

## Формирование спектральных долин в спектре жесткого рентгеновского излучения путем дифракционной режекторной фильтрации

А. Г. Турьянский<sup>+1)</sup>, В. М. Сенков<sup>+</sup>, М. З. Зиятдинова<sup>+\*</sup>

<sup>+</sup>Физический институт им. П. Н. Лебедева РАН, 119991 Москва, Россия

<sup>\*</sup>Российский химико-технологический университет им. Д. И. Менделеева, 125480 Москва, Россия

Поступила в редакцию 9 июля 2021 г.

После переработки 22 июля 2021 г.

Принята к публикации 22 июля 2021 г.

Показана возможность формирования глубоких спектральных долин в полихроматическом спектре рентгеновского излучения с энергией  $E \geq 15$  кэВ с помощью дифракционной режекции. Режекция осуществлялась путем пропускания пучка излучения через пластины высокоориентированного пироли- тического графита (ВПГ) толщиной 0.73 и 0.58 мм при углах дифракции  $\theta$  в интервале  $3.26^\circ \div 6.98^\circ$ . Средние величины углов мозаичности  $\Delta\omega$  образцов ВПГ равнялись  $0.72^\circ$  и  $0.3^\circ$ . При режекции полосы спектра с минимумами в области 15.2 и 22.5 кэВ для ВПГ с  $\Delta\omega = 0.72^\circ$  получено, соответственно, пяти- и трехкратное ослабление интенсивности излучения вследствие дифракционной экстинкции, а полная ширина на полуглубине долины составляла 1.4 и 3.1 кэВ. Предложенная схема дифракционной фильтрации может быть использована в рентгеновской спектрометрии и в медицинской диагностике для снижения радиационных нагрузок.

DOI: 10.31857/S1234567821160059

Перестраиваемая по энергии режекция спектральных полос в области жесткого рентгеновского спектра  $E > 10$  кэВ является одной из актуальных задач рентгеновской спектрометрии и медицинской диагностики. Здесь и далее мы используем термин “спектральная режекция” в том же значении, который принят в радиочастотном и оптическом диапазонах. Необходимость избирательного подавления спектра и создания спектральных долин с помощью режекции в рентгеновском диапазоне возникает при измерениях спектра на фоне интенсивного характеристического излучения [1–3], приводящего к перегрузке спектрометрической системы или искажению измеряемых данных. Другая проблема связана с рассеянием и наложением спектра первичного тормозного излучения на спектр флуоресценции исследуемого объекта [4–6], что резко снижает порог обнаружения слабых флуоресцентных сигналов. Одним из возможных решений этой проблемы является режекция спектральной полосы в первичном спектре, положение которой совмещено с энергетическим положением слабой флуоресцентной линии. В современной медицинской диагностике практически все используемые рентге-

новские источники являются полихроматическими, причем основной вклад в интегральный поток создается тормозным излучением [7]. После фильтрации мягкой части спектра абсорбционными фильтрами в рабочем спектре сохраняется достаточно интенсивная и широкая полоса спектра с энергией фотонов от 15–20 до 30 кэВ [8, 9]. Эта часть спектра обычно практически полностью поглощается в теле пациента, и режекция указанного спектрального диапазона, очевидно, может позволить существенно снизить дозовую нагрузку.

Возможность создания спектральной долины в полихроматическом спектре при прохождении рентгеновского излучения через совершенный кристалл следует из динамической теории дифракции [10]. Однако при этом, как показывают оценки, ширина фильтруемой спектральной полосы не превосходит нескольких электрон-вольт, что не представляет интереса для экспериментальной практики. Широкая спектральная долина с полной полушириной на полуглубине (ПШПГ)  $\sim 1$  кэВ в диапазоне энергий  $E < 13$  кэВ с использованием первичной дифракционной экстинкции в мозаичном кристалле ВПГ была получена в [5]. В работе [11] была рассмотрена возможность эффективного подавления вторичной экстинкции в ВПГ с помощью структуры в ви-

