

中国科学院科学出版基金资助出版

应用物理学丛书

薄膜结构 X 射线表征

麦振洪 等 著

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书结合作者二十多年来的工作积累和国内外最新进展,系统介绍了应用 X 射线衍射和散射技术表征薄膜微结构的多种基本实验装置、实验数据分析理论以及典型的薄膜微结构表征实例。全书分三篇(共 16 章):第一篇基本实验装置(第 1~3 章),主要介绍 X 射线源、X 射线准直和单色化、各种探测器及薄膜 X 射线衍射仪和表面/界面散射装置。第二篇基本理论(第 4~10 章),介绍薄膜 X 射线衍射和散射实验数据分析所用的相关理论,包括用于近完美多层膜和金属多层膜的 X 射线衍射运动学理论;用于超晶格和多量子阱的 X 射线衍射动力学理论;用于原子密度和晶格参数很接近的金属多层膜的 X 射线异常衍射精细结构理论;用于薄膜和多层膜表面与界面分析的 X 射线反射、漫散射理论以及掠入射衍射理论。第三篇薄膜微结构表征(第 11~16 章),介绍应用 X 射线衍射和散射技术表征薄膜微结构的实例。

本书力图理论联系实验、深入浅出,而又不失其先进性、实用性和普适性。可供从事薄膜材料和器件研究的研究人员和工程技术人员参考,也可作为高等院校和研究院所凝聚态物理、材料科学和有关薄膜科学技术专业及相关专业的教师和研究生教学用书和参考书。

图书在版编目(CIP)数据

薄膜结构 X 射线表征/麦振洪等著. —北京:科学出版社, 2007

ISBN 978-7-03-018994-3

I. 薄… II. 麦… III. X 射线衍射分析-薄膜结构 IV. TU38

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 071761 号

责任编辑:鄢德平 于宏丽/责任校对:李奕莹

责任印制:赵德静/封面设计:王 浩

科 学 出 版 社 出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2007 年 7 月第 一 版 开本: B5(720×1000)

2007 年 7 月第一次印刷 印张: 16 1/2

印数: 1—3 000 字数: 303 000

定价: 40.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换〈环伟〉)

《应用物理学丛书》编委会

主 编：吴自勤 杨国桢

编 委：（按姓氏笔画）

王之江	王业宁	王 琛	叶朝辉
华中一	肖定全	张泰永	冼鼎昌
姜承烈	莫 党	章 综	阎守胜

序

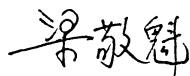
薄膜材料是材料科学的一个重要研究领域，它不仅在国民经济各领域有着广泛的应用，而且有丰富的物理内涵，推动着凝聚态物理的发展。同时，薄膜材料又是重要的纳米材料，它具备的独特物理现象、物理效应，正广泛地被用来开发具有新原理、新结构和特殊性能的纳米结构器件。薄膜材料科学的迅速发展直接得益于高精度薄膜生长技术的发展，如分子束外延、化学气相沉积、电子束沉积和多靶溅射等技术，这些技术使得制备几个原子层厚度的薄膜成为可能。通过反复沉积不同种类的薄膜，制备的周期性多层膜具有完全不同于相应体材料的物理及化学性质，现代科学技术的发展使得薄膜材料在其特殊效应被发现不久便很快被制成具有新功能的器件，实施于应用。这些功能薄膜器件共同点是异质结构、成分复杂、存在晶格失配。大量研究表明：薄膜材料包括单层膜和多层膜材料的物理、化学性能与薄膜各层厚度、成分、界面粗糙度、界面成分扩散、应力状态和表面界面状态等因素直接有关。对薄膜结构的深入认识，将有助于在薄膜内部微观结构、原子水平上阐明薄膜各种性能的机制，为优化薄膜材料制备工艺、改善薄膜材料和器件性能以及探索新型功能薄膜材料提供科学依据。

薄膜材料结构表征是薄膜材料研究的重要内容，对于薄膜材料结构和器件的研究以及无损检测是十分重要的。X 射线衍射和散射等技术有其特别的优点，它对薄膜材料的穿透力强，可以无损检测单层膜或多层膜内部结构、界面状况以及纵向和横向的共格程度。此外，X 射线的波长很短，与原子尺寸在同一量级，其分辨率可达原子或亚原子层量级，X 射线衍射和散射技术是薄膜材料结构无损检测的重要方法。

该书由麦振洪、李明、姜晓明教授和李建华、罗光明副教授等共同撰写，是作者二十多年工作的总结，特别是麦振洪教授长期从事固体材料缺陷和薄膜、多层膜结构研究，具有较高的学术造诣，其研究成果多次获中国科学院自然科学成果奖和科学技术进步奖。全书分三篇 16 章，系统介绍应用 X 射线衍射和散射技术表征薄膜微结构的多种基本实验装置、实验数据分析理论以及典型的薄膜微结构表征实例和国内外最新进展。内容丰富、层次清晰、理论联系实验、深入浅出，而又不失其先进性、实用性和普适性。

该书的出版将对开展薄膜材料结构和器材研究、优化其制备工艺、提高其性能很有帮助。该书可供从事薄膜材料和器件研究的研究人员和工程技术人员参

考，对从事薄膜材料和器件研制和开发的专业人员也有参考价值，也可作为高等院校和研究院所凝聚态物理、材料科学和有关薄膜科学技术专业及相关专业的教师和研究生的教学用书和参考书。



北京凝聚态物理国家实验室

中国科学院物理研究所

2006 年 4 月 24 日

前 言

低维材料的出现是 20 世纪材料科学发展的一个重要标志。它所表现的强劲学科生命力不仅是因为它不断揭示深刻的物理内涵，推动凝聚态物理的发展，而且更重要的是，它所发现新的物理现象、物理效应源源不断地被用来开发具有新原理、新结构和特殊性能的纳米结构器件。

应用特殊的生长技术，如分子束外延（MBE）、金属有机气相沉积外延（MOVPE）、氢化物气相外延（HVPE）等技术，可以实现精度达到一个原子层，甚至半个原子层的逐层生长和剪裁。使人们可以根据需要设计、生长和制备具有特殊能带结构的半导体薄膜材料和器件，大大促进了微电子学和光电子学的发展。结构完美的半导体异质结、量子阱和超晶格以及量子点等材料的出现，为发现量子霍尔效应、分数量子霍尔效应、量子尺寸效应以及单电子隧穿效应等新的物理效应提供了基础材料。大量研究表明，半导体外延薄膜的结构参数和生长参数会直接影响材料的完美性和物理性能。例如，大晶格失配的材料只有外延膜厚度小于临界厚度时，才有可能实现共格外延。如果外延膜厚度增加，将在界面上产生失配位错，以降低系统的应变能。另外，界面上成分互扩散和应力弛豫导致的“岛”都会使界面变差。外延薄膜材料各层的成分、厚度、应力分布以及表面、界面状态等局部变化都会影响器件的微电子和光电子性能。半导体外延膜、量子阱及量子点等材料微结构的 X 射线表征可以在介观或纳米尺度给出各层成分、厚度、界面起伏的局部波动。

铁磁/非铁磁金属多层膜层间耦合效应和巨磁电阻效应的发现，成为新一代磁记录材料和读写磁头的源动力，开拓了自旋电子学领域。铁磁/非铁磁金属多层膜通常采用磁控溅射技术来制备。与分子束外延技术相比，磁控溅射技术的薄膜生长是更远离热力学平衡区，而且生长速率高，因此，生长的薄膜在结构完美性方面远不如分子束外延生长。大量研究表明：铁磁/非铁磁金属多层膜各层厚度、界面粗糙度、界面成分扩散、应力状态和磁畴结构等因素直接影响多层膜材料的磁学性质。因此，在原子尺度上对多层膜微结构进行表征十分重要，因为它可以对优化生长条件、改善材料性能给予科学依据。

软物质物理已成为国际上普遍重视的新学科领域。软物质的研究是物理、化学、生物三大学科的交叉，深入开展的软物质物理研究，是物理科学通向生命科学的桥梁。软物质或称软凝聚态物质是指处于固体和理想流体之间的复杂态物质。软物质薄膜（包括聚合物薄膜、有机/无机多层膜等）具有特殊的、优异的

