

X光透镜在X射线衍射技术中的应用

王大椿 陈俊 李玉德 赫业军 颜一鸣

(北京师范大学射线束技术与材料改性教育部重点实验室, 北京师范大学低能核物理所 北京 100875)

摘要 用整体平行束X光透镜代替常规衍射仪的索拉狭缝和/或附加狭缝,入射和衍射X光强度可提高1.5—3.5倍,分辨率可达 0.4° ,可用于薄膜、粉末样品和离子束沉积样品的分析。将微会聚X光透镜应用于生物大分子衍射、高压X射线衍射、四圆X射线衍射3个不同的衍射领域,在相同X光源功率条件下,使用X光透镜后的衍射强度提高到原来的3—10倍,信噪比和分辨率有不同程度的改善。

关键词 X衍射, X光透镜, 平行束

中图分类号 O434

X光聚束系统也称X光透镜,它由俄国科学家库马霍夫所发明^[1],所以又称为库马霍夫透镜。X光聚束系统是由大量X光导管组合而成的大功率宽波段X光聚束系统。X光在组成透镜的每一根X光导管中进行传播,只要保持所有入射X光的掠射角小于全反射临界角的条件,就可以获得高的X光传输效率。目前,我们研制、开发的透镜有以下3种类型:(1)会聚X光透镜;(2)平行束X光透镜;(3)微会聚X光透镜。会聚X光透镜,它是将发散的X光会聚成很小的束斑,这样,就可以大大地提高X光束的功率密度,缩小束斑的大小,同时,还可以选择X光的波段范围。平行束X光透镜(又称半透镜),它是将发散的X光聚集起来,转化为平行光束,或者反过来,将平行光束会聚成很小的束斑。这种平行束透镜在X光衍射、小角散射分析、X射线光刻、LIGA技术、医疗诊断、X光天文望远镜等领域中都有广泛的用途。微会聚X光透镜的性能介于会聚X光透镜和平行束X光透镜之间,用这种透镜可以获得束径小而强度高的平行的X光束,这在小晶体的衍射分析、织构和应力测量中是非常有用的。

整体平行束X光透镜的导管是互相紧密粘接的,且管壁很薄,从而大大增加了X光的传输效率和出射X光的功率密度。该X光透镜具有小巧、机械性能好、便于安装等特点。因此不但可以据此设计新一代的X光仪器设备,而且还可以将透镜加到旧有的X光仪器设备上以增强和扩大旧仪器设备的功能^[2]。

1 整体平行束X光透镜在常规X射线(粉末)衍射仪上的应用

常规X射线(粉末)衍射仪是由X光管、转角仪和探测系统三部分组成的。衍射需要的平行X光靠两组水平排列的索拉狭缝、发散狭缝、防散射狭缝、接收狭缝等光阑系统对X光水平和垂直方向的限制而获得。索拉狭缝的最好透射率只有75%,差的只有50%或更小。发散狭缝也不能开得很大,一般为 1° 左右。这一切使入射光强和衍射光强都受到很大的损失。粉末衍射仪对一般多晶样品的衍射测量采用样品和探测器联动方式。由于聚焦圆的存在,即使样品被照射的面积较大,也能保持较高的分辨率,从而提高了仪器的灵敏度和分辨率。然而对于薄膜样品(1—1000 nm),由于衍射信号较弱,衍射实验往往不能按照原来的模式进行(即既转动样品又转动探测器来测量衍射曲线),而是采用掠入射几何,即固定小的掠入射角,以增加样品的有效厚度。为了在常规衍射仪上进行薄膜样品的衍射测量,常用的方法是加工一套附加狭缝,即在X光源和样品之间加一个限束狭缝,在样品和探测器之间加一个垂直的索拉狭缝(这种方法被称为平行光束法)。这样一来不仅入射X光强度因受狭缝限制而很低,而且分辨率也较差,一般 $\geq 1^\circ$ 。我们用整体平行束X光透镜代替常规衍射仪的附加狭缝或索拉狭缝,这时照射到样品上的是一束平行X光,如图1。

