УДК 537.531

ГЕНЕРАЦИЯ ПАРАМЕТРИЧЕСКОГО РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ИЗ УЛЬТРАДИСПЕРСНОГО ПОРОШКА ЖЖЕНОЙ МАГНЕЗИИ

И. А. Кищин^{1,2}, Е. Ю. Киданова¹, А. С. Кубанкин^{1,2}, Р. М. Нажмудинов^{1,2}, В. С. Сотникова^{1,3}, В. И. Алексеев², А. Н. Елисеев²

В работе впервые зафиксировано параметрическое рентгеновское излучение из оксидного двухсоставного порошка и показано соответствие спектральных пиков кинематической теории параметрического рентгеновского излучения. Измерения спектров параметрического рентгеновского излучения выполнены при взаимодействии пучка электронов энергией 7 МэВ с порошками жженой магнезии (MgO). Полученные результаты показывают возможность идентификации параметров структуры оксидных двухсоставных порошков на основе анализа измеренных спектров параметрического рентгеновского излучения.

Ключевые слова: параметрическое рентгеновское излучение, релятивистские электроны, порошковые мишени, рентгеноструктурный анализ.

Введение. Тематика взаимодействия пучков ускоренных заряженных частиц с веществом интересна по многим причинам, прежде всего, из-за возможных различных приложений, например, таких как генерация различного вида излучений или разработка инструментов для исследования вещества. К настоящему времени известно множество механизмов генерации излучения, реализующихся при взаимодействии ускоренных заряженных частиц с веществом, из которых в рамках выполняемого в настоящей работе исследования отдельно стоит выделить когерентные механизмы генерации рентгенов-

¹ Белгородский государственный национальный исследовательский университет (НИУ БелГУ), 308015 Россия, Белгород, ул. Победы, 85.

 $^{^2}$ ФИАН, 119991 Россия, Москва, Ленинский пр-т, 53; e-mail: ivan.kishin@mail.ru.

³ Белгородский технологический университет имени В. Г. Шухова (БГТУ), 308012 Россия, Белгород, ул. Костюкова, 46.

ского излучения, спектрально-угловые характеристики которых определяются параметрами атомной и кластерной структуры вещества. Данная особенность позволяет решить обратную задачу – определить характеристики атомной и кластерной структуры вещества на основе измерения спектров генерирующегося излучения. В данном случае стоит отметить аналогию с методами рентгеноструктурного анализа, использующими в качестве зондирующего излучения рентгеновское излучение с широким спектром. Параметрическое рентгеновское излучение (ПРИ), изучаемое в настоящей работе, является когерентным излучением, образующимся в результате когерентного отклика среды, в которой движется заряженная частица, что делает зависимым спектр данного вида излучения от атомной и кластерной структуры среды.

ПРИ изучается с конца XX века и в первых работах в качестве мишеней рассматривались монокристаллы [1–3]. В первую очередь интерес к данной тематике определялся новыми возможностями генерации направленного монохроматического рентгеновского излучения. Затем была предложена возможность генерации ПРИ в поликристаллах [4], которая была реализована в экспериментальных работах [5, 6]. В данном направлении исследований основной целью стало выяснение возможности разработки нового метода диагностики атомной структуры конденсированных сред с частично упорядоченной атомной структурой. В рамках выполненных работ была успешно показана возможность идентификации атомной структуры односоставных поликристаллических сред на основе анализа спектров ПРИ. Данное направление нашло продолжение в изучении свойств ПРИ, генерирующегося в порошковых мишенях [7], особенностью которых является отсутствие преимущественной ориентации зерен. Эксперименты были успешно реализованы с мишенями, состоящими из порошков вольфрама со средним размером зерен 0.8–1.7 мкм [8, 9], с порошками алмаза с размерами зерен от 0.3 до 60 мкм [10] и с порошками платины со средним размером зерен менее 10 нм [11].

