

КОГЕРЕНТНОЕ ТОРМОЗНОЕ И ПАРАМЕТРИЧЕСКОЕ РЕНТГЕНОВСКОЕ ИЗЛУЧЕНИЕ НЕРЕЛЯТИВИСТСКИХ ЭЛЕКТРОНОВ (КТПРИ)

**В. Г. Барышевский, К. Г. Батраков, А. О. Грубич, А. А. Гуринович,
А. С. Лобко, А. А. Ровба, П. Ф. Сафронов, В. И. Столярский,
Б. А. Тарнопольский, А. П. Ульяненок*, И. Д. Феранчук****

1. Рентгеновское излучение нерелятивистских электронов в кристаллах

При уменьшении энергий электронов от релятивистских в область порядка десятков-сотен кэВ интерференция излучаемого ими в кристаллических мишенях параметрического рентгеновского излучения (ПРИ) и когерентного тормозного излучения (КТИ) становится все более существенной, в результате чего формируется суммарное когерентное рентгеновское излучение [1]. Поскольку его нельзя экспериментально разделить на компоненты, ниже будем называть его КТИ и ПРИ нерелятивистских электронов (КТПРИ). Действительно (см. рис. 1, а), в случае излучения релятивистских частиц, проходящих через кристалл, фоновое излучение, обусловленное иными, чем ПРИ, механизмами генерации (некогерентное и когерентное тормозное излучения, переходное излучение), сосредотачивается в узком конусе с раствором $\Delta\theta \sim \gamma^{-1} = mc^2/E$ в направлении движения пучка частиц. Квазимонохроматическое же излучение, возникающее в направлениях, определяемых брэгговскими углами, генерируется только по механизму ПРИ. В результате процесс излучения в рефлекс виртуально свободен от фона и поэтому может быть зарегистрирован даже детектором с низким спектральным разрешением.

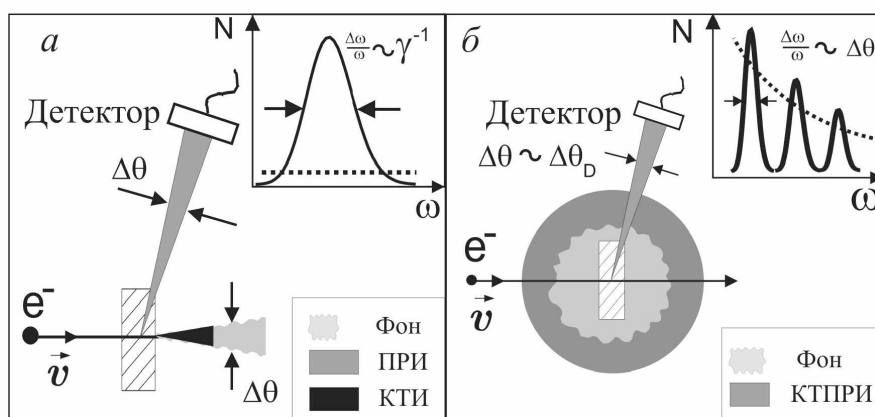


Рис. 1. Пространственные распределения интенсивности рентгеновского излучения для релятивистских (а) и нерелятивистских (б) электронов. На вставках показана спектральная структура пиков

* Bruker AXS, Germany.

** Физический факультет БГУ.

В случае нерелятивистских электронов угловое распределение фонового излучения становится практически изотропным (рис. 1, б). Вследствие этого рефлексы излучения, обусловленные когерентными эффектами, будут наблюдаться в присутствии интенсивного пространственно-однородного фона, а форма их спектров во многом будет определяться спектральным разрешением детектора и его угловой апертурой. Таким образом, экспериментальное исследование когерентного рентгеновского излучения нерелятивистских электронов принципиально возможно только с помощью коллимированных («точечных») детекторов с высоким спектральным разрешением.

Первые известные эксперименты по исследованию излучения нерелятивистских электронов в кристаллах были посвящены изучению когерентного тормозного рентгеновского излучения от нерелятивистских электронов и проводились с использованием в качестве источника пучка электронного микроскопа на мишени из LiF [2]. Невысокое разрешение системы регистрации на базе пропорционального счетчика (~17 % на 6 кэВ) позволило тем не менее зарегистрировать спектры КТПРИ благодаря в первую очередь использованию в качестве мишени весьма тонкой (~500–1000 Å) кристаллической пленки из LiF.

Позднее рентгеновское излучение нерелятивистских электронов в кристаллах достаточно подробно исследовалось с помощью полупроводниковых детекторов [3–5], которые обеспечивали более высокое разрешение, чем пропорциональный счетчик в [2]. Несмотря на повышение технического уровня измерений, результаты этих экспериментов не были интерпретированы количественно, так как их авторы при описании учитывали только механизм КТИ. Появление теории [1, 6, 7], в которой была введена модель КТПРИ, позволило более адекватно описать излучение нерелятивистских электронов в кристаллических мишенях и провести количественную интерпретацию нескольких ранних экспериментов.

Однако уже в первом эксперименте [2] были качественно установлены некоторые характерные особенности КТПРИ:

- зависимость положения (частоты) пиков от энергии электронов;
- зависимость частоты излучения от угла ориентации мишени;
- возникновение нескольких пиков, соответствующих различным порядкам отражения;
- уширение пиков в зависимости от структурного совершенства мишени.

Наиболее подробное и всестороннее исследование КТПРИ из известных до настоящего времени экспериментов представлено в работе [3]. Были установлены зависимости параметров излучения от энергии пучка в диапазоне 60–120 кэВ, углов ориентации мишеней из различных материалов (медь, железо, никель, кремний, алюминий и Ni₃Al) относительно оси пучка, детекторов (характерное энергетическое разрешение ~150 эВ) относительно мишеней, а также толщины и температуры мишени. Из результатов измерений в частности следует, что из всех экспериментальных требований для генерации КТПРИ наиболее существенным является условие использования весьма тонкой (100–300 нм) кристаллической мишени высокой степени совершенства. Учитывая, что ее площадь должна быть достаточно велика для обеспечения работы с большим

током пучка и реализации упомянутой выше возможности получения достаточно высокого выхода монохроматического рентгеновского излучения, создание таких мишеней представляет собой непростую технологическую проблему.

2. Характеристики КТПРИ нерелятивистских электронов

Теория КТПРИ детально изложена в [1, 7–9]. Рассмотрим подробнее существенные особенности излучения, которые определяют требования к условиям его экспериментального наблюдения, следуя в основном [8, 9].

Качественно особенности КТПРИ можно объяснить с привлечением концепции псевдофотонов. В рамках этого подхода любой механизм излучения может рассматриваться как конвертор псевдофотонов в реальные фотоны, испускаемые в спектральном интервале, зависящем от типа взаимодействия заряженной частицы и внешнего поля. В этом случае универсальная оценка спектрально-углового распределения фотонов, генерируемых электронным пучком в единицу времени при взаимодействии с веществом или внешним полем, выглядит следующим образом:

$$\frac{\partial^2 N_s}{\partial \omega \partial \vec{n}} \simeq \frac{\alpha}{4\pi c^4} (\vec{e}_s \vec{v})^2 R(\omega, \vec{n}, E) L_{coh}^2(\omega, \vec{n}, E) \omega \frac{I}{e}. \quad (1)$$

Здесь α – постоянная тонкой структуры; \vec{e}_s – вектор поляризации фотона с частотой ω ; \vec{n} – единичный вектор, определяющий направление испускания фотона; I – количество электронов с энергией E и скоростью \vec{v} , прошедших через область взаимодействия в единицу времени.