平行束透镜将X光源发出的发散光会聚成准平

第一作者:王大椿,男,1936年出生,1962年毕业于北京大学技术物理系原子核物理专业,教授,从事核物理、核技术、离子注入物理、X光等研究和教学工作

收稿日期:2001-11-22

行光,透镜的收集角可达 0.1 rad (或更高),比附加狭缝或索拉狭缝的收集角大得多。因此,打到样品上的 X 光强 (功率密度) 要比用附加狭缝或索拉狭缝时高 $1.5\sim 3$ 倍 (和 X 光管的焦斑大小有关)。又由于入射到样品上的是准平行光,所以,样品可以选得大一些,衍射臂可不用索拉狭缝而用光阑,以提高衍射强度。因此,总的衍射强度可比用附加狭缝或索拉狭缝时提高 $1.5\sim 5$ 倍或更高。可以做高功率衍射仪 (甚至于在同步辐射上) 才能做的实验。初步实验结果表明: X 光透镜可以提高入射 X 光强度,提高对薄膜样品的衍射强度,即探测灵敏度。分辨率可达 0.4° 。可用于多晶薄膜、粉末样品、离子注入或离子束沉积样品的分析。

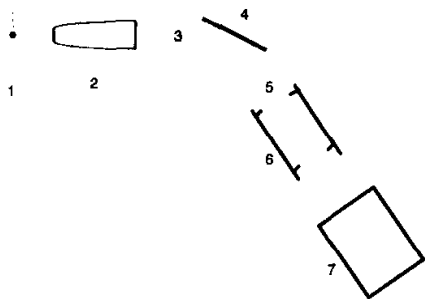


图 1 掠入射衍射测量装置

1. X 光源, 2. 整体平行束 X 光透镜, 3. 自透镜出射的 X 光, 4. 样品, 5. 衍射 X 光, 6. 光阑系统, 7. X 光探测器

Fig.1 The diffraction experimental setup for the incident X-ray by the glancing angle

1. X-ray source, 2. Monolithic X-ray lens, 3. Output X-ray from lens, 4. Sample, 5. Diffraction X-ray, 6. Aperture system, 7. X-ray detector

应用举例:

(1) 离子束沉积样品的分析: 在硅衬底上相间镀上 Ti、Fe、C 等元素, 每层为 5 nm , 共计 300 nm 。该样品曾在某实验室的衍射仪上用 $40 \text{ kV} \times 100 \text{ mA}$ 电功率进行过分析, 但无结果。我们用 $30 \text{ kV} \times 30 \text{ mA}$ 的电功率, 分别在入射角为 $\theta = 5^\circ$ 、 $\theta = 7^\circ$ 、 $\theta = 10^\circ$, 衍射角为 $2\theta = 20^\circ \sim 90^\circ$ 的扫描测量中得到了 Ti、Fe、C 等元素的衍射峰随 θ 角而变化的丰富信息。

(2) 金箔的衍射测量: 我们用 68 nm 的金膜及 Au-Si 表面位垒探测器表面镀金层 (约 $20\sim 40 \text{ nm}$), 甚至 6.8 nm 镀金薄膜, 分别进行入射 $\theta = 5^\circ$ 、 $\theta = 7^\circ$ 、 $\theta = 10^\circ$, $2\theta = 20^\circ \sim 90^\circ$ 的衍射测量, 都得到了非常明确的 Au(111)、Au(200)、Au(220)、Au(311)、Au(222) 等衍射峰。但是, 在用 θ 、 $2\theta = 20^\circ \sim 90^\circ$

作同步扫描测量时, 这些衍射峰却是很不明显或者根本就测不到。这说明平行束透镜的使用对薄膜的衍射分析具有明显的好处。

(3) 微弧氧化样品的分析: 在钛金属器件的表面用微弧氧化方法长上一层绝缘、耐磨的氧化层, 此氧化层质量的优劣直接影响产品的寿命和其他经济指标。我们用带 X 光透镜的衍射装置, 只用 900 W 的电功率就得到了比较好的分析结果。并且证明: 在相同的电功率条件下, 用平行束透镜时的衍射峰强度比用 soler 狭缝时的衍射峰强度高 3.5 倍, 也就是说, 在某些情况下用平行束透镜比用 soler 狭缝更有优越性。

2 将整体微会聚 X 光透镜应用于生物大分子晶体衍射装置^[3]