<sup>1)</sup>e-mail: algoe-tour@yandex.ru

де эшелона тонких пленок. При этом использовались данные коэффициентов пропускания при брегговском отражении для характеристических линий меди  $\text{CuK}_\alpha$  (8.0 кэВ) и  $\text{CuK}_\beta$  (8.9 кэВ). Кристаллы ВПГ имеют сложную блочно-мозаичную структуру, дифракция в которых удовлетворительно не описывается в рамках стандартных моделей рассеяния. Поэтому для практического применения дифракционной фильтрации с использованием ВПГ, очевидно, необходимы достоверные экспериментальные данные о ширине спектрального диапазона, в котором этот метод эффективен. В настоящей работе впервые показано, что режекция спектра с использованием ВПГ может быть эффективна в жестком рентгеновском диапазоне при энергии фотонов  $E > 15$  кэВ и предложен метод измерения характеристик создаваемых спектральных долин.

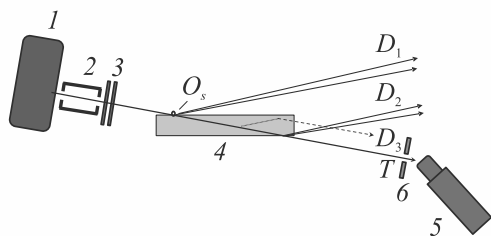


Рис. 1. (Цветной онлайн) Экспериментальная схема измерения: 1 – источник излучения; 2 – коллиматор; 3 – сменные абсорбционные фильтры; 4 – режекторный ВПГ-фильтр; 5 – спектрометр; 6 – диафрагма;  $O_s$  – ось вращения ВПГ-фильтра,  $D_1$ – $D_3$ ,  $T$  – соответственно пучки дифрагированного и прошедшего через ВПГ-фильтр излучения

Экспериментальная схема измерения показана на рис. 1. Источником излучения 1 являлась рентгеновская трубка БСВ-21 с медным анодом. Размеры проекции фокуса по ходу первичного пучка составляли  $8 \times 0.02$  мм. Коллиматором 2 с выходной щелью шириной 50 мкм формировался полихроматический пучок с угловой расходимостью  $0.015^\circ$ . Сменные абсорбционные фильтры 3 из медной фольги толщиной от 8 до 420 мкм обеспечивали фильтрацию мягкой части спектра излучения. В качестве перестраиваемых дифракционных фильтров 4 использовались пластины высокоориентированного пиролитического графита размером  $13 \times 27 \times 0.73$  мм и  $9.5 \times 25 \times 0.58$  мм. Кристаллические блоки ВПГ преимущественно ориентированы в кристаллографическом направлении [001] по нормали к поверхности пластины.

Угловой поворот пластины ВПГ относительно первичного пучка осуществлялся вокруг оси  $O_s$ .

Рентгеновским спектрометром 5 являлся кремниевый SDD детектор (Amptek) с толщиной кристалла 0.5 мм. Энергетическое разрешение детектора на линии меди  $\text{CuK}_\beta$  составляло 160 эВ. Для увеличения эффективности регистрации излучения в жесткой области спектра входное окно спектрометра устанавливалось под углом  $45^\circ$  к оси прямого пучка. Расстояния от оси вращения образца до выходной щели коллиматора и до приемного окна спектрометра равнялись, соответственно, 100 и 220 мм. Дифракционные кривые качания измерялись на рентгеновском рефлектометре ComplefleX-5 (CDP Systems), обеспечивающим возможность параллельных измерений на спектральных линиях меди  $\text{CuK}_\alpha$ ,  $\text{CuK}_\beta$  и прецизионного линейного сканирования образцов с шагом до 1 мкм.