Безразмерный коэффициент $R(\omega, \vec{n}, E)$ определяет вероятность трансформации псевдофотона в реальный фотон с волновым вектором $\vec{k} = \omega \vec{n}$. Величина этой вероятности зависит от механизма излучения и удовлетворяет неравенству

$$R(\omega, \vec{n}, E) \leq 1. \quad (2)$$

Когерентная длина L_{coh} определяется кинематикой взаимодействия между электроном и полем излучения и по значению может быть оценена как наименьший из следующих параметров:

$$L_{coh} = \min \left\{ L, L_a = \frac{2}{\omega \varepsilon^n}, L_{el} = [p_z - p_{fz} - k_z]^{-1} \equiv q_z^{-1} \right\}, \quad (3)$$

где $q_z = p_z - p_{fz} - k_z$ – проекция переданного импульса на направление скорости электрона; \vec{p} и $\vec{p}_f(E_f)$ – импульс электрона в начальном и конечном состояниях; $E_f = E - \hbar\omega$; L – толщина мишени вдоль траектории электрона.

При условии $\omega \ll E$ параметр L_{el} равен

$$L_{el} \simeq \frac{1}{\omega [1 - (\vec{v}\vec{n}) \varepsilon'/c]},$$

$$L_{el} \approx \frac{2}{\omega [2(1-\varepsilon') + \gamma^2]}, \text{ если } \gamma = \frac{E}{mc^2} \gg 1. \quad (4)$$

В (3) – (4) ε' и ε'' – действительная и мнимая части коэффициента преломления среды. Физический смысл L_{coh} заключается в том, что это длина пути электрона в веществе, на котором испущенные фотоны являются когерентными.

Выражение (1) показывает, что при постоянной энергии электрона отношение интенсивностей различных излучательных механизмов определяется коэффициентами преобразования (2) и когерентной длиной. Для излучения Вавилова – Черенкова L_{coh} достигает максимального значения при условии $q_z = 0$ и внутри спектрального интервала, удовлетворяющего неравенству $\varepsilon' > 1$. Для ПРИ значение $R(\omega, \vec{n}, E)$ равно коэффициенту брэгговского отражения от кристаллографических плоскостей и оно стремится к единице для фотонов с вектором \vec{k} , лежащим вблизи сферы Эвальда. Таким образом, максимальная интенсивность ПРИ соответствует случаю, когда условие дифракции Брэгга

$$(\vec{k} + \vec{\tau})^2 = k^2 \quad (5)$$

выполняется одновременно с условием Вавилова – Черенкова

$$p_z - p_{fz} - k_z = 0. \quad (6)$$

Такая ситуация возможна для релятивистских частиц с энергией $E \gg m$, причем для электрона эта энергия должна быть больше чем ~50 МэВ [10].

Если (6) не выполняется точно, но условие $\gamma \gg 1$ еще действительно, величина L_{el} пропорциональна γ^2 , а величина $(\vec{e}_s \vec{v})$ пропорциональна характерному углу вылета фотонов $\Delta\theta \sim 1/\gamma$. В целом спектральная плотность излучения будет зависеть от энергии частицы следующим образом:

$$\frac{\partial^2 N}{\partial \omega \partial \vec{n}} \sim E^2. \quad (7)$$

В работе [11] была сделана попытка подтвердить эту зависимость экспериментально в диапазоне энергий пучка 5–20 МэВ, но выполненная там аппроксимация параболой всего через три полученные точки выглядит не вполне убедительно.

При понижении энергии пучка от привычных по экспериментам с ПРИ десятков и сотен МэВ до, к примеру, характерных для рентгеновских трубок 100 кэВ, квантовый выход излучения уменьшится в $\sim 10^6$ раз по сравнению с максимально достижимым значением. Однако это уменьшение может быть скомпенсировано значительным увеличением тока, достижимым в низковольтных установках, по сравнению с ускорителями на высокие энергии.

Еще одним отличительным свойством КТПРИ является его угловое распределение, что налагает особые требования на схему детектирования. Как уже

упоминалось в п. 1, в случае нерелятивистских электронов угловые распределения всех типов излучения становятся практически изотропными (рис.1). Пики КТПРИ «тонут» в фоне тормозного излучения и поэтому принципиально могут быть зарегистрированы только детектором с высоким спектральным и угловым разрешением.

Существенным фактором, влияющим на экспериментальную наблюдаемость КТПРИ, также остается многократное рассеяние. Поскольку заряженные частицы при прохождении через мишень испытывают упругие и неупругие столкновения, угловое и энергетическое распределения электронов в пучке будут меняться. Влияние рассеяния электронов на характеристики КТПРИ станет заметным, если либо полуширина распределения скорости $\Delta v/v$ или полуширина углового распределения электронов в пучке $\Delta \vartheta$ станет равной или большей полуширины спектральной линии излучения $1/kL$, где k – волновой вектор испущенного фотона, L – длина пути электрона в мишени. Оценки влияния многократного и неупругого рассеяния, выполненные для нескольких типов кристаллов в широком диапазоне частот излучения, дали достаточно жесткие требования на величину толщины мишени и параметры электронного пучка. Установлено, что для наблюдения КТПРИ толщина кристаллической мишени не должна превышать значения ~ 0.5 мкм, энергия пучка должна быть не менее 50–60 кэВ и начальные разбросы по энергии и углам должны быть не более 0.01.

Влияние многократного рассеяния на регистрируемые спектры можно несколько снизить, если регистрировать излучение под скользящим углом $\psi \ll 1$ относительно поверхности мишени. В этом случае будут регистрироваться только фотоны, испущенные на пути $\sim \psi L_a$, где L_a – длина поглощения. Таким образом, в спектрах будет фиксироваться только излучение, испущенное на начальной (с малой дисперсией в силу $\overline{\theta_s^2} \sim L$) части траектории пучка в мишени.

Фотоны КТПРИ излучаются во всех направлениях, их частота зависит как от угла θ_0 между скоростью электронов и системой кристаллографических плоскостей, так и от угла наблюдения φ между скоростью электронов \vec{v} и направлением наблюдения:

$$\omega_n(\theta) = \frac{2\pi v \cos \theta_0}{d \left(1 - \frac{v}{c} \cos \varphi\right)} n, \quad n = 1, 2, \dots, \quad (8)$$

где d – межплоскостное расстояние; c – скорость света.

Спектр КТПРИ состоит из набора гармоник со спектральными ширинами, определяемыми помимо толщины мишени L (собственная ширина), угловым разрешением детектора $\Delta \theta_D$ и углом многократного рассеяния электронов θ_s :

$$\frac{\Delta \omega}{\omega_n} \approx \left[\left(\frac{v}{L \omega_n(\theta)} \right)^2 + \frac{v^2 \cos^2 \theta}{c^2 \left(1 - \frac{v}{c} \cos \theta\right)} \Delta \theta_D^2 + K^2 \overline{\theta_s^2} \right]^{1/2}, \quad (9)$$

$$K = \left| \vec{\tau}_\perp \left(1 - \frac{\vec{v}\vec{n}}{c} \right) + \vec{n}_\perp \frac{\vec{v}\vec{\tau}}{c} \right|.$$

Фактор K определяется геометрией эксперимента, \vec{n} – нормаль к поверхности мишени. Правильный выбор расположения детектора, его оптимальной коллимации и ориентации кристалла позволяет минимизировать значение геометрического фактора K . Например, регистрация КТПРИ в направлении $\varphi \sim \pi/2$ детектором с угловой шириной $\Delta\theta_d < (\omega_n L/c)^{-1/2}$ позволит получить минимальную (близкую к естественной) спектральную ширину.