物理化学性能,对基础研究和应用研究都具有重要价值。软物质薄膜通常是在水或溶液中制备,取向性和有序度都不如上述的薄膜,而且具有不同的结构性质。由于静电力或亲和性,软物质薄膜中单分子层的纵向沉积相对完美,而在层面内分子的取向各异。因此,横向的不均匀性是软物质薄膜表征的一个重要参数,二维薄膜结构以及固/液界面和固/固界面结构的研究对软物质薄膜制备工艺和器件设计尤为重要。

薄膜材料包括单层膜和多层膜材料,无损检测对薄膜材料结构研究是重要的。作为表征薄膜材料结构的扫描探针技术,X射线衍射和散射等技术有其特别的优点,它可以无损检测单层膜或多层膜内部结构、界面状况以及纵向和横向的共格程度。此外,由于X射线在物质中的折射率非常接近1(但小于1),利用X射线在薄膜材料表面的空气/固体界面的折射现象,采用很小的掠入射角,可以研究薄膜材料表面以下几个纳米深度的结构变化。在小角范围,由不同的X射线散射几何记录的非镜面漫散射强度分布可得到薄膜结构纵向和横向共格程度的信息。在大角范围,高分辨X射线衍射可探测薄膜中微小的应变或点阵失配。应用高度准直和单色的X射线,记录倒易空间中衬底某一布拉格峰附近衍射强度二维分布,可以分离相干和非相干X射线散射,研究衬底与薄膜的晶格失配及弛豫。掠入射衍射几何,采用高非对称衍射,可研究近薄膜表面的结构。

同步辐射是20世纪70年代出现的新型X射线源,它具有高亮度、宽频谱、高偏振度和高时间分辨等优点,成为X射线分析技术的重要光源。许多应用常规X射线光源无法进行的实验,可以在同步辐射装置的相关实验站得以实现。这是一个发展很快、令人瞩目的领域,我们期望,同步辐射源的利用和发展将使薄膜结构表征进入更高的水平。

对薄膜X射线衍射和散射实验数据进行理论模拟,可以得到薄膜内部微结构的详细信息,为研究薄膜的生长机制、优化生长条件、改善薄膜性能提供科学依据,是薄膜材料过程控制和基础研究的一个重要内容。

本书的撰写是结合作者二十多年来的工作积累和国内外最新进展,系统介绍应用X射线衍射和散射技术表征薄膜微结构的多种基本实验装置、实验数据分析理论以及典型的薄膜微结构表征实例。力图理论联系实验、深入浅出,而又不失其先进性、实用性和普适性。全书分三部分(共16章):

第一篇:基本实验装置(第1~3章),主要介绍X射线源、X射线准直和单色化、各种探测器以及薄膜X射线衍射仪和表面/界面散射装置。使读者对实验条件、实验装置配置以及测量分辨率分析有初步的了解。

第二篇:基本理论(第4~10章),本篇将体材料的X射线衍射和散射理论发展、推广到薄膜材料,介绍薄膜X射线衍射和散射实验数据分析所用的相关理论,包括用于薄晶体或小晶体多层膜和金属多层膜的X射线衍射运动学理论;

用于近完美多层膜、半导体超晶格和多量子阱的 X 射线衍射动力学理论；用于原子密度和晶格参数很接近的金属多层膜的 X 射线异常衍射精细结构；用于薄膜和多层膜表面与界面分析的 X 射线反射、漫散射理论以及掠入射衍射理论。基本覆盖了目前应用 X 射线衍射和散射技术研究薄膜结构所需用的理论。

第三篇：薄膜微结构表征（第 11~16 章），介绍应用 X 射线衍射和散射技术表征薄膜微结构的实例。除了总结作者在薄膜研究中所解决的微结构表征实例外，还尽量收集近年来国内外有关的重要结果，以供读者参考。薄膜的种类涉及半导体外延膜及超晶格材料、超导异质薄膜材料、金属磁性多层膜材料和软物质薄膜。表征的微结构包括单层膜和多层膜厚度、点阵参数、应力、表面与界面、缺陷、弛豫以及横向调制结构。

薄膜科学是多学科的交叉，涉及的学科内容很广。本书仅集中介绍薄膜科学中的一个重要部分——薄膜结构表征，由于各学科都有本学科的专业术语和英文符号，为了尊重各学科的特点和习惯，在本书撰写中，我们保留了各学科惯用的英文符号和定义，以便于专业读者的阅读。本书可供从事薄膜材料和器件研究的研究人员和工程技术人员参考，对从事薄膜材料和器件研制和开发的专业人员也有参考价值，也可作为高等院校和科研院所凝聚态物理、材料科学和有关薄膜科学技术专业及相关专业的教师和研究生教学用书和参考书。

本书承蒙梁敬魁院士撰写序言，全书由麦振洪、李明、姜晓明教授和李建华、罗光明及贾全杰副教授共同撰写。在编写过程中得到中国科学院物理研究所领导的大力支持；李晨曦研究员和王勇博士与作者进行了有益的讨论，并对第 8 章提出了宝贵建议。贺楚光、王勇、李晓龙、李秀宏、李大鹏、胡书新、邢丽丽、安玉凯、张红娣等提供了有关研究结果，吴兰生高级实验师、王勇、安玉凯、张红娣、张宇栋等同学对书稿图表做了大力的协助。科学出版社鄢德平、于宏丽编辑对本书稿进行了认真的审定和编辑，李奕莹编辑对本书进行校对。此外，本书得以顺利出版，是与中国科学院科学出版基金委员会的及时资助分不开的。在此对他们付出的辛勤劳动和大力支持表示衷心的感谢。

作者学识水平有限，加之薄膜科学发展迅速，本书虽涉及很广的内容，但仍不能对当今薄膜结构表征作完整的概述，不足之处在所难免，敬请读者不吝指正。

作者

2006 年 4 月 20 日

目 录

序 前言

第一篇 基本实验装置

第 1 章 X 射线源与 X 射线探测	3
1.1 X 射线源	3
1.1.1 X 射线产生和 X 射线谱	3
1.1.2 封闭式 X 射线管	4
1.1.3 同步辐射光源	6
1.2 X 射线准直和单色化	8
1.2.1 狭缝	8
1.2.2 双晶单色器	9
1.2.3 多晶单色器	11
1.3 X 射线探测器	13
1.3.1 计数器	13
1.3.2 位敏探测器	15
1.3.3 面探测器	16
参考文献	17
第 2 章 薄膜 X 射线衍射仪	19
2.1 高分辨共面 X 射线衍射仪	19
2.2 掠入射衍射装置	25
2.3 测量分辨率的分析	26
参考文献	28
第 3 章 表面/界面 X 射线散射	29
3.1 固体表面/界面 X 射线反射和漫散射装置	30
3.2 液体表面/界面 X 射线反射和散射装置	32
参考文献	34

第二篇 基本理论

第 4 章 X 射线衍射运动学理论	37
4.1 引言	37
4.2 X 射线衍射几何	37
4.2.1 劳厄方程	37
4.2.2 布拉格方程	39
4.3 倒易点阵	40
4.3.1 倒易点阵定义	40
4.3.2 色散面——Ewald 球	41
4.4 X 射线衍射强度	43
4.4.1 单电子散射	43
4.4.2 原子散射因子	44
4.4.3 结构因子	45
4.5 薄晶体衍射强度	46
参考文献	48
第 5 章 金属多层膜的 X 射线衍射运动学理论	50
5.1 成分混合/合金化的多层膜	50
5.2 $[A/B]_N$ 多层膜	52
参考文献	56
第 6 章 X 射线衍射动力学理论 (一)——完美晶体	57
6.1 引言	57
6.2 完美晶体中 X 射线波动方程	58
6.3 双光束近似	60
6.4 色散面	62
6.5 劳厄几何晶体内波场振幅	66
6.6 布拉格几何晶体内波场振幅	69
6.6.1 无吸收晶体的反射率	70
6.6.2 有吸收晶体的反射率	71
6.7 双轴晶衍射摇摆曲线的理论计算	72
参考文献	73
第 7 章 X 射线衍射动力学理论 (二)——畸变晶体	75
7.1 引言	75
7.2 晶体中的调制波	76
7.3 高木方程	77