Настоящая работа является продолжением экспериментальных исследований генерации ПРИ в нанодисперсных порошках. В работе впервые показана возможность генерации ПРИ в двухсоставном оксидном порошке. Наблюдения выполнены в геометрии, когда излучение распространяется в направлении, обратном движению электронов [12, 13]. Впервые показана применимость кинематической теории ПРИ для поликристаллических сред [14] не только к металлическим порошкам, но и к более сложным оксидным соединениям.

Экспериментальная установка и порошковая мишень. Экспериментальная часть работы была выполнена в ОФВЭ ФИАН на ускорительном комплексе "Пахра" на установке "Рентген 1", предназначенной для проведения низкофоновых исследований взаимодействия излучения с веществом [15]. Источником релятивистских электронов является микротрон с энергией ускоренных электронов 7 МэВ, с частотой следования импульса 50 Гц и продолжительностью импульса 4 мкс. Схема установки и геометрия эксперимента представлены на рис. 1(а), фотография мишенной камеры и фотонных каналов – на рис. 1(б).



Рис. 1: (а) Экспериментальная установка "Рентген 1": 1 – пара квадрупольных линз, 2 – поворотный магнит, 3 – магнитный корректор Y, 4 – цилиндр Фарадея, 5 – пропорциональная камера, 6 – полупроводниковые детекторы, 7 – мишень, 8 – гониометр, 9 – мишенная вакуумная камера, 10 – свинцовая защита, 11 – магнитный фильтр заряженных частиц, 12 – веб камера; (б) Фотография установки "Рентген 1": А и Б – фотонные каналы под 180° и 150°, М – мишенная камера, ПК – пропорциональная камера.

Форма и размер электронного пучка формировались парой квадрупольных линз (1), с помощью поворотного магнита производился контроль по горизонтали (2), с помощью магнитного корректора Y (3) – контроль по вертикали. Ток пучка измерялся цилиндром Фарадея (4), установленным на платформе линейного перемещения, что позволяло отодвигать его от электронного луча во время измерения ПРИ, чтобы не создавать дополнительный фон от конструкционных элементов цилиндра. На сетку вторичного электронного подавителя цилиндра подавалось напряжение 300 В, таким образом ток пучка измерялся с высокой точностью и составлял от 1 до 10 нА. Положение и форма пучка электронов определялась газонаполненной пропорциональной камерой (5), для увеличения числа зерен, участвующих в процессе излучения, магнитооптическая система была настроена на пучок электронов диаметром 10 мм с начальной расходимостью менее 15 мрад.

Излучение регистрировалось полупроводниковыми дрейфовыми детекторами (6) фирмы Amptek X-123 SDD и FAST SDD, установленными в фотонные каналы под углами наблюдения θ Б – 150° и A – 180° относительно скорости движения электронов. Фотонные каналы жестко коллимировались, телесные углы составляли 1.43 · 10⁻⁶ ср для 150° и 3.7 · 10⁻⁶ ср для 180°. Энергетическое разрешение детекторов в условиях эксперимента составляло 146 эВ для X-123 и 154 эВ для FAST SDD при энергии 5.9 кэВ. Энергетическое разрешение определялось во время калибровки детекторов по линиям характеристического рентгеновского излучения (ХРИ) калибровочных мишеней (кремний, титан, никель и платина). Эффективность регистрации детекторов в диапазоне энергий от 2 до 10 кэВ составляет более 80%.

Мишень изготавливается следующим образом: в рамке из ПММА (метилметакрилата) толщиной 1 мм было сделано прямоугольное отверстие размером 23 мм×9 мм. Одна



Рис. 2: (a) снимок на РЭМ порошка MgO; (б) гистограмма размера частиц порошка MgO, для определения использовали 100 частиц.