Известно, что среднеквадратический угол многократного рассеяния может быть выражен как $\overline{\theta_s^2}(L) \approx \frac{E_s^2}{E^2} \frac{L}{L_{rad}}$, где $E_s \approx 21$ МэВ, E – энергия электронов, выраженная в МэВ, и L_{rad} – радиационная длина вещества мишени. Когда $\theta_s > c/\omega_n L$, ширина линии КТПРИ определяется в основном многократным рассеянием. Напомним, что амплитуда гауссиана N_m соотносится с его интегральной интенсивностью N_0 как $N_m \sim N_0 / \Delta\omega$, поэтому увеличение угла многократного рассеяния приводит не только к уширению спектральной линии, но и к уменьшению ее амплитуды, что ухудшает условия ее регистрации при наличии интенсивного фона. Простая оценка показывает, что ширина линии КТПРИ излучаемого, например, электронами с энергией 100 кэВ в кремниевой ($L_{rad} = 10.32$ см) мишени толщиной 50 нм будет равна

$$\frac{\Delta\omega}{\omega} = \sqrt{\overline{\theta_s^2}} \approx \frac{E_s}{E} \sqrt{\frac{L}{L_{rad}}} \approx 0.14,$$

что сравнимо со спектральным разрешением современных рентгеновских Si(Li) детекторов. Пик излучения в мишени толщиной 500 нм будет приблизительно в три раза шире, поэтому отношение сигнал/фон будет заметно меньше, чем для мишени толщиной 50 нм. Таким образом, толщина мишени является критическим параметром для экспериментов по наблюдению спектральных линий КТПРИ.

Возможность наблюдения эффекта детектором со спектральным разрешением $\Delta\omega/\omega$ можно оценить с помощью выражения для отношения интенсивностей КТПРИ и тормозного излучения [1]:

$$\eta \approx \frac{\rho}{\omega_n^3} \frac{6\pi^2 \nu}{\ln(137/Z^{1/3})} \frac{\omega_n}{\Delta\omega},$$

где ρ – концентрация рассеивателей.

Генерация КТПРИ в оптимальных условиях позволяет добиться максимальной яркости излучения. Количество монохроматических фотонов, испущенных в направлении \vec{n} внутри определенной спектральной линии, может быть рассчитано по формуле:

$$\frac{\partial N_n}{\partial \bar{n}} \approx \frac{e^2}{8\pi^2 \hbar c} \omega_n L \nu |g_\tau|^2. \quad (10)$$

Оценка яркости B с помощью (10) для рефлекса (111) монокристаллической медной фольги толщиной 10 мкм при энергии электронов 120 кэВ и среднем токе пучка $I(A)$ ($\omega \sim 2.0$ кэВ, $\Delta\omega/\omega = 10^{-5}$, $|g_\tau| \approx 3.1 \cdot 10^{-4}$) дает значение $B \approx 1.3 \cdot 10^9$ I(A) (фотон/с)/(мрад²) (на уровне 0.1 %).

Согласно оценкам [1, 9], эта яркость сравнима с яркостью излучения синхротрона второго поколения.

3. Установка для исследования КТПРИ

Результаты наших экспериментов по генерации КТПРИ нерелятивистскими электронами опубликованы в [12, 13].

Геометрия и схема экспериментов приведена на рис. 2. Для определенности показана геометрия Брэгга, но измерения также проводились и в геометрии Лауэ. Пучок электронов падает на поверхность тонкой кристаллической мишени вдоль оси Z . Угол θ_0 между осью Z и вектором обратной решетки мишени $\vec{\tau}$ устанавливается вращением мишени вокруг оси X . Угол наблюдения φ в нашем случае составляет примерно 90° относительно направления скорости электронов, что позволило уменьшить геометрический фактор, влияющий на ширину спектральной линии.

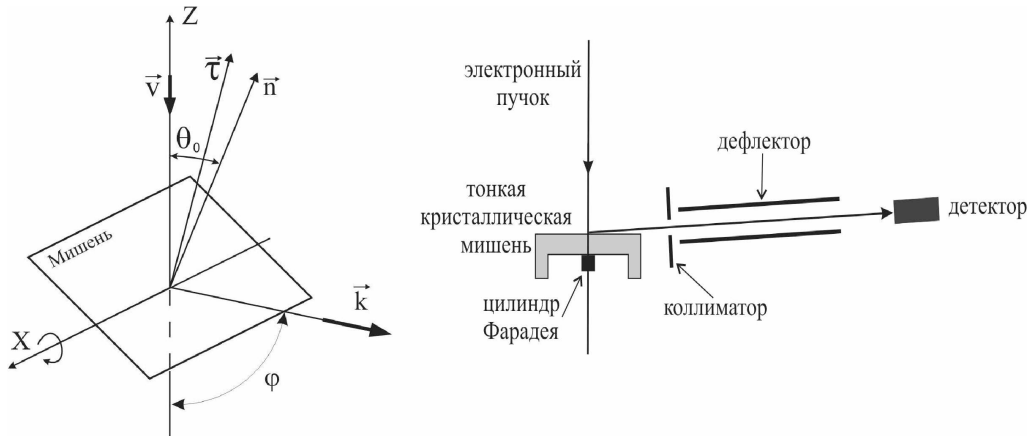


Рис. 2. Геометрия и схема эксперимента

Электронный пучок характеризуется следующими параметрами: энергия 50, 75, 100 кэВ; относительная нестабильность ускоряющего напряжения $2 \cdot 10^{-5}$. Дополнительно для снижения фона были установлены коллиматор и электростатический дефлектор электронов, находящийся под потенциалом ~ 5 кВ. Ток пучка измерялся цилиндром Фарадея, установленным за мишенью. Мишень фиксировалась на предметном столике, обеспечивающем линейные перемещения для

юстировки мишени относительно пучка и имеюшем возможность ее вращения вокруг осей Z и X .

Для регистрации рентгеновских фотонов КТПРИ применялись два Si(Li) полупроводниковых детектора с площадями чувствительной поверхности 20 мм^2 , что обеспечивало угловую апертуру, равную 0.2 мрад. Один из детекторов оборудован бериллиевым окном толщиной 20 мкм и имел термоэлектрическое охлаждение, второй детектор с полимерным окном толщиной $0,5 \text{ мкм}$ и охлаждением жидким азотом предназначен для работы с мягким рентгеновским излучением от $\sim 500 \text{ эВ}$. Энергетическое разрешение обоих детекторов, определенное по характеристической линии кремния $K_\alpha \sim 1.73 \text{ кэВ}$, составляло $\sim 160 \text{ эВ}$. Спектры накапливались 4096-канальным анализатором ORTEC 2056-C, после чего переносились в компьютер, где подвергались первичной обработке и интерпретации.