На рисунке 2 представлены дифракционные кривые качания мозаичных кристаллов ВПГ для отражения (002), полученные на спектральной ли-

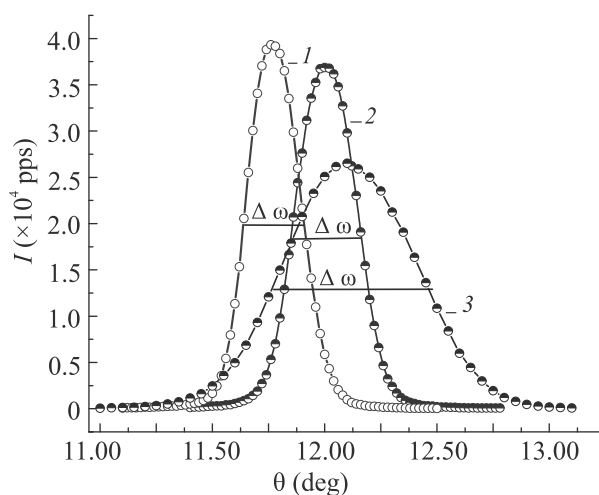


Рис. 2. (Цветной онлайн) Дифракционные кривые качания мозаичных кристаллов ВПГ: кривые 1, 2 – кристалл толщиной 0.58 мм соответственно в центре пластины и при линейном смещении на 7 мм от центра; 3 – кристалл толщиной 0.73 мм в центре пластины. Соответствующие указанным номерам величины полуширин кривых качания равны  $0.27^\circ$ ,  $0.31^\circ$  и  $0.72^\circ$

нии  $\text{CuK}_\beta$  (0.139 нм) при фиксированном положении детектирующей системы под удвоенным углом дифракции  $23.95^\circ$ . Угловое положение дифракционного максимума в центре пластины толщиной 0.58 мм (кривая 1) смещено на  $0.22^\circ$  относительно дифракционного максимума, полученного при линейном смещении от центра к краю образца на 7 мм (кривая 2). Угол мозаичности  $\Delta\omega$ , определяемый как полная ширина на полувысоте кривой качания, составляет, соответственно,  $0.31^\circ$  и  $0.27^\circ$ . Это указывает на на-

личие в объеме кристалла как кристаллических микроблоков [12–14], так и крупных макроблоков размером значительно больше 1 мм. При этом преимущественная кристаллографическая ориентация микроблоков в смежных макроблоках может значительно отличаться. Образец ВПГ толщиной 0.73 мм является более однородным, однако он имеет больший угол мозаичности, средняя величина которого составляет  $0.72^\circ$ . Очевидно, что при статичном положении ВПГ пластины, развернутой на угол  $\theta$  относительно оси первичного пучка, ширина спектральной долины будет определяться величиной эффективного угла мозаичности  $\Delta\omega_{\text{eff}}$ , а положение минимума эффективной величиной угла дифракции  $\theta$ . По табулированным данным [15] без учета влияния дифракции длина пути излучения в графите при ослаблении в  $e$  раз  $L_e$  при энергиях 20 и 30 кэВ составляет, соответственно, 12.3 и 20.7 мм. Это означает, что при дифракции коллимированного пучка в жесткой области спектра происходит значительное уширение его сечения (рис. 1, лучи  $D_1$ ,  $D_2$ ). Дополнительное угловое уширение отраженного излучения обусловлено мозаичностью ВПГ. При этом для четного числа дифракционных отражений в объеме ВПГ возможно также уширение проходящего через мозаичный кристалл пучка (рис. 1, луч  $D_3$ ). Влияние этого уширения устраняется путем установки диафрагмы по ходу прошедшего через пластину ВПГ пучка, либо путем увеличения расстояния между пластиной ВПГ и спектрометром.

В рассматриваемом диапазоне энергий зависимость коэффициента пропускания  $T(E)$  коллимированного рентгеновского пучка через кристалл ВПГ может быть выражена через полное сечение взаимодействия  $\sigma_{\text{tot}}$  [16, 17]

$$T(E) = I(E)/I_0(E) = \exp\left[-\frac{\rho l N_A \sigma_{\text{tot}}(E)}{uA}\right], \quad (1)$$

$$\sigma_{\text{tot}}(E) = \sigma_{\text{ph}}(E) + \sigma_{\text{Re}}(E) + \sigma_{\text{C}}(E) + \sigma_d(E, \mathbf{k}), \quad (2)$$