сторона отверстия была покрыта майларовой фольгой толщиной 20 мкм (биаксиальноориентированный полиэтилентерефталат BoPET), порошок просеивался в полость, заполняя все доступное пространство, затем порошок покрывался второй майларовой пленкой толщиной 20 мкм. Далее мишень (7) устанавливалась в гониометр (8), который в свою очередь был установлен в мишенную вакуумную камеру (9), с его помощью контролировались ориентация и положение мишени. Наполнителем мишени являлась жженая магнезия MgO с чистотой 99.8%, с примесями Fe_2O_3 не более 0.1% и с SiO₂ не более 0.1%. Порошок представлял собой индивидуальные частицы преимущественно сферической формы со средним размером 71.63 нм. Размер кристаллитов был определен с помощью методов РЭМ и проведен статистический анализ размерности нанодисперсных порошков. На частицах на рис. 2(а) проставлены размеры, которые учитывались при обработке результатов, представленных на рис. 2(б).

Порошок жженой магнезии был выбран из-за следующих свойств: средний размер зерна менее 100 нм, состоит из легких элементов, что позволило наблюдать более сильный сигнал за счет малого поглощения излучения внутри мишени; в составе порошка нет примесей тяжелых элементов, что позволило наблюдать более чистый сигнал (энергия ХРИ магния К линий от 1.25 до 1.3 кэВ, кислорода $K_{\alpha} = 0.525$ кэВ); обладает гранецентрированной кубической решеткой (ГЦК), это позволило наблюдать большое количество рефлексов ПРИ в области от 2 до 6 кэВ.

Рабочее давление в мишенной камере не превышало 10⁻⁵ Торр.

Таблица 1

Плоскость	Энергия пика, кэВ	
	Угол наблюдения 150°	Угол наблюдения 180°
111	2.639	2.549
200	3.047	2.944
2 2 0	4.310	4.163
311	5.054	4.881
2 2 2	5.278	5.098
400	6.095	5.887

Расчетные положения пиков ПРИ для углов наблюдения 150° и 180°

Результаты и обсуждения. Удалось зафиксировать излучение от кристаллографических плоскостей (111), (200), (220), (311), (222) и (400), которые совпадают по энергии с расчетными значениями, представленными в табл. 1. Рефлексы от плоскостей (311) и

(222) имеют близкую энергию, поэтому детектор не смог разделить пики от этих плоскостей. Выходы ПРИ от плоскостей (111) и (400) имеют низкую интенсивность, также энергия пиков ПРИ лежит в области ХРИ хлора $K_{\alpha} = 2.6$ кэВ, марганца $K_{\alpha} = 5.9$ кэВ и железа $K_{\alpha} = 6.4$ кэВ, которые могли образовываться в мишени и от конструкционных элементов камеры.



Рис. 3: Сравнение экспериментальных данных с расчетными теоретическими значениями для порошка жженой магнезии. Квадраты – экспериментальные данные для угла наблюдения 150°, круги – экспериментальные данные для угла наблюдения 180°, сплошные кривые – теоретические расчеты по кинематической теории ПРИ.

На рис. 3 приведено сопоставление полученных спектров ПРИ с теоретическими расчетами по кинематической теории ПРИ для поликристаллических сред; наблюдается хорошее согласие по форме, положению и интенсивности пиков. Для расчетов значения структурных факторов для MgO были взяты из работы Jean-Michel Gillet et al. [16]. Теоретическая кривая рассчитана с учетом энергетического разрешения детектора, определенного в условиях эксперимента, ослабления сигнала ПРИ в мишени, майларовой фольги, покрывающей порошок, и бериллиевого окна детектора.

Как видно из рис. 3, ПРИ имеет только два явно выраженных пика от плоскостей (200) и (220), это связано со значениями структурного фактора MgO. Например, в работах с металлическими порошками [8–11] наблюдали ярко выраженные пики от четырех и более плоскостей.

Выводы. В работе впервые показана возможность генерации ПРИ в двухсоставном оксидном порошке. Получено хорошее согласие кинематической теории ПРИ и экспериментальных данных для порошков оксида магния по форме, положению и относительной интенсивности спектральных пиков. Таким образом показано, что кинематическая теория ПРИ работает как для металлических мишеней с микронным и наноразмерным размером зерен, так и для оксидных мишеней с наноразмерным размером зерен.