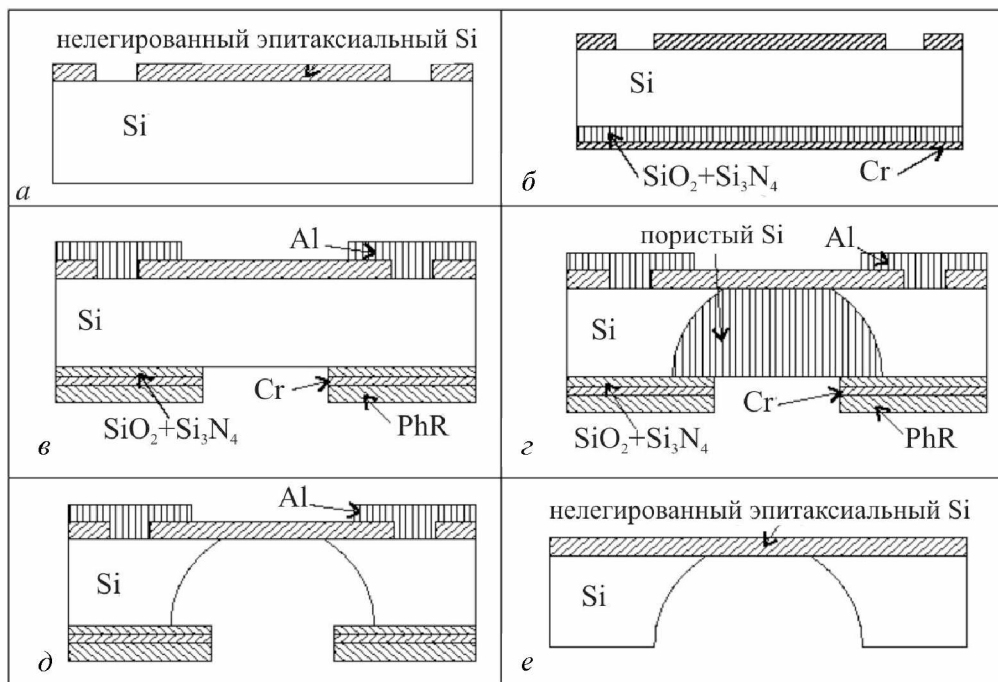


Рис. 3. Технологический маршрут изготовления кристаллических кремниевых мембран

Как уже упоминалось, необходимое условие для наблюдения КТПРИ при энергиях электронов 100 кэВ и менее – толщина кристаллической мишени $\leq 500 \text{ нм}$. Изготовление такой мишени в виде самоподдерживающейся мембраны потребовало создания специальной технологии. Рассмотрим кратко разработанный нами совместно с Минским НИИ радиоматериалов техпроцесс изготовления мишени и методику измерения ее толщины [14].

Мишень представляет собой кремниевый кристалл толщиной $\sim 200 \text{ мкм}$ размером $2 \times 2 \text{ мм}$, в котором изготавливается мембрана $\text{Ø}1.0 \text{ мм}$ и толщиной $\sim 0.5 \text{ мкм}$. Материал мембраны – слой нелегированного эпитаксиального крем-

ния толщиной $\sim 0.9\text{--}1.0$ мкм, нанесенный на подложку высоколегированного p^+ -кремния марки КДБ 0.01<100> диаметром 100 мм и толщиной ~ 470 мкм. Выбор такой структуры определяется использованным методом электрохимического травления, при котором нелегированный эпитаксиальный Si служит в качестве стоп-слоя.

Для проведения процесса электрохимического травления необходимо изготовить электрический контакт с пластиной через слой высокоомного эпитаксиального Si с планарной стороны и утончить подложку до ~ 200 мкм. Подложка утончается механической полировкой.

Для получения контакта планарная сторона закрывается химически стойким лаком со вскрытием области по контуру подложки. Затем вся пластина травится в травителе для Si на толщину эпитаксиального слоя ~ 1 мкм (рис. 3, а). После снятия лака и химической обработки на непланарную сторону наносится SiO_2 толщиной $\sim 0.3\text{--}0.4$ мкм, Si_3N_4 толщиной $\sim 0.15\text{--}0.2$ мкм и напыляется Cr толщиной ~ 0.05 мкм для адгезии фоторезиста (рис. 3, б). Затем на непланарной стороне проводится фотолитография мембраны. Электрический контакт к пластине создается напылением пленки Al толщиной ~ 0.5 мкм при $T \sim 180^\circ\text{C}$ по контуру подложки через маску (рис. 3, в).

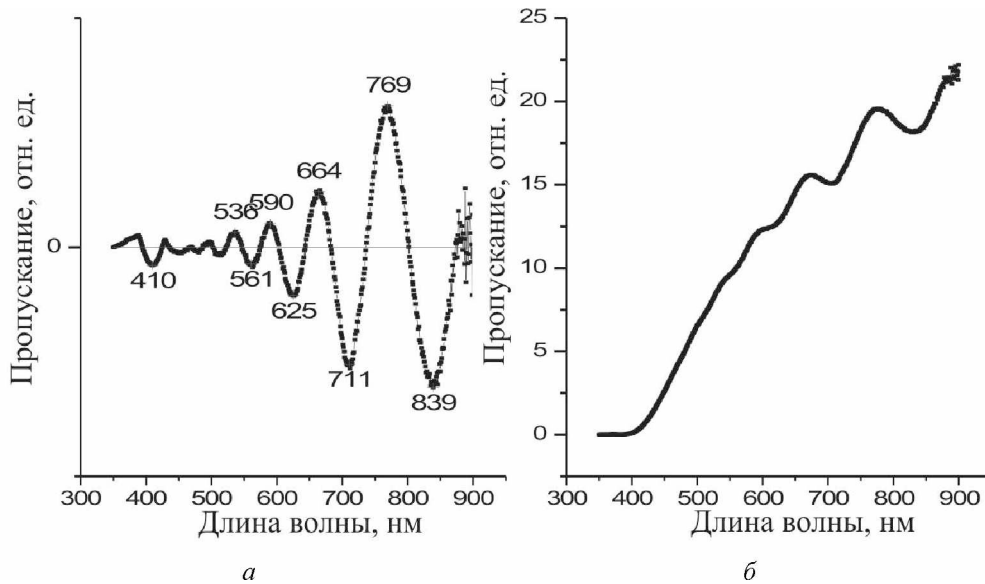


Рис. 4. Оптическое пропускание мембраны (а) и положения интерференционных максимумов (б)

Травление мембраны проводится в два этапа. На первом этапе выполняется электрохимическое пористое анодирование до эпитаксиального Si на глубину ~ 200 мкм в электролите $\text{HF}:\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}=4:1$ в течение ~ 120 мин при скорости ~ 1.8 мкм/мин. Контроль окончания процесса получения пористого Si производится по скачку потенциала $\sim 10\text{--}20\%$ при дотравливании до слоя высокоомного

эпитаксиального Si (рис. 3, *з*). После этого травление продолжается в течение дополнительного времени ~10 мин для выравнивания толщины пористого Si по всей поверхности подложки и утончения мембраны до ~0.5 мкм. Скорость травления высокоомного эпитаксиального Si незначительна и составляет ~50 нм/мин.

На втором этапе пористый Si травливается в растворе 1 % KOH в течение 30 мин (рис. 3, *д*). После травления пористого Si подложка извлекается из кассеты и производится снятие фоторезиста, Cr и Al в стандартных травителях. Диэлектрическая пленка SiO₂+Si₃N₄ снимается методом плазмохимического травления.

Разделение на кристаллы производится методом дисковой резки подложки, наклеенной с помощью нафталина на промежуточную кремниевую пластину. Готовые кристаллы с мембранами (рис. 3, *е*) получают при возгонке нафталина в термостате при $T \sim 110^\circ \text{C}$.