где  $I$ ,  $I_0$  – интенсивности, соответственно, прошедшего через кристалл ВПГ и первичного пучков,  $\rho$  – физическая плотность кристалла ВПГ,  $l$  – длина пути излучения в ВПГ,  $N_A$  – число Авогадро,  $u$  – атомная единица массы,  $A$  – относительная атомная масса углерода,  $\sigma_{\text{ph}}$  – сечение фотопоглощения,  $\sigma_{\text{Re}}$  – сечение рэлеевского рассеяния,  $\sigma_{\text{C}}$  – сечение комптоновского рассеяния. В выражение для полного сечения взаимодействия (2) добавлен член  $\sigma_d$ , описывающий дифракционное рассеяние. Все компоненты полного сечения рассеяния являются функцией энергии  $E$  рентгеновских фотонов, проходящих через ВПГ.

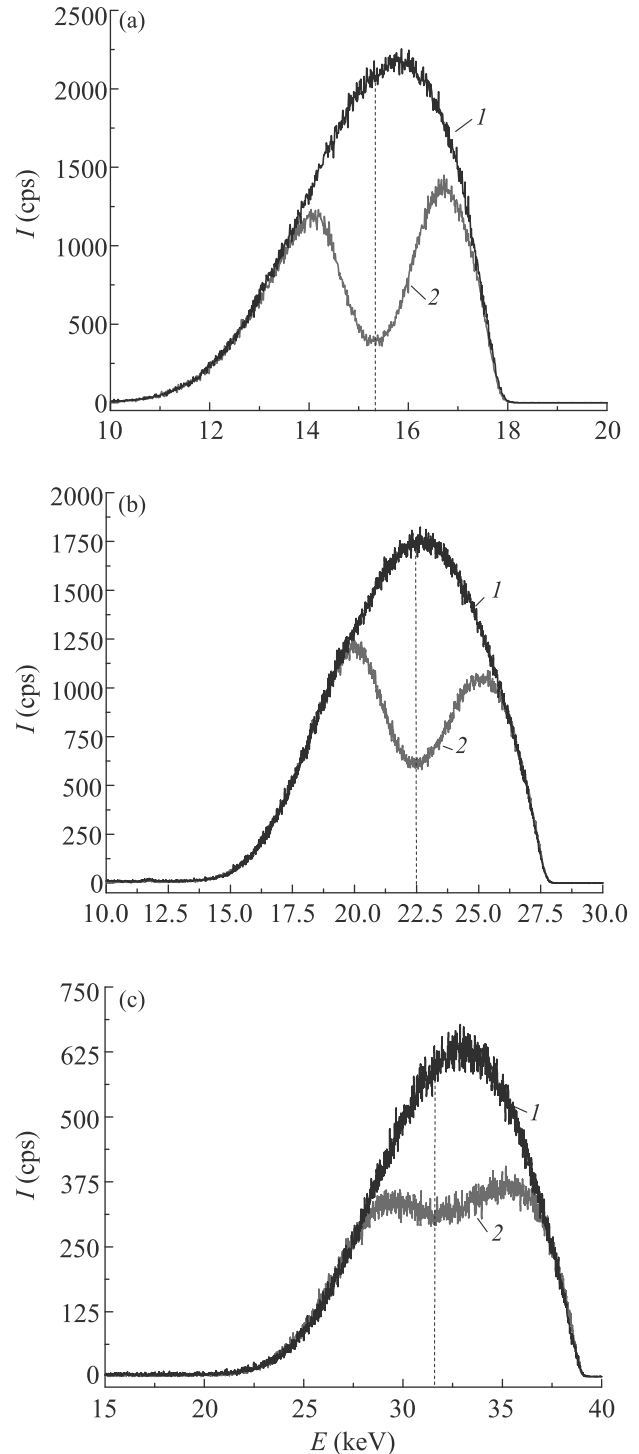


Рис. 3. (Цветной онлайн) Экспериментальные спектры пропускания через ВПГ фильтр ( $\omega = 0.72^\circ$ ): при дифракционной режекции излучения (1) и настройке фильтра на минимум пропускания области энергий: 15.2 кэВ (а); 22.5 кэВ (б); 32.5 кэВ (в); без дифракционной режекции (2) при сохранении аналогичной величины пути излучения кристалла