Работа выполнена при финансовой поддержке конкурсной части госзадания по созданию и развитию лабораторий, проект № FZWG-2020-0032 (2019-1569) и с использованием оборудования ЦКП ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" при поддержке Минобрнауки РФ (проект RFMEFI62119X0035).

ЛИТЕРАТУРА

- M. L. Ter-Mikaelian, High-energy electromagnetic processes in condensed media. No. 29. John Wiley & Sons (1972).
- [2] V. G. Baryshevsky, I. D. Feranchuk, A. P. Ulyanenkov, Springer Tracts in Modern Physics 213(24), 182 (2005). DOI: 10.1007/10983478_3.
- [3] A. P. Potylitsyn, Parametric X-ray Radiation BT Electromagnetic Radiation of Electrons in Periodic Structures. Ed. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, pp. 105–133. (2011). DOI: 10.1007/978-3-642-19248-7_1.
- [4] N. N. Nasonov, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms 145(1-2), 19 (1998). DOI: 10.1016/s0168-583x(98)00275-4.
- [5] V. I. Alekseev, A. N. Eliseev, E. F. Irribarra, et al., Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms 342, 47 (2015). DOI: 10.1016/j.nimb.2014.09.009.
- [6] S. V. Blazhevich, A. S. Chepurnov, V. K. Grishin, et al., Physics Letters, Section A: General, Atomic and Solid State Physics 254(3–4), 230 (1999). DOI: 10.1016/s0375-9601(99)00056-0.

- [7] А. С. Кубанкин, И. А. Кищин, А. С. Клюев и др., Патент на полезную модель № 199118 от 20.05.2020, опубликован 17.09.2020.
- [8] V. I. Alekseev, A. N. Eliseyev, E. Irribarra, et al., Physics Letters, Section A: General, Atomic and Solid State Physics 383(8), 770 (2019). DOI: 10.1016/j.physleta.2018.11.044.
- [9] V. I. Alekseev, A. N. Eliseyev, E. Irribarra, et al., Journal of Instrumentation 15(3), C03009 (2020). DOI: 10.1088/1748-0221/15/03/C03009.
- [10] В. И. Алексеев, А. Н. Елисеев, И. А. Кищин и др., Краткие сообщения по физике ФИАН 48(2), 9 (2021). DOI: 10.3103/S1068335621020056.
- [11] V. I. Alekseev A. N. Eliseyev, E. Irribarra, et al., Radiation Physics and Chemistry 22, 110497 (2022). DOI: 10.2139/ssrn.4144546.
- [12] V. I. Alexeyev, A. N. Eliseyev, E. Irribarra, et al., Physics Letters, Section A: General, Atomic and Solid State Physics 380(36), 2893 (2016). DOI: 10.1016/j.physleta.2016.06.055.
- [13] V. I. Alekseev, A. N. Eliseyev, E. Irribarra, et al., Physics Letters, Section A: General, Atomic and Solid State Physics 382(7), 503 (2018). DOI: 10.1016/j.physleta.2017.12.038.
- [14] V. A. Astapenko, N. N. Nasonov, P. N. Zhukova, Journal of Physics B: Atomic, Molecular and Optical Physics 40(7), 1337 (2007). DOI: 10.1088/0953-4075/40/7/003.
- [15] В. И. Алексеев, В. А. Астапенко, А. Н. Елисеев и др., Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, № 7, 13 (2017). DOI: 10.1134/S1027451017040036.
- [16] J. M. Gillet, P. Cortona, Physical review B 60(12), 1999-II (1999). DOI: 10.1103/PhysRevB.60.8569.

Поступила в редакцию 15 сентября 2022 г.

После доработки 15 октября 2022 г.

Принята к публикации 17 октября 2022 г.