Толщина полученных мембран находится в диапазоне от 0.4 до 0.9 мкм, для получения более тонких мембран можно производить их утончение методом ионно-лучевого травления. Однако наш опыт показал, что ввиду их малой механической прочности, мишени в виде самоподдерживающихся мембран с толщинами менее 0.3 – 0.4 мкм получить крайне трудно.

Для оценки толщины мембран была разработана методика, основанная на измерении спектров оптического пропускания. Поскольку кремний толщиной порядка микрона и менее становится полупрозрачным в видимом свете, можно записать его спектр оптического пропускания (рис. 4, *а*). На спектре видны интерференционные максимумы, точное положение которых может быть получено после вычитания фоновой подложки (рис. 4, *б*). Комбинируя условия интерференции для соседних максимумов с учетом дисперсии кремния (~10 % в видимом диапазоне), можно получить следующее выражение для толщины плоско-параллельной пластинки:

$$d = \frac{\lambda_N \lambda_{N+1}}{2(n_{N+1} \lambda_N - n_N \lambda_{N+1})},$$

где n – коэффициент преломления; λ – длина волны в максимуме; индексы N и $N + 1$ относятся к значениям величин, взятых в соседних максимумах.

Данные по измерениям толщины нескольких образцов, взятых произвольным образом, приведены в таблице. Можно видеть, что разброс толщины составляет величину менее 5 %. Разработанная технология получения тонких мембран также может использоваться при изготовлении различных мембранных датчиков давления, концентрации и расхода газов, а также других изделий микромеханики.

Результаты измерения толщины кристаллических мишеней-мембран

Номер образца	1	2	3	4	5
Толщина, нм	520±2	514±3	505±25	495±17	467±25

4. Результаты экспериментов с КТПРИ

Из (8) следует, что частота излучения в определенный рефлекс КТПРИ меняется при варьировании:

- угла наблюдения φ ;
- угла ориентации кристалла θ_0 ;
- скорости электронов v , то есть энергии электронного пучка.

Таким образом, изменяя какой-либо из этих трех параметров, можно выделить переменные характеристики в спектрах и обнаружить линии КТПРИ среди других (характеристических) линий, не имеющих ориентационной зависимости.

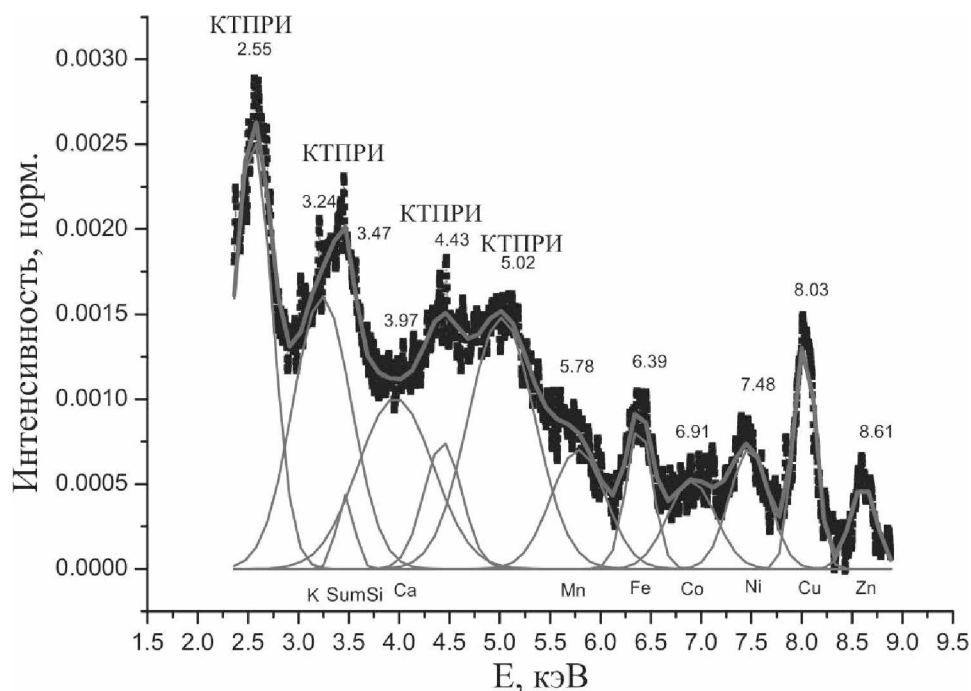


Рис. 5. Нормированный на максимум ХРИ кремния спектр излучения нерелятивистских электронов в тонкой кристаллической мишени с идентификацией пиков КТПРИ и характеристических линий

Эксперименты проводились нами в основном на мишенях с ориентацией базовой плоскости (111) и толщиной ~ 0.4 мкм. Измерения проводились при рабочих токах пучка от 40 до 150 нА. Выбор значения тока производился таким образом, чтобы скорость счета составляла величину порядка 3 кГц, что позволяло избежать искажений спектров из-за наложения импульсов. Характерное время накопления спектров составляло 5000 с. Усиление тракта регистрации было выбрано таким образом, чтобы детектировалось рентгеновское излучение в диапазоне < 10 кэВ. Первичная обработка спектров была достаточно стандартной и

включала в себя калибровку по энергии, полиномиальное сглаживание не приводящей к уширению пиков процедурой Savitzky – Golay [15], вычитание фоновой подложки и аппроксимацию спектральных пиков гауссианами (рис. 5).

Далее количественные характеристики спектральных пиков использовались для их идентификации либо в качестве характеристических по таблицам [16], либо в качестве пиков КТПРИ по формуле (8). Ввиду того, что пики в спектрах в основном имеют малую интенсивность и, кроме того, часто перекрываются друг с другом, их аппроксимация (фитирование) происходит не всегда вполне корректно. Это приводит к достоверному определению характеристик только наиболее интенсивных или достаточно изолированных пиков. Характеристические линии, регистрируемые в спектрах, имеют двойное происхождение: часть линий порождаются рентгеновской флюоресценцией конструкционных материалов колонны микроскопа и других внутренних элементов конструкции (в основном нержавеющая сталь и латунь), возбуждаемых рассеянными мишенью электронами пучка; другие пики – это характеристические линии материала мишени, а также примесей и загрязнений на ней. Укажем еще на присутствие в некоторых спектрах суммарного характеристического пика кремния ($\text{SumSi} \approx 3.46 \text{ кэВ}$), возникающего из-за случайного наложения импульсов в силу его интенсивности, большей на два порядка, чем интенсивности остальных линий в спектре.

На рисунках 6, 7 приведены фрагменты нормированных спектров КТПРИ, обработка которых показала, что частота пиков излучения зависит от энергии пучка в полном соответствии с формулой (8). В согласии с теорией меняется частота КТПРИ при вращении мишени вокруг оси X , то есть при изменении угла падения θ_0 (рис. 8) и изменении угла наблюдения φ (рис. 9). Сдвиги частоты КТПРИ составляют 100–350 эВ в зависимости от индекса пика. Нами также были получены линии мягкого рентгеновского излучения, перестраиваемые в диапазоне 850–950 эВ при варьировании угла падения (рис. 8, б).

Спектральные линии КТПРИ были соотнесены нами с соответствующими системами кристаллографических плоскостей. В реализованной геометрии генерации излучения отражения от кристаллографических плоскостей с одинаковой суммой индексов Миллера ($S = h+k+l$) имеют близкие частоты. Конечно же речь идет об отражениях, разрешенных симметрией решетки кремния, в частности, рефлекс с ($S = 6$) запрещен.