При этом в ограниченной угловой зоне  $\sigma_d$  зависит также от направления волнового вектора падающего излучения  $\mathbf{k}$  и при выходе из указанной зоны  $\sigma_d \rightarrow 0$ . Экспериментально измеряемая зависимость спектра пропускания  $S_{\text{ex}}(E)$  описывается следующим выражением:

$$S_{\text{ex}}(E) = S_0(E)D(E)T(E), \quad (3)$$

где  $S_0(E)$  – спектр излучения, падающий на кристалл ВПГ,  $D(E)$  – энергетическая зависимость эффективности регистрации спектрометром,  $T(E)$  – коэффициент пропускания, определяемый выражениями (1), (2). Положим, что обеспечены условия для проведения двух последовательных спектрометрических измерений, при которых первичный спектр и величины параметров  $\rho$  и  $l$  сохраняются неизменными, а величина  $\sigma_d$  путем варьирования угла  $\theta$  устанавливается максимальной  $\sigma_d = \sigma_{\text{max}}$  при дифракционной режекции и стремящейся к нулю вне области брегговской дифракции. При этом сохранение фиксированным параметра  $l$  при изменении угла  $\theta$  может быть достигнуто при линейном сканировании путем смещения координаты ввода пучка в кристалл ВПГ. Очевидно, что в этом случае отношение  $S = S_{\text{ex}}(E, \sigma_d = \sigma_{\text{max}})/S_{\text{ex}}(E, \sigma_d = 0)$  позволяет определить спектральные долины, возникающие при дифракционной режекции, независимо от вида функций  $S_0(E)$  и  $D(E)$ , описывающих первичный спектр излучения и энергетическую зависимость эффективности регистрации спектрометра. Полученная функция, как следует из (3), описывает энергетическую зависимость отношения коэффициентов пропускания с режекцией и без режекции.

На рисунке 3 представлены экспериментальные спектры пропускания через ВПГ фильтр толщиной 0.73 мм при дифракционной режекции излучения (кривая 1) и без режекции (кривая 2). Спектры с дифракционной режекцией получены при углах дифракции  $\theta$ , равных  $6.98^\circ$  (а),  $4.71^\circ$  (б),  $3.26^\circ$  (с) с использованием фильтров из медной фольги с суммарной толщиной, соответственно, 8, 24 и 420 мкм. При этом ускоряющее напряжение на рентгеновской трубке, соответственно, составляло 17.8, 28 и 39 кВ. Для исключения дифракционной режекции в измеренной полосе спектра пластина ВПГ поворачивалась на угол  $\theta'$  удовлетворяющий условию  $\theta - \theta' > \Delta\omega$ . При этом путем линейного смещения пластины относительно рентгеновского пучка обеспечивалось сохранение длины пути  $l$  излучения в ВПГ фильтре.