将微会聚 X 光透镜应用于中国科学院生物物理研究所的生物蛋白的大分子衍射分析装置, 用它代替美国的双聚焦镜 (一种新型的单色器准直聚束装置), 同时在透出口加 $11 \mu\text{m}$ Ni 片获取单色 X 光。对几种不同大分子晶体进行了衍射对比实验, 实验后发现, 使用透镜后的平均衍射强度是原来的 8 倍。采集数据的分辨率在原来的基础上改善 $0.02\sim 0.06 \text{ nm}$ 。透镜的使用, 不仅改善了生物大分子衍射的分辨率, 而且明显地提高了衍射强度和测试分析速度。这对生物大分子晶体衍射有着重要的意义: 可以分析原先不能分析的小晶体和生长得不好、不完整的晶体; 有利于随时修正生长晶体的工艺, 指导晶体的生长; 由于测试时间的明显缩短, 对晶体的老化和稳定的要求可以放宽; 原先收集一套数据要用几个晶体样品才能完成的实验现在有可能用一个样品就可以完成, 提高了晶体结构分析的精度和可信度。

3 整体微会聚 X 光透镜应用于高压 X 射线衍射仪

在中国科学院物理研究所高压 X 射线衍射仪上, 为了获得尽可能强的 X 光, 样品架是靠近 X 光机出口的, X 光源至样品的距离仅为 135 mm 。把样品架后移, 在 X 光机和样品架之间加入微会聚 X 光透镜, 让样品处于透镜的后焦点上, 此时 X 光源至样品的距离为 320 mm 。结果, 使用透镜后的衍射强度是原来的 2 倍, 照相底片的对比度有明显提高。如果原工作距离也是 320 mm , 衍射强度将提高到原来的 8 倍以上。过去物理研究所的高压 X 射线衍射仪一直昼夜不停地工作, 使用透镜后可使实验时间

缩短一半以上。

4 X 光透镜在西门子 (Siemens) P4 型四圆衍射仪上的应用

对中国科学院成都分院分析测试中心的西门子 P4 型四圆衍射仪进行了使用微会聚 X 光透镜的衍射对比实验。样品为西门子公司提供的直径为 0.4mm 的球形 Ylid 标准晶体。X 光源至样品距离为 274mm。我们去掉石墨单色器,在 X 光机出口加 Zr 片实现 X 光单色化。使用焦斑为 1mm×1mm 的 X 光管,衍射分辨率和调光精度达到原来实验要求的前提下,使用透镜后的衍射强度提高到原来的 2.2 倍。当使用焦斑为 0.4mm×0.8mm 的 X 光管,使用透镜后的衍射强度提高到原来的 5.1 倍。

总之, X 光透镜不仅在微束 X 射线荧光分析、深亚微米 X 射线光刻领域的开发卓有成效,显示了广阔的应用前景,而且在 X 射线衍射分析,特别是对于需要平行束的衍射装置,例如粉末衍射仪、生

物蛋白的大分子晶体结构分析仪、高压条件下的微晶衍射仪、带双晶或四晶单色器的衍射仪, X 光透镜的使用都可能带来高效益,可进行高电功率衍射仪甚至同步辐射才能进行的实验,或大大缩短实验时间。由于 X 光透镜发散度的限制,目前透镜还只能应用于 X 光束发散度大于 0.2° 的衍射领域。X 光源至测试样品的距离越长,使用透镜的效果越明显,即衍射强度放大倍数越高。

参考文献

- 1 Kumakhov K M, Komarov F F. Phys Rep, 1990, 191 (5):289—350
- 2 王大椿, 颜一鸣, 赫业军, 等. 大学物理, 1998, 17(10): 1—5
WANG Dachun, YAN Yiming, HE Yejun, *et al.* University Physics, 1998, 17(10):1—5
- 3 HE Yejun, CHEN Jun, LI Yude, *et al.* Journal of X-ray science and Technology, 1998, 8:145—149

Applications of X-ray lens in X-ray diffraction techniques

WANG Dachun CHEN Jun LI Yude HE Yejun YAN Yiming

(Key Laboratory for Beam Technology and Materials Modification of Ministry of Education,
Institute of Low Energy Nuclear Physics, Beijing Normal University, Beijing 100875)

Abstract By using monolithic parallel beam X-ray lens instead of the attachment slits or Soller slits, the X-ray intensities both incident on and diffracted from the sample can be 1.5—3.5 times than the original and a resolution of 0.4° can be reached, thus the diffractive setup with X-ray lenses can be used to analyse thin film, powder and ion beam deposit samples. By using the slightly focusing X-ray lens in the macromolecular crystallography, high pressure and four circle X-ray diffractometers and at the same electric power supply, the diffracted intensities can be raised 3—10 times than the traditional diffractive equipment. In addition the signal to noise ratio and the resolution can be improved to a certain extent.

Key words X-ray diffraction, X-ray lens, Parallel beam

CLC O434