Таким образом, пики КТПРИ должны иметь тонкую структуру, расщепление в которой согласно расчетам должно увеличиваться с увеличением угла падения пучка на мишень. Например, при угле падения, равном 3° , расщепление должно быть порядка 0.2 кэВ, а при наклоне мишени в 10° оно уже может достигать значения 0.7 кэВ. На гармониках с $S = 7$ и 8 в спектрах такое расщепление уже вполне отчетливо видно (см. рис. 10, там же приведена моделированная кривая). Расщепление на гармониках с $S = 4$ и 5 плохо заметно ввиду недостаточного спектрального разрешения детектора.

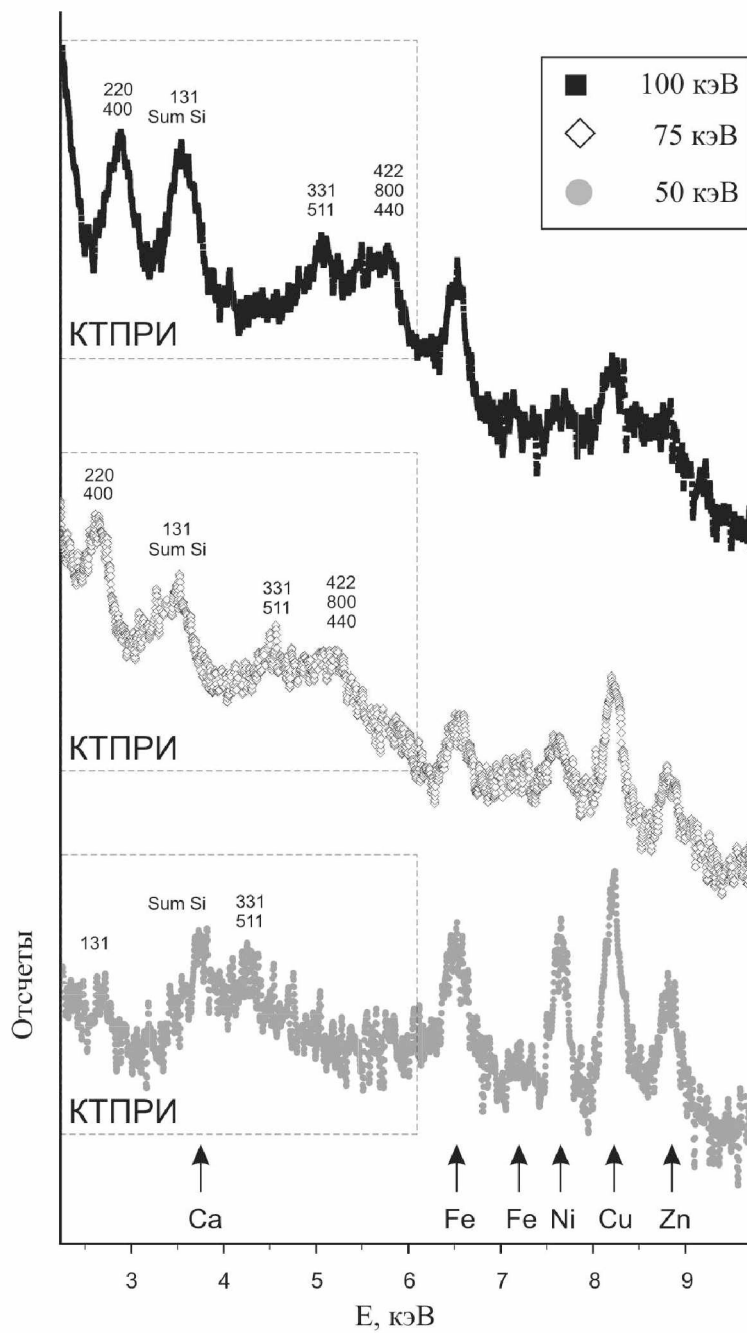


Рис. 6. Изменение частоты КТПРИ в геометрии Брэгга при варьировании энергии пучка электронов

Спектры моделировались на основе формулы из [1], описывающей спектрально-угловую плотность излучения (система единиц $h = c = 1$):

$$\frac{\partial^2 N_{n\omega}}{\partial \omega \partial \vec{n}} = \frac{4e^2}{3\pi} Z^2 \left(\frac{e^2}{m} \right)^2 \rho L \ln \left[\frac{137}{Z^{1/3}} \right] \frac{1}{\omega} +$$

$$+ \frac{e^2}{4\pi^2} \omega 2\pi \frac{L_a}{v} (1 - \exp\{-L/L_a\}) \sum_g \left| \vec{v} \vec{E}_g - \frac{e}{m} \frac{U_g}{(\vec{g}\vec{v})} \Omega \left[\vec{e}_s \vec{g} + (\vec{e}_s \vec{v}) \frac{(\vec{k}\vec{g})}{(\vec{g}\vec{v})} \right] \right|^2 \delta(\omega - \vec{k}_g \vec{v}),$$

где $\vec{E}_g = \frac{\chi_g}{k_g^2 - \omega^2} \left[\vec{k}_g (\vec{g}\vec{e}_s) - \frac{\omega^2}{c^2} \vec{e}_s \right]$, $\vec{k}_g = \vec{n}_k \omega + \vec{g}$, $\vec{k} = \vec{n}_k \omega$, U_g – фурье-компо-

нента кристаллического потенциала. Первый член этого выражения описывает тормозное излучение, а второй – КТПРИ.

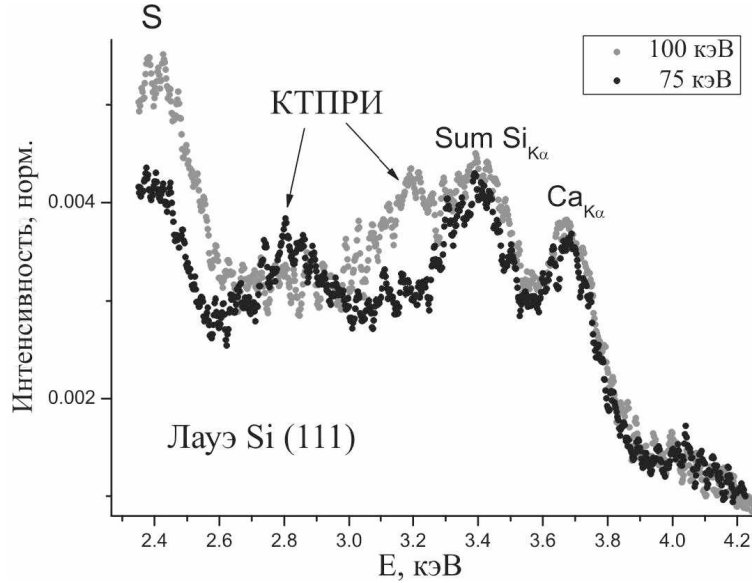


Рис. 7. Изменение частоты КТПРИ в геометрии Лауэ при варьировании энергии пучка электронов