7.4	高木方程的 Taupin 形式	78
7.5	多层膜结构的 X 射线双轴晶摇摆曲线计算	80
7.5.1	概述	80
7.5.2	外延材料反射率的 X 射线衍射动力学理论解	81
7.5.3	迭代公式中参数的计算	83
7.6	应变弛豫超晶格的 X 射线双轴晶摇摆曲线计算	88
7.6.1	弛豫机制与应变分布	88
7.6.2	取向差与峰形展宽	90
	参考文献	92
第 8 章	X 射线异常衍射精细结构理论	93
8.1	没有周期调制的多层膜	93
8.2	$[A/B]_N$ 多层膜	96
8.3	实验方法	97
8.4	DAFS 谱线的分析方法	98
	参考文献	101
第 9 章	X 射线掠入射衍射理论	103
9.1	概述	103
9.2	X 射线掠入射衍射准运动学理论	104
9.2.1	畸变波玻恩近似 (DWBA)	105
9.2.2	畸变波玻恩近似下薄膜材料的掠入射衍射理论	107
9.3	掠入射衍射的应用	110
	参考文献	111
第 10 章	X 射线界面反射和漫散射理论	112
10.1	X 射线镜面反射	112
10.2	粗糙表面的散射 (一) —— 玻恩近似	115
10.3	粗糙表面的散射 (二) —— DWBA 理论	116
10.4	多层膜的 DWBA 散射理论	119
10.5	界面起伏的关联函数	120
10.5.1	表面关联函数	121
10.5.2	自仿射 (self-affine) 关联	121
10.5.3	多层膜界面之间的关联	122
	参考文献	124

第三篇 薄膜微结构表征

第 11 章 单层膜和多层膜厚度	127
11.1 单层膜和多层膜共面 X 射线衍射	127
11.2 埋层的探测	134
11.2.1 高分辨 X 射线衍射	134
11.2.2 X 射线镜面反射	137
参考文献	139
第 12 章 外延膜的晶格参数、应力与组分	140
12.1 共面 X 射线双轴晶衍射	140
12.2 薄膜残余应力检测的 X 射线 mapping 技术	142
12.3 掠入射衍射	150
参考文献	155
第 13 章 薄膜表面与界面	156
13.1 X 射线镜面反射	156
13.1.1 氧化物薄膜界面	156
13.1.2 磁性金属多层膜界面	159
13.1.3 BaTiO ₃ /Pt 界面的“dead layer”	160
13.2 X 射线漫散射	161
13.2.1 ZnTe/ZnS _x Te _{1-x} 超晶格中的生长台阶	162
13.2.2 长周期 BeTe/ZnSe 超晶格界面台阶上的无规起伏	165
13.2.3 短周期 BeTe/ZnSe 超晶格界面的化学键	166
13.3 X 射线异常衍射精细结构	168
13.3.1 埋层量子线	169
13.3.2 在金属多层膜中的应用	170
参考文献	175
第 14 章 横向调制结构	176
14.1 表面栅格结构	176
14.2 横向成分调制结构	180
14.3 量子线结构	183
14.4 量子点结构	189
14.5 原子有序结构	193
参考文献	206
第 15 章 外延膜中的缺陷	208
15.1 倒易空间 X 射线散射强度分布	208

15.2 应变弛豫·····	209
15.2.1 晶格失配应变·····	209
15.2.2 成分梯度应变·····	213
15.3 失配位错·····	216
15.3.1 位错的 X 射线漫散射·····	216
15.3.2 低密度位错·····	218
15.3.3 高密度位错·····	221
15.4 X 射线反射形貌术·····	224
15.4.1 Berg-Barrett 反射形貌术·····	224
15.4.2 双轴晶形貌术·····	225
参考文献·····	229
第 16 章 软物质薄膜与界面 ·····	230
16.1 液体薄膜与界面·····	230
16.1.1 实验方法·····	230
16.1.2 液体薄膜·····	231
16.2 固/液界面的磷脂多层膜·····	235
16.2.1 磷脂多层膜结构的 X 射线散射研究·····	235
16.2.2 磷脂多层膜的溶胀·····	239
16.3 表面活性剂多层膜·····	241
16.3.1 水对硬脂酸膜界面起伏的影响·····	241
16.3.2 LB 膜的界面粗糙化与生长动力学·····	243
参考文献·····	246

第一篇 基本实验装置

本篇介绍薄膜 X 射线衍射仪和表面/界面散射实验装置,包括各类 X 射线源、X 射线准直器、单色器和分析晶体等光学元件,以及各类 X 射线探测器。由于薄膜材料的特殊性,薄膜 X 射线衍射仪在各种光学元件的选择及配置上必须作一些特殊的考虑。不同的实验问题对 X 射线衍射仪的要求也有所不同。通过介绍高分辨衍射仪和掠入射衍射仪的配置,并对各种条件下的分辨率作概要的分析,使读者对实验条件、实验装置配置以及测量分辨率分析有初步的了解,作为实验时分辨率选择的基本依据。

第 1 章 X 射线源与 X 射线探测

1895 年 11 月 8 日德国维尔茨堡大学伦琴(Wilhelm Conrad Roentgen)教授在做阴极射线实验时,发现了一种看不见的射线从管中阴极射线轰击的那个电极发射出来,经过一个多月全神贯注的实验探索,确认这是一种新的射线——X 射线。X 射线的发现标志着现代物理学的诞生,推动了现代化学和现代生物学的创立和发展,对物理学以至整个科学技术产生了极为深刻的影响。

X 射线和普通光一样,是一种电磁波,但波长很短,光子能量($h\nu$)很大,穿透力很强。X 射线波长一般为 $0.01\sim 10\text{\AA}$,薄膜微结构 X 射线表征中常用的 X 射线波长为 $0.5\sim 1.5\text{\AA}$,而 X 射线结构分析中常用的 X 射线波长为 $0.5\sim 2\text{\AA}$ 。本章重点介绍与薄膜微结构表征有关的 X 射线源及探测技术,力图简单扼要,详细内容可参考有关专著。

1.1 X 射线源

1.1.1 X 射线产生和 X 射线谱

当高速运动的电子与物质相碰撞时会发生两种形式的能量交换:一是电子运动突然受到阻止,产生极大的负加速度,根据经典电动力学可知,必然会产生一个电磁波。一个电子所减少的能量 ΔE 转变为一个 X 射线光子,由爱因斯坦方程可得光子的频率 ν

$$\Delta E = h\nu \quad (1.1)$$

式中, h 为普朗克常量。

由于数量很大的电子所具有的动能不同,穿透物质深浅不同,动能降低多少不一,因此,产生的 X 射线波长也不一样。它给出波长连续变化的谱带,称为“白色”X 射线或轫致辐射。轫致辐射与物质的性质无关,波长最短的是那些保持原有动能的电子产生的 X 射线,“白色”X 射线最短波长与加速电压的关系为

$$\lambda_{\min} = \frac{hc}{eV} = \frac{12398}{V}(\text{\AA}) \quad (1.2)$$

式中, e 为电子电荷; c 为光速; V 为电子加速电压,单位为 V。

另一种能量交换形式是,高速运动的电子把原子内层(如 K 层)的电子轰出,原子被电离,当外层电子跃迁进入内层空位,位能下降而发出 X 射线。这类 X 射线波长由碰撞物质所决定,不同的材料具有不同的特定波长,称为特征 X 射线或

特征辐射。特征辐射的波长与物质材料有关,与加速电压无关。用于薄膜微结构表征,多晶X射线衍射分析和单晶结构分析都是应用特征X射线。

图1.1是特征X射线产生的示意图。从固体物理知,主量子数 $n=1$ 称为K层, $n=2$ 称为L层, $n=3$ 称为M层……电子由L层跃迁至K层空位发出的X射线称为 K_{α} ,L层内有三个不同能级,由量子力学选择定则只有两个能级的电子允许跃迁入K层。因此, K_{α} 由 $K_{\alpha 1}$ 和 $K_{\alpha 2}$ 组成, $K_{\alpha 1}$ 的强度为 $K_{\alpha 2}$ 的2倍,而波长较 $K_{\alpha 2}$ 短 $0.004\text{\AA}$ 。由M层电子跃迁入K层空位发出的X射线称为 K_{β} 。同样, K_{β} 是由 $K_{\beta 1}$ 和 $K_{\beta 2}$ 组成,由于 $K_{\beta 2}$ 强度很弱而常被忽略。 K_{β} 的强度为 K_{α} 的 $1/5$,为了得到高的强度和高分辨率,薄膜微结构表征通常采用 $K_{\alpha 1}$ 。