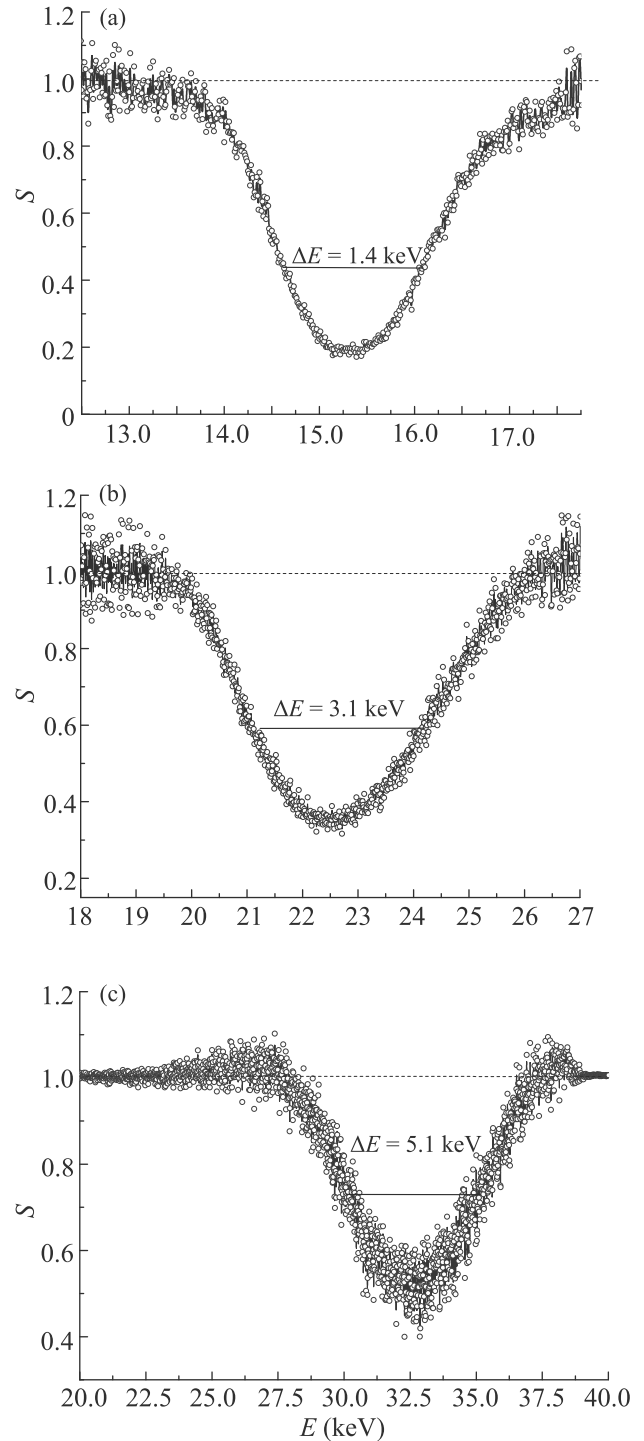


Рис. 4. (Цветной онлайн) Спектральные долины, создаваемые при пропускании полихроматического пучка через кристалл ВПГ ( $\omega = 0.72^\circ$ ), при настройке фильтра на минимум пропускания области энергий: 15.2 кэВ (а); 22.5 кэВ (б), 32.5 кэВ (с)

Экспериментальные отношения  $S_r(E) = S_{\text{ex}}(E, \sigma_d = \sigma_{\text{max}})/S_{\text{ex}}(E, \sigma_d = 0)$ , описывающие полученные спектральные долины при указанных

выше углах дифракции, представлены на рис. 4а–с. При угле  $\theta = 6.98^\circ$  минимум спектральной долины наблюдается в области 15.2 кэВ, а полная ширина на полуглубине, определяемая согласно [18], составляет 1.4 кэВ. При последовательном уменьшении углов  $\theta$  до  $4.71^\circ$  и  $3.26^\circ$  минимумы спектральной долины смещаются в сторону больших энергий, соответственно, до 22.5 и 32.5 кэВ. При этом величина ПППГ при  $\theta = 3.26^\circ$  возрастает до 5.1 кэВ. Наблюдаемое положение минимумов спектральных долин соответствует ожидаемому из брэгговского условия дифракции при указанных выше углах  $\theta$ . Что же касается величины ПППГ, то вследствие большой длины пути излучения в ВПП ( $l = 13$  мм при  $\theta = 3.26^\circ$ ) она, очевидно, определяется эффективной величиной угла мозаичности  $\Delta\omega_{\text{eff}}$ , которая зависит как от локальной величины  $\Delta\omega$ , так и от углового отклонения преимущественной ориентации макроблоков в пластине ВПП (рис. 2).