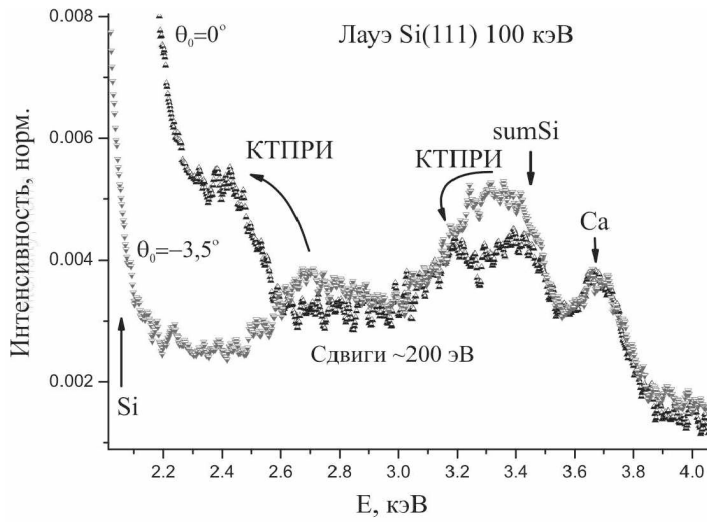
Количество рентгеновских фотонов, зарегистрированных детектором, теперь может быть рассчитано как

$$dN_{n\omega} = \int \frac{\partial^2 N_{n\omega}}{\partial \omega \partial \vec{n}} \exp \left\{ - \left(\frac{\theta - \theta_d}{\Delta \theta_d} \right)^2 - \left(\frac{\omega - \omega_d}{\Delta \omega} \right)^2 - \left(\frac{\phi - \phi_d}{\Delta \phi} \right)^2 \right\},$$

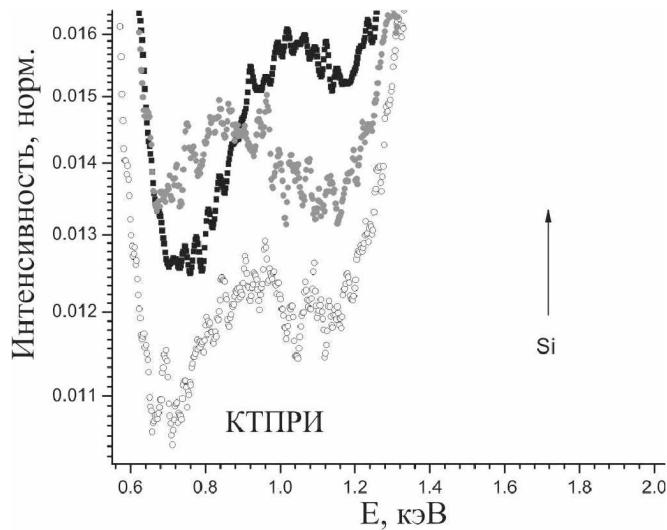
где $\Delta \theta_d$ и $\Delta \omega$ обозначают угловую апертуру и спектральное разрешение детектора, а $\Delta \phi$ соответствует уширению линии, обусловленному разбросом параметров пучка.

В итоге расчетов пик с энергией в диапазоне 2.5–2.9 кэВ (рис. 11) был отнесен к рефлексам (220) и (400) со всеми перестановками индексов; рефлекс (131) с перестановками накладывается при энергиях 100 и 75 кэВ на суммарный пик

характеристического излучения кремния, но виден при 50 кэВ в районе 2.6 кэВ; диапазон энергий 4.9–5.2 кэВ относится к рефлексам (331) и (511) с перестановками; наконец, энергии 5.4–6.0 кэВ соответствуют рефлексам (440), (422) и (800) с перестановками индексов.



a



b

Рис. 8. Сдвиги линий КТПРИ в зависимости от угла падения пучка на мишень: *a* – изменение частоты КТПРИ при наклоне мишени; *b* – тоже для мягкой линии КТПРИ $\omega \leq 1$ кэВ

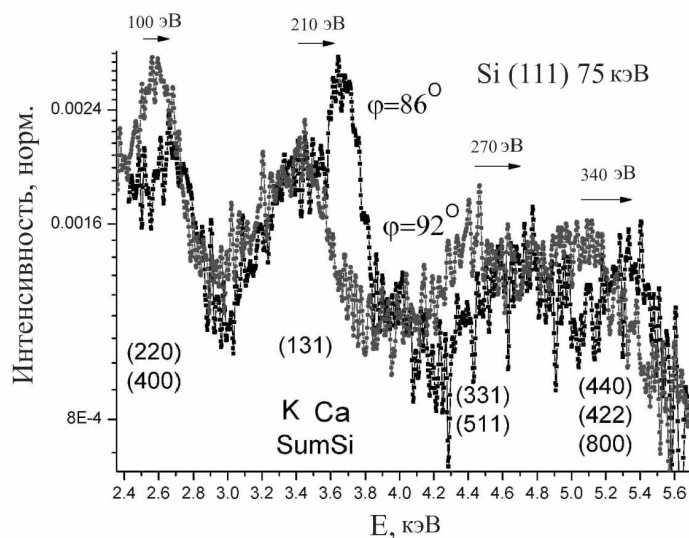


Рис. 9. Сдвиги линий КТПРИ в зависимости от угла наблюдения

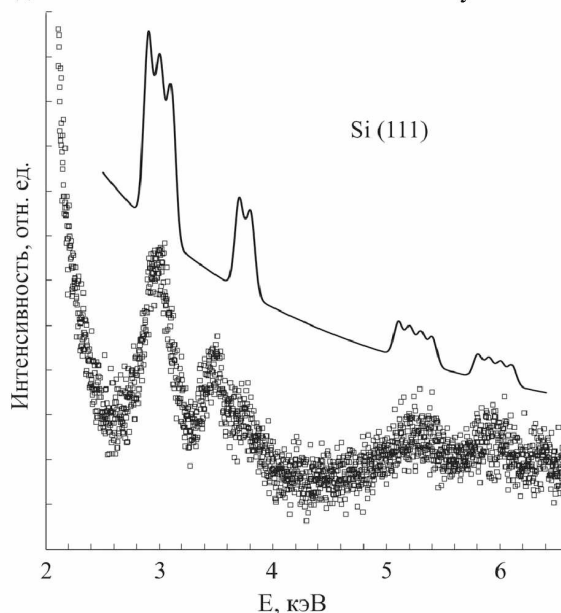


Рис. 10. Экспериментальный и моделированный спектры КТПРИ, энергия пучка 100 кэВ

Оценка интегрального выхода излучения дает значение $\sim 10^{-8}$ фотон/ $e^- \cdot$ ср, что близко к расчетному значению интенсивности. Нормированная зависимость интенсивности КТПРИ от энергии электронов была построена для трех гармоник и трех значений энергии пучка (рис. 12). Нормировка производилась по характеристическому рентгеновскому излучению (ХРИ) кремния с учетом зависимости выхода ХРИ от энергии пучка. Согласно [17], интенсивность К-линий

рентгеновского спектра может быть рассчитана по следующему практическому выражению:

$$I_K = \frac{ai(y-1)^{1,65}}{r^2(1+by^{1,65}/\sin \alpha)},$$

где $a = 4 \cdot 10^{-5} Z^5 / (Z^4 + 10^6)$; i – ток электронов, мА; $y = U/U_K$ – отношение ускоряющего потенциала к потенциалу ионизации; $b = 3 \cdot 10^{-6} \mu_m U_K^{1,65}$; μ_m – массовый коэффициент поглощения для К-линий, см²/г; α – угол выхода излучения, измеренный от поверхности мишени.