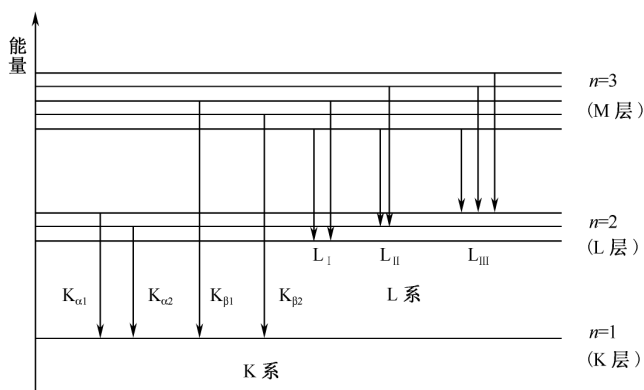


图 1.1 特征 X 射线产生示意图

1.1.2 封闭式 X 射线管

X射线源是提供X射线的装置,通称X光机或X射线发生器。它由X射线管、高压发生器、稳压稳流系统、控制系统、水冷系统以及各种安全保护电路组成。

图1.2是封闭式X射线管的构造示意图。阳极靶是由高纯物质组成,阴极灯丝一般用细的钨丝绕成一长的螺旋形。工作时阳极和阴极之间加 $30\sim 60\text{kV}$ 负高压,从阴极灯丝发射出热电子束,在高电压加速下,经聚焦罩作用下汇聚成线状,轰击阳极靶,发出X射线。值得指出的是,X射线管发射的X射线包含韧致辐射和特征辐射,如图1.3所示。另外,电子所具有的能量转变为X射线的部分非常小,X射线管的效率 η 可表达为

$$\eta = 1.1 \times 10^{-9} ZV \quad (1.3)$$

式中, Z 为阳极物质的原子序数; V 为X射线管工作电压。因此,要求阳极靶材料为导热良好、熔点高的纯金属,同时必须用足量的流动冷水冷却,以带走热量。用于薄膜结构表征的X射线管的靶材料有Mo、Cu、Co等,用于X射线衍射分析的X

射线靶材有 Ag、Mo、Cu、Co、Fe、Cr 等, 如果要“白光”X 射线可以用 W 靶。值得注意的是, 由于 K_{α} 和 K_{β} 辐射的激发电压接近, 因此, X 射线管发射的辐射一般都含有 K_{α} 和 K_{β} 。对于分辨率要求高的实验可采用滤波片把 K_{β} 滤掉, 如图 1.4 所示。表 1.1 列出常用阳极材料 X 射线特征波长和滤波条件。

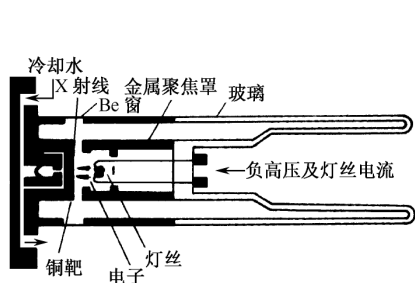


图 1.2 封闭式 X 射线管的构造示意图

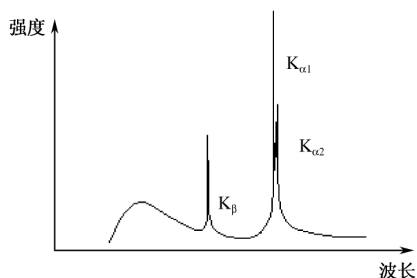


图 1.3 X 射线管发射的光谱

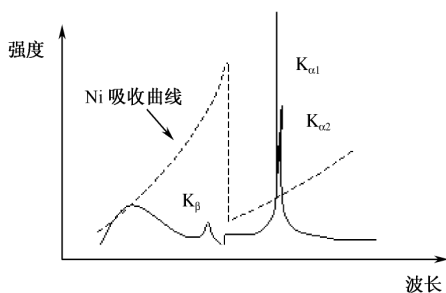
图 1.4 应用 Ni 吸收谱把 Cu 靶 K_{β} 辐射滤掉

表 1.1 常用 X 射线特征波长数据及滤波条件

靶 材		靶 面 发 射 的 X 射 线				滤 波			操作 电压 /kV
原子 序数	元素	$K_{\alpha}/\text{\AA}$	$K_{\alpha 2}/\text{\AA}$	$K_{\alpha 1}/\text{\AA}$	$K_{\beta 1}/\text{\AA}$	原子 序数	元素	K 吸收 限/ $\text{\AA}$	
24	Cr	2.2907	2.29361	2.28970	2.08487	23	V	2.2691	30~40
26	Fe	1.9373	1.93998	1.93604	1.75661	25	Mn	1.8964	35~45
27	Co	1.7903	1.79285	1.78897	1.62079	26	Fe	1.7435	35~45
28	Ni	1.6592	1.66175	1.65791	1.50014	27	Co	1.6081	35~45
29	Cu	1.5418	1.54439	1.54056	1.39222	28	Ni	1.4881	35~45
40	Zr	0.7874	0.79015	0.78593	0.70173	38	Sr	0.7697	50~55
42	Mo	0.7107	0.71359	0.70930	0.63229	40	Zr	0.6888	50~55
47	Ag	0.5607	0.56380	0.55941	0.49707	45	Rh	0.5339	50~55

使用X射线管还应注意焦斑和取出角。焦斑是靶面被电子轰击的面积,X射线的强度由单位面积焦斑的功率来决定。对X射线衍射分析一般常用线状焦斑,而X射线形貌术采用点状焦斑。取出角的定义为X射线管阳极平面与X射线出射方向的夹角,对于不同的取出角,最佳电压选择由等功率曲线决定,不同靶材料的等功率曲线不相同,其功率曲线峰值位置与取出角有关。如对Cu靶,工作电压为35kV时,取出角为 3° ,而工作电压为45kV时,取出角为 6° 。因此,X射线衍射仪的取出角一般为 6° 。

为了提高出射X射线的亮度以满足某些实验的需要,可以采用细聚焦X射线管或旋转阳极X射线发生器。因篇幅有限,本章不予介绍。

1.1.3 同步辐射光源

同步辐射(synchrotron radiation,SR)是高能量电子或正电子作加速运动时,所发射的电磁辐射。1946年Blewett^[1]首先在电子加速器上观察到同步辐射,标志着一种新的光源时代开始,从20世纪40年代第一代同步辐射光源到20世纪90年代第三代同步辐射光源建成,同步辐射光源的应用给予科学技术发展提供了一个新的实验平台,一种新的途径。一些常规光源认为不可能做的实验成为可能,而且还发展了很多新技术和新方法。现在同步辐射应用已被广泛认为是几乎所有学科不可缺少的分析工具,有力地促进和推动科学技术的各个领域的发展,成为当今最重要的X射线源之一。

同步辐射光源具有常规X射线源不具备的异常优越的特性^[1]:

1) 覆盖很宽的连续谱

SR连续谱的特征光子波长为

$$\lambda(\text{nm}) = \frac{1.864}{BE^2} \quad (1.4)$$

式中, B 为双极子磁铁的磁场,单位T; E 为电子能量,单位为GeV。图1.5为北京同步辐射装置(BSRF)从弯铁出射的同步辐射光谱。可以看到,其光谱从紫外线到硬X射线,提供了一个非常宽广的波长选择范围。原子、分子和蛋白质的尺度也在这长度内,而且化学键和晶体的原子间距也在这尺度范围。就是说,同步辐射很适合用来研究固体、分子和生物体的结构。

2) 高亮度

在环形加速器内,电子被加速到接近光速,除了残留气体原子对电子散射外,能量的损耗只是同步辐射。因此,理论上几乎全部输入的能量都转化为有用的同步辐射。图1.6为不同X射线源亮度的比较。可以看到,同步辐射光源的亮度是常规X射线源不可比拟的。

