елемента (позиція 2 на фіг. 2) дає можливість зібрати і корисно використовувати поліхроматичне випромінювання джерела, що розходитьсся, з великого тілесного кута при малому розмірі флуоресцентної області (декількома мікрон), що задається розмірами сфокусованої плями. Оскільки полікапілярна лінза дозволяє сфокусувати випромінювання що розходитьсся під кутом  $0,6^\circ$ , то все випромінювання ЛЕГ буде використано. Збільшення тілесного кута складе  $\sim 200$  разів, і навіть при проникній здатності полікапілярної лінзи 0,1 інтенсивність монохроматизованого випромінювання пристрою на фіг. 2 виявляється в 20 разів вище, ніж зображеного на фіг. 1.

Таким чином, вживання флуоресцентного випромінювача як джерела вторинного рентгенівського випромінювання для цілей рентгеноструктурного аналізу вельми перспективно при використанні ширококугових джерел рентгенівського випромінювання.

Додаткові переваги пропонованого пристрою монохроматизації також є:

1) можливість повороту флуоресцентного екрана на великі кути відносно пучка джерела, що спрощує поєднання джерела і кінцевого гоніометра для рентгеноструктурного аналізу;

2) довжина хвилі кінцевого пучка відома з високою мірою точності (стандартні характеристичні лінії), що важливе для рентгеноструктурного аналізу;

3) легко перебудовувати на нову довжину хвилі: досить змінити флуоресцентну мішень і підстроїти положення зонної пластинки. (Не потрібно перебудовувати сам ЛЕГ, використовуваний лише для збудження флуоресценції).

Джерела інформації:

1. Я.В. Зубавичус, Ю.Л. Словохотов. Рентгеновское синхротронное излучение в физико-химических исследованиях // Успехи химии. - 2001. - Т. 70, №5. - С. 429-463.

2. И.А. Артюков, Е.Г. Бессонов, А.В. Виноградов, М.В. Горбунков, Я.В. Зубавичус, Б.С. Ишханов, П.В. Кострюков, Ю.Я. Маслова, Н.Л. Попов, А.В. Посеряев, А.А. Постнов, Ю.Л. Словохотов, В.Г. Тункин, Ю.А. Успенский, Р.М. Фещенко, Ю.В. Шабалин, В.И. Шведунов. Лазерно-электронный генератор рентгеновского излучения // Препринт НИИЯФ МГУ, 2006-7/806. - Москва, 2006. - 18 с.

3. Ю.В. Коробкин, И.В. Романов, А.А. Рупасов, А.С. Шиканов, Неустойчивости вакуумного разряда при лазерном иницировании катодного пятна. // Журнал технической физики. - 2005. - Т. 75, вып. 9. - С. 34-39 ( ).

4. M. G. Haines, A review of the dense Z-pinch, Plasma Phys. Control. Fusion, Vol. 53, 093001, 168 pages (2011).

5. Philip A. Heimann, Masato Koike, Howard A. Padmore, Dispersive x-ray absorption spectroscopy with gratings above 2 keV, Review of Scientific Instruments, Vol. 76, 063102, 3 pages (2005).

6. Anna Bianco, Giovanni Sostero, Bruno Nelles, Klaus F. Heidemann, Daniele Cocco, A plane grating with single-layer coating for the sub-nanometer wavelength range, Proc. SPIE, Vol. 5918, p. 591810-1 (2005).

7. М.И. Мазурицкий Рентгеноспектральная оптика, под ред. И.А. Брытова. - Изд. "Буревестник", 2005. - 130 с.

8. Рентгеновский микроанализ с помощью электронного зонда: пер. с англ. / Л.С. Бирке; под ред. К.И. Нарбутта. - М.: Металлургия, 1966. - 216 с.

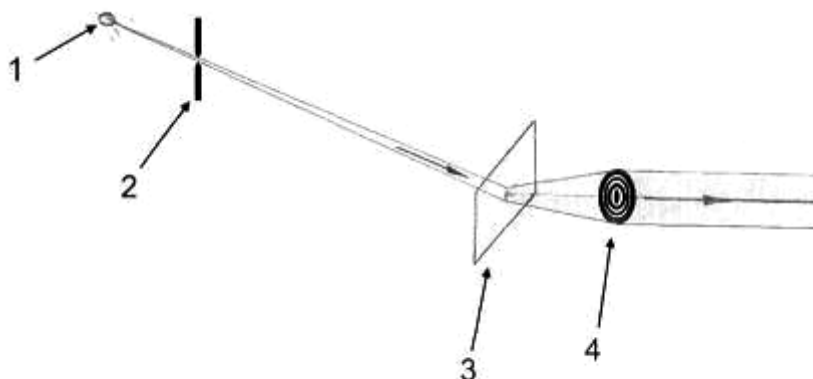
9. Sergey V. Kazakov; Svetlana V. Nikitina; Vyacheslav I. Trefilov, Experimental investigation of Kumakhov lens with medium focal distances, Proc. SPIE "Kumakhov Optics and Application", Vol. 4155, p. 415502-1-415502-8 (2000).

10. Carolyn A. MacDonald, Focusing Polycapillary Optics and Their Applications, X-Ray Optics and Instrumentation, Vol. 2010, Article ID 867049, 17 pages (2010) [http://dx.doi.org/10.1155/2010/867049].

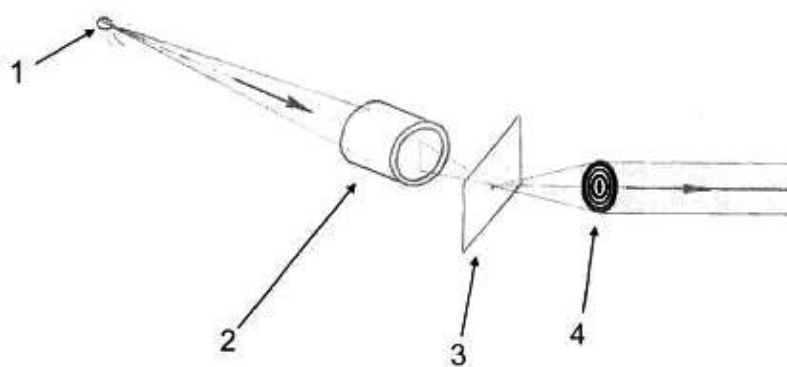
11. Н.Ф. Лосев Количественный рентгеноспектральный анализ. - М.: "Наука", ГИФМЛ, 1969. - 336 с.

# ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 10 1. Пристрій монохроматизації рентгенівського випромінювання широкосмугового джерела, що містить вузол колімації і монохроматизуючий вузол, який **відрізняється** тим, що монохроматизуючий вузол містить флуоресцентну мішень і конденсор.
2. Пристрій за п. 1, який **відрізняється** тим, що флуоресцентна мішень складається із змінного набору пластин, які містять чисті хімічні елементи, сплави або хімічні сполуки.
- 15 3. Пристрій за п. 2, який **відрізняється** тим, що пластини мають товщину 0,1-1,0 мм.
4. Пристрій за п. 1, який **відрізняється** тим, що конденсор є зонною пластинкою, полікапілярною лінзою або фокусуючим дзеркалом.
5. Пристрій за п. 1, який **відрізняється** тим, що вузол колімації є полікапілярною лінзою або фокусуючим дзеркалом.



Фіг. 1



Фіг. 2

Комп'ютерна верстка Г. Паяльніков

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601