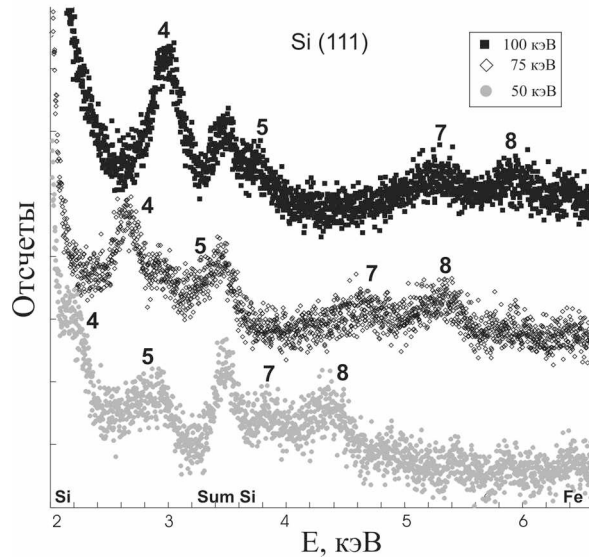


Рис. 11. Индексация пиков КТПРИ, полученных в геометрии Лауэ при различных энергиях пучка

Расчеты показали, что если принять интенсивность ХРИ кремния при энергии пучка 50 кэВ I_{50}^{Si} за единицу, то $I_{75}^{Si}/I_{50}^{Si} = 1.08$ и $I_{100}^{Si}/I_{50}^{Si} = 1.11$. Для приведения к одинаковому току измеренные величины интенсивностей ХРИ были скорректированы на указанные отношения. Поскольку измеренные величины интегральных интенсивностей ХРИ $I_{75}^{Si}/I_{50}^{Si} = 1.04$ и $I_{100}^{Si}/I_{50}^{Si} = 1.08$, т. е. близки к расчетным, можно сделать вывод, что ток практически полностью проходит через мишень, а его установка и измерение являются вполне надежными и воспроизводимыми.

К сожалению, подгонку пиков КТПРИ и определение их параметров из-за их относительно низкой интенсивности и наложений на линии ХРИ, присутствующие в спектре, удалось сделать не для всех гармоник, поэтому из полученных данных пока нельзя вывести функциональную зависимость интенсивности излучения от энергии электронов и подтвердить квадратичную зависимость согласно формуле (7).

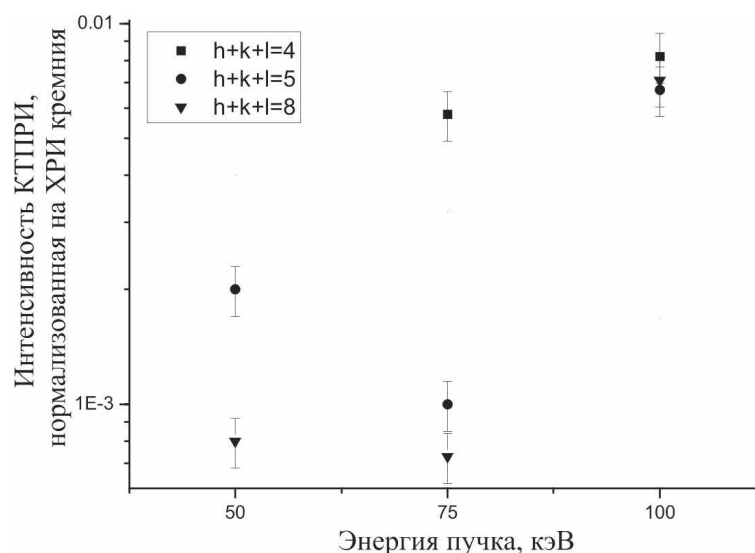


Рис. 12. Зависимость интенсивности КТПРИ, нормированной по ХРИ кремния, от энергии электронов для пиков с индексами Миллера (hkl)

В целом проведенный анализ подтверждает, что нами зарегистрированы спектральные линии КТПРИ, частота и интенсивность которых, а также зависимости частот от энергии пучка, углов ориентации мишени и угла наблюдения излучения хорошо согласуются с расчетами, выполненными по теории [1].

Результаты, рассмотренные в настоящей статье, получены при финансовой поддержке работы Международным научно-техническим центром в рамках проекта № В626.

Литература

1. *Feranchuk I. D. et al. // Phys. Rev. E. 2000. Vol. 62. P. 4225.*
2. *Коробочко Ю. С., Космач В. Ф., Минеев В. И. // ЖЭТФ. 1965. Т. 48. С. 1248.*
3. *Vecchio K. S., Williams D. B. // Journ. Microscopy. 1987. Vol. 147. P. 15.*
4. *Reese G. M., Spence J. C.H., Yamamoto N. // Philos. Mag. 1984. Vol. 49. P. 697.*
5. *Spence J. C. H., Reese G. M. // Acta. Cryst. A. 1986. Vol. 42. P. 577.*
6. *Feranchuk I. D., Ulyanekov A. // Acta. Cryst. 2001. Vol. A57. P. 283.*
7. *Feranchuk I. D., Ulyanekov A. // Acta. Cryst. 1999. Vol. A55. P. 466.*
8. *Baryshevsky V., Feranchuk I., Ulyanekov A. Parametric X-ray Radiation in Crystals: Theory, Experiment and Applications. 2006.*
9. *Feranchuk I. D., Batrakov K. G. // NIM. 2005. Vol. 543. P. 55.*
10. *Baryshevsky V. G., Feranchuk I. D. // NIM. 1985. Vol. 228. P. 490.*
11. *Freudenberger J. et al. // Phys. Rev. Lett. 1995. Vol. 74. P. 2487.*
12. *Барышевский В. Г. и др. // Письма в ЖТФ. 2006. Т. 32. С. 50.*
13. *Baryshevsky V. G. et al. // Phys. Lett. A. 2007. Vol. 363. P. 448.*
14. *Vyssotsky V. B., Lobko E. V., Lobko A. S. // LANL e-Print archive. 2005. 0508079.*
15. *Savitzky – Golay Smoothing Filters. <http://www.library.cornell.edu/nr/bookpdf/c14-8.pdf>.*
16. *Блохин М. А., Швейцер И. Г. Рентгеноспектральный справочник. 1982.*
17. *Иванов С. А., Щукин Г. А. Рентгеновские трубки технического назначения. 1989.*

COHERENT BREMSSTRAHLUNG AND PARAMETRIC X-RAYS (CB&PXR) FROM NON-RELATIVISTIC ELECTRONS

**V. G. Baryshevsky, K. G. Bartrakov, A. O. Grubich, A. A. Gurinovich,
A. S. Lobko, A. A. Rouba, P. F. Safronov, V. I. Stolyarsky,
B. A. Tarnopolsky, A. P. Ulyanenkov*, I. D. Feranchuk****

Experimental observation of x-ray radiation from non-relativistic (50–100 keV) electrons of the electron microscope beam in thin crystal target is reported and described as resulted from interference between parametric x-rays (PXR) and coherent *Bremsstrahlung* (CB). CB&PXR features are qualitatively described on the base of the pseudo-photon concept. Rigid requirements for thin single crystal membranes are obtained. The experimental set-up, thin silicon crystal target production, measurement procedures, data processing and spectra simulation are reported in detail. Each CB&PXR spectral line is attributed to a set of crystallographic planes.

Possibility of tuning of the x-ray frequency by the crystal target rotation is demonstrated for low-energy electrons for the first time. Despite its rather low total quantum yield of CB&PXR for the electrons in the considered energy range, this radiation can be prospective for development of a tabletop tunable x-ray source for structure analysis and crystallography (for example, for spectral-sensitive experiments) due to its brightness in the narrow spectral interval. Production of single crystal membranes is expected to become a high-tech challenge, when developing such a source.

Reported results are obtained due to support of the ISTC in the framework of the Project #B626.

* Bruker AXS, Germany.

** Department of Physics, Belarusian State University.