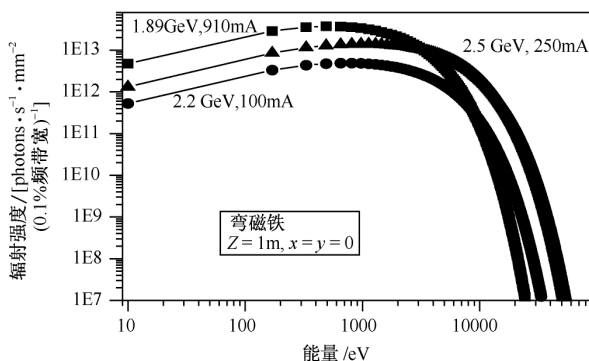


图 1.5 BSRF 从弯铁出射的同步辐射光谱

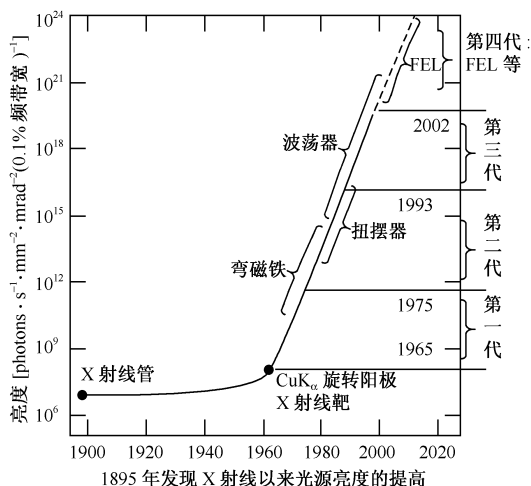


图 1.6 不同 X 射线源亮度的比较

3) 高准直性

同步辐射是沿着电子轨道切线方向以很小的立体角出射,光束的发散度约为 mrad 量级。这是高度准直的光束,其好处:①光源的面积小,因而光束的通量高;②准直性好,可以使样品与探测器的距离增大,因而,可以在样品台上安装各种附加设备(如环境室),同时进行热处理、磁场、应力等实验。

4) 偏振性

理论上,单电子的同步辐射是在电子轨道平面方向 100% 的线偏振,一般情况下,加速器是多电子束运行,会使电子束在轨道每点上有发散,造成偏振度降低,但

仍是高度偏振的光。在轨道平面上下,同步辐射是左旋或右旋的椭圆偏振。如果应用垂直反射的扭摆器(wiggler),还可以使偏振光沿垂直方向。偏振性是同步辐射的一个重要特征,对研究物质空间对称性谱学、晶体结构测定以及X射线光学十分有益。

5) 时间结构

同步加速器的运行是一束一束电子输入储存环,当电子经过储存环的光束线前端时,就有一束同步辐射光束线出射,因此,同步辐射光源是一种脉冲光源。脉冲时间与电子能量有关,一般为纳秒量级或更小。

同步辐射的时间结构提供了研究动态过程的可能性,如化学反应、生命运动、材料结构相变等过程,同步辐射光源的这一特点在第三代同步辐射光源体现更为充分。

6) 清洁光源

同步加速器和光束线都保持在 10^{-7} Pa 以上的高真空,因此,同步辐射光源是一种清洁光源。

同步辐射装置是一个耗资巨大的大科学工程,是几乎包括所有学科领域的实验平台。它的建造体现了国家科学技术的发展,体现了国家综合国力和工业水平,已经引起了发展国家和发展中国家的高度重视。

1.2 X射线准直和单色化

用X射线相干散射为探针表征样品结构时,通常是在倒易空间中来表述散射信号分布,为更精细、更简洁地表达倒易空间的情况,且便于数据分析,在角度色散X射线衍射(或称为角度分辨X射线衍射)实验配置下,是用单色平面波来近似描述入射X射线的行为,但一般来说,由光源引出的射线束的发散角度和频谱范围都比较宽。这样,会引起相应散射峰的展宽及相邻散射峰的叠加。因此,需要在光源与样品之间以及样品与探测器之间放置相应的光学元件来实现入射X射线束的准直和单色化。经常用的准直器有狭缝、准直镜、分析晶体等,在X射线范围内

实现单色化的常用光学元件主要是晶体单色器和多层膜单色器等光学元件。本节主要讨论狭缝、双晶单色器及多晶单色器。

1.2.1 狭缝

在光源与样品间放置一狭缝(图1.7),则入射光束的发散角 α 决定于光源尺寸 S 、狭缝宽度 L 以及光源与狭缝间距离 R ,即有

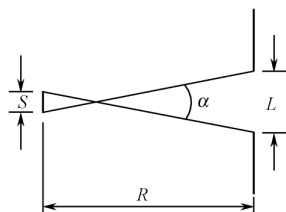


图1.7 单狭缝系统
光束发散角示意图

$$\alpha = \frac{S+L}{R} \quad (1.5)$$

可以看出,对于单狭缝系统,光束的发散角不小于光源尺寸与光源狭缝间距的比值。如果在光源及狭缝间距受限的情况下需要更小的发散角,可利用靠近光源点或其像点的双狭缝系统来实现(图 1.8)。此时发散角满足关系

$$\alpha = \frac{2L}{R} \quad (1.6)$$

式中, L 为狭缝宽; R 为前狭缝和后狭缝的距离。

从图 1.8 可看到,上述双狭缝系统是通过限制光源的有效尺寸来减小光束的发散角,这种狭缝又称为准直狭缝。此外,可以在双狭缝之间放置其他光学元件,这里不做详细讨论。

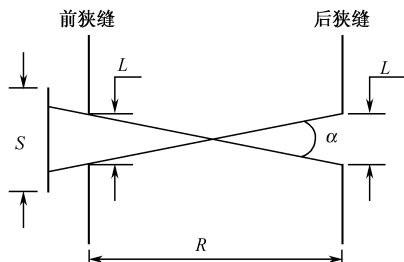


图 1.8 双狭缝系统光束发散角

1.2.2 双晶单色器

下面讨论利用晶体对 X 射线进行单色化。晶体衍射的布拉格衍射定律表示为

$$2d\sin\theta = \lambda \quad (1.7)$$

式中, d 为晶面间距; θ 为入射 X 射线波矢与晶面的夹角, 又称布拉格角; λ 为入射 X 射线波长。从式(1.7)可知, 对于以一定角度入射的 X 射线, 只有波长满足布拉格定律的 X 射线才能被晶体衍射(在本节中只简单讨论布拉格型衍射)。图 1.9 是根据式(1.7), 得到的入射 X 射线波长 λ 与布拉格角 θ 的关系, 称为 DuMond 图^[2]。利用 DuMond 图可以直观地分析实验系统的波长发散和角度发散。

若具有一定角发散度、波长连续的 X 射线束入射到晶体上, 根据式(1.7)可以得到出射 X 射线的波长发散 $\Delta\lambda$ (又称为出射 X 射线的能量分辨), 满足

$$\Delta\lambda = \omega \cot\theta \quad (1.8)$$

式中, α 为入射 X 射线的发散角; θ 为入射 X 射线的中心光束与衍射晶面的夹角; λ 为由式(1.7)得到的以 θ 入射的平面 X 射线经过晶体衍射的 X 射线波长。这种关系可由 DuMond 图示意表示(图 1.10)。

由式(1.8)的简单关系得到的 X 射线能量分辨, 在 α 远大于晶体 X 射线衍射摇摆曲线本征宽度(Darwin 宽度) ω_0 条件下成立。若 α 与 ω_0 相当, 则能量分辨率需通过考虑入射 X 射线角分布与晶体 X 射线衍射摇摆曲线的卷积来得到, ω 为 X 射线衍射动力学理论完美晶体 X 射线衍射摇摆曲线半高宽, 满足如下关系^[3]

$$\omega = 2C |F_h| \sqrt{b} \frac{\lambda^2 r_c}{\pi V \sin(2\theta_h)} \quad (1.9)$$

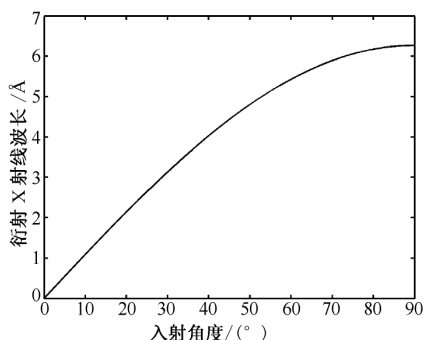
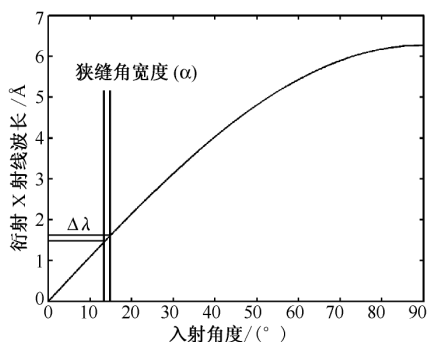