Полученные результаты показывают, что в исследованном диапазоне энергий 15.2 ÷ 32.5 кэВ дифракционная режекция спектра эффективна и может быть использована на практике. В силу монотонного характера снижения структурного фактора с увеличением  $E$  указанная верхняя граница не является рабочим пределом и может быть расширена по меньшей мере до 40 ÷ 45 кэВ. С учетом полученных ранее результатов [5, 11] максимальный рабочий диапазон может быть принят равным 6 ÷ 45 кэВ. При этом в узком спектральном диапазоне  $E \leq 1 \div 2$  кэВ эффективность режекции может быть увеличена путем выбора кристаллов ВПП с меньшим углом мозаичности или последовательно расположенных кристаллов ВПП при фиксированном угле дифракции [11]. При использовании последовательно расположенного набора кристаллов ВПП, установленных под различными углами дифракции  $\theta$ , может формироваться спектральная долина шириной до 10 кэВ. Это позволяет решить проблему избыточной дозой нагрузки при медицинской диагностике с использованием полихроматических рентгеновских пучков. Важным преимуществом дифракционной режекторной фильтрации является возможность настройки энергетического положения центра спектральной полосы режекции, что представляет большой интерес при измерении спектров с интенсивными спектральными линиями и рентгенофлуоресцентном анализе слабых сигналов.

1. Z. Zhang, H. Nishimura, T. Namimoto et al. (Collaboration), *Rev. Sci. Instrum.* **83**, 053502 (2012).
2. T.W.L. Sanford, D. Mosher, J. Groot et al. (Collaboration), SANDI REPORT. SAND 96-0222, UC-706, 10–14 June 1996, IET, Prague, Czech Republic (1996).
3. E. V. Parkevich, I. N. Tilikin, A. V. Agafonov, T. A. Shelkovenko, V. M. Romanova, A. R. Mingaleev, S. Yu. Savinov, G. A. Mesyats, and S. A. Pikuz, *JETP Lett.* **103**, 357 (2016).
4. *Handbook of Practical X-Ray Fluorescence Analysis*, ed. by B. Beckhoff, B. Kanngiesser, N. Langhoff, R. Wedell, and H. Wolff, Springer-Verlag, Berlin – Heidelberg (2006).
5. A. G. Tur'yanskii, S. S. Gizha, V. M. Senkov, I. V. Pirshin, and Ya. M. Stanishevskii, *JETP Lett.* **104**, 417 (2016).
6. P. J. Statham, *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.* **107**, 531 (2002).
7. M. Bhat, J. Pattison, G. Bibbo, and M. Caon, *Med. Phys.* **25**, 114 (1998).
8. D. O. Odeh, S. A. Jonah, H. Ali, and G. O. Ogbanje, *Open Research Journal of Radiology.* **1**, 1 (2013).
9. S. Shrestha, S. Vedantham, and A. Karellas, *Phys. Med. Biol.* **62**, 1969 (2017).
10. З. Г. Пинскер, *Динамическое рассеяние рентгеновских лучей в идеальных кристаллах*, Наука, М. (1974).
11. A. G. Turyanskiy and S. S. Gizha, *X-Ray Spectrom.* **49**, 434 (2020).
12. H. Legall, H. Stiel, V. Arkadiev, and A. A. Bjeoumikhov, *Opt. Express* **14**, 4570 (2006).
13. A. G. Turiyanskii and I. V. Pirshin, *Instrum. Exp. Tech.* **54**, 558 (2011).
14. A. G. Tur'yanskii, S. S. Gizha, and V. M. Senkov, *Tech. Phys. Lett.* **39**, 573 (2013).
15. B. L. Henke, E. M. Gullikson, and J. C. Davis, *At. Data Nucl. Data Tables* **54**, 181 (1993).
16. L. Gerward, *Z. Naturforsch.* **37a**, 451 (1982).
17. J. H. Hubbell and S. M. Seltzer, *Tables of X-ray Mass Attenuation Coefficients and Mass Energy-Absorption Coefficients 1 keV to 20 MeV for Elements Z = 1 to 92 and 48 Additional Substances of Dosimetric Interest*, NISTIR 5632 (1995).
18. M. A. Viray, E. Paradis, and G. Raithel, *New J. Phys.* **23**, 063022 (2021).