图 1.9 Si(111)晶体衍射 DuMond 图

图 1.10 Si(111)晶体及限束狭缝获得分辨率为 $\Delta\lambda$ 的 DuMond 图

式中, F_h 为结构因子; C 为偏振因子; λ 为入射 X 射线波长; θ_b 为布拉格角; b 为晶体衍射非对称因子, $b = \sin(\theta_b - \varphi) / \sin(\theta_b + \varphi)$, 其中 φ 为斜切角, 也就是衍射晶面与晶体表面的夹角; V 为晶胞体积; r_e 为电子经典半径, SI 单位为: $r_e = e^2 / 4\pi\epsilon_0 mc^2 = 2.814 \times 10^{-15} \text{ m}$ 。此值还将在第 2 章列出, 以后的章节出现 r_e 时将不再列出数值。

如果在第一块晶体后面再增加一块相同的晶体, 即组成双晶单色器。对于对称布拉格型衍射而言, 有两种排置方式, 分别以 $(+n, -n)$ 及 $(+n, +n)$ 表示。

图 1.12 是相应图 1.11 衍射几何的 DuMond 示意图, 可以看到, 对 $(+n, -n)$ 排置, 在两块晶体完全平行时, 对第一晶体发生衍射的各种能量的 X 射线也对第二晶体衍射, 如果第二晶体偏离一定的角度, 其偏离角度大于晶体的 Darwin 线宽 ω , 这时各种能量的 X 射线将同时不满足布拉格定律而无衍射, 这种排置方式称为无色散排置; 而对 $(+n, +n)$ 排置, 只有波长落在 DuMond 图上两曲线相交区域内的 X 射线才能发生衍射, 并且随两晶体间夹角的变化, 这一区域将沿波长轴移动, 这样的排置方式称为色散排置。在入射 X 射线的发散角 α 远大于 Darwin 宽度 ω 时, 双晶单色器 $(+n, -n)$ 的能量分辨率取决于入射角 θ 及发散角 α ; 而双晶单色器 $(+n, +n)$ 的能量分辨率则取决于入射角 θ 及晶体 Darwin 宽度 ω 。

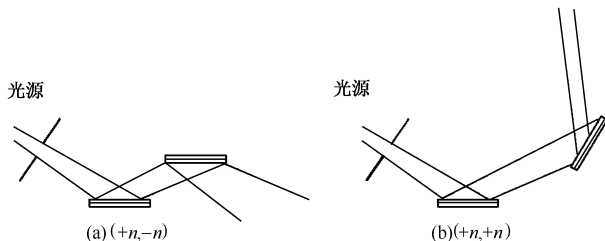


图 1.11 双晶单色器的两种排置方式

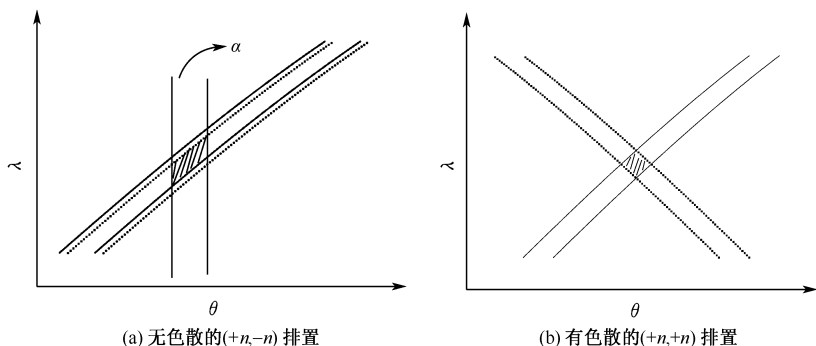


图 1.12 双晶单色器 DuMond 示意图

实线是第一晶体的衍射曲线,虚线是第二晶体的衍射曲线,阴影为经过单色器的出射 X 射线部分

从以上讨论可以看出, $(+n, -n)$ 布置的双晶单色器, 在入射 X 射线的发散角 α 远大于晶体 Darwin 线宽 ω 时, 出射光束的能量分辨率与单块晶体单色器的能量分辨率相同。但是, 仅用一块晶体做单色器, 在选取不同能量单色 X 射线时, 出射 X 射线束方向会发生变化, 这给样品及衍射仪调试带来困难。而 $(+n, -n)$ 型双晶单色器, 不改变光束方向, 并且通过调整第二晶体相对于第一晶体的位置, 可以实现能量扫描而出射光束沿同一条直线行进, 这样就方便了实验的操作; 其次, $(+n, -n)$ 型双晶单色器在同步辐射光束线中相对单一晶体的单色器还有降低高次谐波的优点, 由同步辐射弯铁或插入件引出的 X 射线具有宽频谱特点, 根据式(1.7), 且在消光规律允许的条件下, 以相同的角度入射、波长为 λ_0 及 λ_0/n 的 X 射线可分别被晶面 g 及 ng 沿相同角度衍射, 也就是说, 对于单一晶体单色器来说, 入射到样品上的 X 射线将含有倍频成分的高次谐波, 根据式(1.9), 在同一入射角下, 晶体的 Darwin 线宽 ω 正比于波长的二次方, 所以谐波处的 Darwin 线宽比基波的 Darwin 线宽窄很多, 这样, 可以使第二晶体稍微偏离严格的平行位置来降低或消除高次谐波。实现上述双晶单色器姿态调整的装置已经很成熟, 现广泛应用于同步辐射光束线上。

1.2.3 多晶单色器

根据 X 射线衍射动力学理论, 在布拉格衍射几何条件下完美晶体的反射率在其 Darwin 线宽 ω 范围内接近于 1, 随着 X 射线入射角度偏离的增大反射率下降很快。但是, 由于晶体中原子热振动及点缺陷的影响, 晶体一次反射的摇摆曲线的尾部展开较宽, 如图 1.13(a) 所示。可以看到, 在较大的角度范围内, 反射率仅下降到 10^{-3} 量级, 这种展宽将使样品 X 射线衍射曲线的精细结构变得模糊。由于晶

体的反射率在 ω 范围内接近于 1, 可以通过 $(+n, -n)$ 布置的多次反射来使出射束窄化, 同时使 ω 范围内光子通量损失较小, 从而提高样品 X 射线衍射曲线的信噪比, 实现高分辨测量。在图 1.13(b) 示出分别经过一次、二次、三次、四次反射后的反射率曲线, 可看到尾部的反射率随反射次数的增加而很快下降。

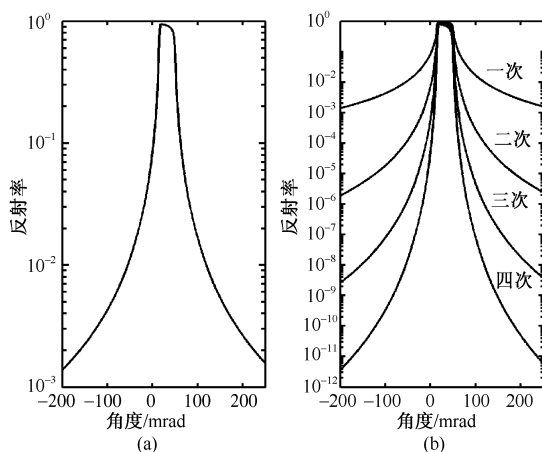


图 1.13 Si(111)晶体对能量为 8.05keV 的 X 射线(σ 偏振)的摇摆曲线

图 1.14 所示常用的四次反射 $(+n, -n, -n, +n)$ 、 $(+n, -n, +n, +n)$ 和五次反射 $(+n, -n, -n, +n, +n)$ 。

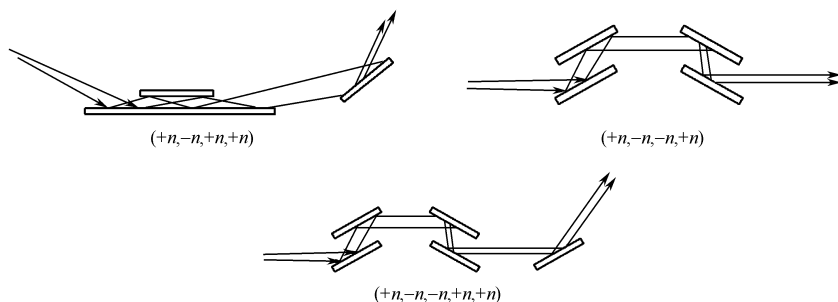


图 1.14 多晶单色器的几种布置方式

以上简单讨论了晶体单色器的几种情况, 在实际应用中, 由于多晶单色器调整比较困难, 一般采用在同一块较大的晶体上切出 $(+n, -n)$ 两个反射晶面的技术。同时, 综合考虑出射光束的发散度、光束截面积以及光通量, 根据不同实验的要求, 通过调整式(1.9)中的衍射非对称因子 b , 采用非对称衍射的方式, 来设计晶体单色器。有兴趣对 X 射线单色器进一步了解的读者可参阅文献[3]。

1.3 X射线探测器^[4]

从样品出射的散射信号分布在空间中,需要用探测器来检出,探测硬 X 射线的探测器按照工作介质的不同可分为:气体探测器(包括电离室、正比计数器、多丝正比室、微条气体室等);闪烁体探测器(由闪烁体与后续光探测器件组成,其中的后续光探测器件包括光电倍增管、半导体光电器件、电荷耦合器件等);固体探测器(包括半导体探测器、半导体微条探测器、硅像素阵列探测器等)。按照探测器的可探测的空间维数可分为:点式(零维)探测器(如电离室、正比计数器、闪烁体探测器、半导体探测器等);一维探测器(如一维单丝正比计数器、一维多丝正比室、单边读出的硅微条探测器等);二维探测器(如二维多丝正比室、双边读出的硅微条探测器、电荷耦合器件(CCD)、成像板等)。

各类探测器有各不相同的探测效率、探测灵敏度、动态范围、线性范围、时间响应、能量分辨率、空间分辨率等^[5,6],需要根据实验条件选择不同的探测器。点式探测器的空间分辨率决定于探测器窗口的大小、样品至探测器的距离及探测器的扫描精度;一维和二维探测器的空间分辨率决定于探测器单元的空间分辨率。另外,一维和二维探测器可以同时获得空间中多点的信息,相对于需要逐点扫描的点探测器来说可以大大地缩短计数时间。下面简单介绍几种常用探测器的特点。

1.3.1 计数器

商业化的 X 射线衍射仪器一般配备有正比计数器或闪烁体探测器。正比计数器工作在气体探测器特性曲线的正比区^[5,7],其结构通常是由桶形阴极板加上中心阳极丝组成的管子,内充惰性气体(所充惰性气体的种类由惰性气体原子对 X 射线的吸收截面决定,一般来说,用来探测 2~5keV 能量 X 射线的正比计数器,通常充氩气作为工作气体;而用于探测高于 10keV 能量 X 射线的正比计数器,通常充氙气作为工作气体)及少量的多原子分子气体如甲烷等(称为猝灭气体,用来吸收惰性气体原子退激发过程中产生的光子)。如图 1.15 所示,阴极板上加有近 2kV 高压,通过正比计数器窗口的入射 X 射线,在计数器的灵敏区内引起惰性气体的电离,被电离的惰性气体原子的数目(称为原初电离)正比于入射光子的能量(气体中电离一对离子所需的能量约为 30eV)。在外加高压作用下,电离生成的电子、正离子分别向阳极丝和阴极板漂移,由于越靠近阳极丝电场强度越高,电子在阳极丝附近将获得足够高的能量,可使更多的氩气原子电离,产生更多的电子正离子对,形成所谓的放大效应(一定的工作电压下,放大倍数 M 与入射光子的能量无关),于是,可以在阴极板上收集到同入射 X 射线能量成正比的电荷脉冲。正比计

数器的能量分辨率可优于 20%，与单道分析器配合可以很好地去除高次谐波；工作气体确定后，正比计数器的探测效率取决于入射窗的材料；通常情况下，正比计数器的动态范围小于 10^6 cps。另外，根据充气的方式不同，正比计数器可以分为流动气体和密封气体两种形式，密封气体的正比计数器，由于不需要充气装置，结构简单，但是受猝灭气体数量的限制，计数器有一定的累计计数寿命。

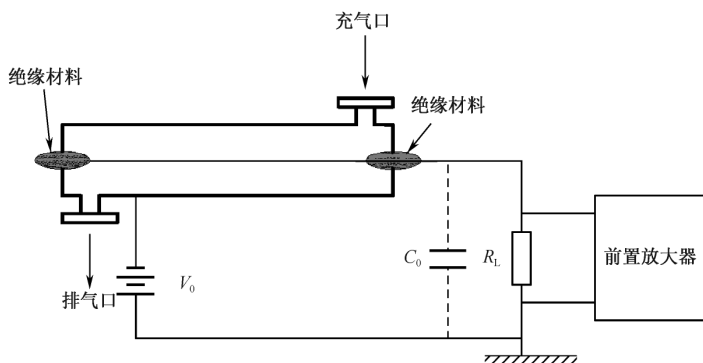


图 1.15 正比计数器结构示意图

闪烁体探测器由闪烁体、光电倍增管等光探测器件组成，其结构如图 1.16 所示。穿过 Be 窗的 X 射线入射到闪烁体内，使闪烁体原子(分子)受到激发，在退激过程中闪烁体发出荧光，这一光脉冲被后面的光电倍增管光阴极接收，光阴极发射光电子脉冲，并被后续的倍增电路放大，输出电荷脉冲信号；闪烁体的发光衰减时间、发光产额以及发射的荧光波长影响闪烁体探测器的性能指标。常用的闪烁体大体上可以分为三类^[8]：无机闪烁体、有机闪烁体、气体闪烁体。无机闪烁体大多数是一些固体晶体，如 NaI(Tl)、CsI(Tl)、BGO、BaF₂、GeF₃ 等，其中，衍射实验中通常用的 NaI(Tl)晶体的发光衰减时间约为 230ns，这决定了 NaI(Tl)探测器的最大计数率低于 10^7 cps 量级。一般来说，NaI(Tl)探测器的动态范围为 $0.1 \times 10^6 \sim$

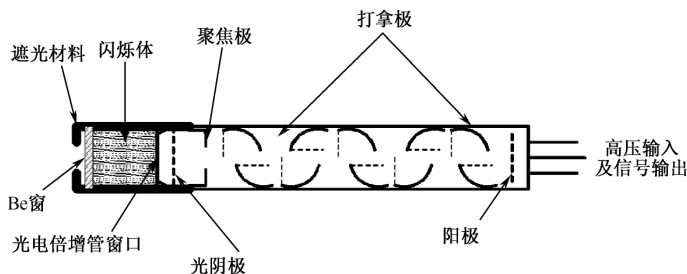


图 1.16 闪烁体探测器结构示意图

3×10^6 , 能量分辨率在 40% 左右。如果要探测强度高于 10^8 cps 的 X 射线, 有机塑料闪烁体将是理想的选择。

在同步辐射光束线中, 由于光束通量很高, 一般采用探测效率较低的电流电离室或累计电离室作为入射 X 射线监视器。电离室的结构一般采用平行板式和圆柱式两种形式, 图 1.17 是平行板式电离室的结构示意图。

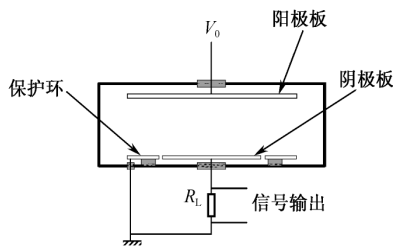


图 1.17 电离室结构示意图

与正比计数器相似, 电离室也是通过收集被 X 射线电离的带电粒子来工作的, 但其工作电压较低, 一般在 $200 \sim 400$ V, 这段电压范围位于气体探测器特性曲线的饱和区。在饱和电压下, 离子的复合效应基本消失。同时, 离子的漂移也不会引起雪崩效应, 此时探测器效率仅依赖于气体的电离产额及吸收的光子数。

能量分辨率最好的探测器当属半导体探测器, 半导体探测器的能量分辨率比气体探测器大约高一个量级, 也比闪烁体探测器高。通常用作 X 射线能谱测量的半导体探测器有 Si : Li 探测器和 Ge : Li 探测器, 半导体探测器的工作原理是利用 X 射线入射到半导体探测器的灵敏区, 产生电子-空穴对。入射 X 射线光子在硅晶体或锗晶体中产生正比于光子能量的电子-空穴对载流子(对于硅晶体来说产生一对电子-空穴对所需要的能量为 3.3eV), 载流子经过收集, 放大后输出电荷脉冲, 再经过多道分析器即可输出入射 X 射线的能量谱。半导体探测器的探测效率接近 100%, 能量分辨率在 2% 左右, 但它们的饱和计数值较低, 一般在 10^4 cps 的量级。半导体探测器的噪声源主要有: ①探测器体内漏电流的起伏; ②探测器表面漏电流的起伏; ③与串联电阻或探测器接触不良有关的热噪声。对于第一类噪声, 可以通过提高晶体的纯度以及降低探测器的使用温度来抑制; 通过改善半导体探测器的制作工艺, 尽量减少各种污染, 可以降低第二类噪声; 第三类噪声与探测器的未耗尽区的串联电阻有关, 如果采用全耗尽探测器则这类噪声可以忽略。相比而言, Ge : Li 探头的探测效率比 Si : Li 探头高, 但 Ge : Li 探头的逃逸峰能谱范围比 Si : Li 探头宽。

1.3.2 位敏探测器

气体位置灵敏探测器实际上是一种具有位置分辨的正比计数管, 不同的阳极丝的数目、阴极的形式以及信号读出的方式, 决定了探测器所能探测的维数。对于一维位置灵敏探测器来说有: 单丝室、电荷传播时间差读出结构; 单丝室、阴极板电荷分配结构; 多丝室、阳极丝直接读出定位结构等。前两种形式对应的结构原理如图 1.18 和图 1.19 所示。

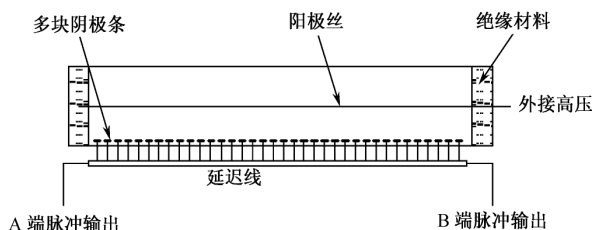


图 1.18 电荷传播时间差(阴极延迟线)读出形式的一维气体位置灵敏探测器示意图

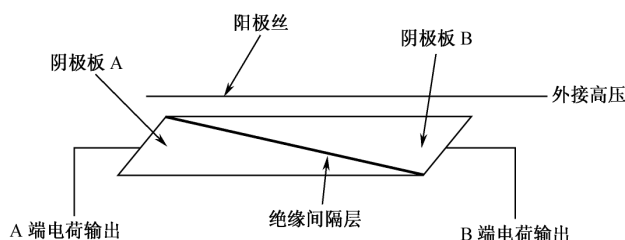


图 1.19 电荷分配读出形式的一维气体位置灵敏探测器原理示意图

有关这两种单丝结构的一维位置灵敏探测器的空间位置定位的原理,有兴趣的读者可以参阅文献[9]、[10]等。二维气体位置灵敏探测器是可采用多丝气体室结构、微条气体室、Micro-CAT 气体图像室等^[11]。一般来说,位置灵敏探测器由装在金属腔内的阳极丝和阴极板组成,腔体用铍窗密封,腔内通 95%氙气与 5%甲烷的混合气体,以一定速率流过腔体,以保持腔体内一定的气压。入射 X 射线光子使气体分子电离,并在同一空间位置引起阳极丝上的电荷脉冲,通过比较阳极丝两端输出的不同脉冲幅度值(高阻阳极丝)或比较阳极丝两端输出脉冲的不同时间值(低阻阳极丝),可以知道入射 X 射线的位置。气体位置灵敏探测器中单根丝能承受的最大计数率为 10^4 cps 量级,如果计数率过高,位置灵敏探测器的阳极丝会受到损伤;气体位置灵敏探测器的空间分辨可达几十微米。

1.3.3 面探测器

面探测器可以大大地提高倒易空间强度分布的测量效率,除了二维气体多丝室、双边读出硅微条探测器、硅像素阵列探测器等,常用的 X 射线二维探测器还有成像板^[12]和电荷耦合器件(CCD)^[13]。成像板的感光物质是铈活化的钡卤化物($\text{BaF}_2:\text{Eu}^{2+}$, $\text{Y}=\text{Cl}$ 或 Br),入射 X 射线光子激发感光物质的电子,使其跃迁到亚稳态,X 射线衍射或散射强度信息便暂存于成像板上。然后,将成像板放在读出系

统中,经过线扫描的激光器照射使亚稳态的电子退激,收集电子退激后发出的可见光信号便可获得样品的 X 射线衍射或散射强度分布信息。成像板的像素一般为 $50\sim 150\mu\text{m}$,每个像素的最大计数可达 10^5 光子,成像板的探测面积可以做得很大,目前可以达到几十厘米,因此有较宽的取谱范围,一块板子的读出时间一般需要几分钟左右。

CCD 是利用 MOS 电容阵列来存储 X 射线衍射或散射强度信息,CCD 的结构是在一块硅半导体基片上集成很多小尺寸的 MOS 电容,在每个 MOS 器件的金属栅极上加合适的电压,这样每一个 MOS 器件(称为像元)就相当于一个小的半导体探测器。考虑到 CCD 的探测效率(CCD 的探测效率取决于耗尽区对光子的吸收概率,耗尽区对可见光的吸收效率比对 X 射线的吸收效率高得多)、动态范围(可见光在耗尽区产生的电子-空穴对数目比 X 射线光子产生的电子-空穴对的数目少很多)、有效探测面积以及辐射损伤等因素,用于 X 射线的 CCD 常利用间接照射的方式^[14~16],即先利用磷光屏或闪烁屏将 X 射线转变成可见光,经过光耦合器件将可见光传到 CCD 的像元上,再由 MOS 电容阵列来收集可见光信号,然后经由读出电子学系统读出。CCD 的空间分辨率取决于像素的大小,CCD 的视场尺寸也与像素的大小相联系,利用不同形式的光耦合系统,可以按照实验要求订制高分辨率、较小视场的 CCD 或低分辨率、较大视场的 CCD,目前常见的 CCD 像素一般在几个到十几个微米,相应的视场尺寸为几个到几十个毫米,甚至二百多毫米。CCD 的读出时间很快,一般在几十到几百毫秒的量级。此外,暗电流噪声会影响 CCD 的探测效果,有效的冷却技术会提高 CCD 探测器的质量。

参 考 文 献

- [1] Giorgio Margaritondo. Introduction to Synchrotron Radiation. Oxford University Press, 1988.
- [2] Du Mond J W M. Phys. Rev., 1937, (52): 872.
- [3] Tadashi Matsushita, Hiro-o Hashizume. In: Handbook on Synchrotron Radiation. Vol. 1. (North-Holland) 1983.
- [4] X-ray Data Booklet, Center for X-Ray Optics and Advanced Light Source. Lawrence Berkeley National Laboratory, 2001.
- [5] 徐克尊等. 粒子探测技术. 上海: 上海科学技术出版社, 1981.
- [6] 马礼敦. 近代 X 射线多晶体衍射——实验技术与数据分析. 北京: 化学工业出版社, 2004 年.
- [7] 复旦大学、清华大学、北京大学. 原子核物理实验方法, 上册. 北京: 原子能出版社, 1985 年.
- [8] 谢一冈等. 粒子探测器与数据获取. 北京: 科学出版社, 2003.
- [9] Charpak G et al. NIM, 1979, (162): 405.
- [10] Radeka V. IEEE NS-21, 1974: 51.
- [11] Sarvestani A et al. J. Synchrotron Rad., 1999, (6): 985.
- [12] Miyahara et al. NIM A, 1986, (246): 572.
- [13] 宋毓英等. 光电子技术. 北京: 电子工业出版社, 2002.

- [14] Strauss M G et al. NIM A, 1988,(266) : 563.
- [15] Rodricks B et al. Rev. Sci. Instrum., 1989,(60) : 2586.
- [16] Tate M W et al. Synchrotron Rad. News, 1996,(9): 19.

(麦振洪 贾全杰)