

高压衍射光路的准直与散射背底屏蔽

李晓东 刘景 李延春 杨世顺

(中国科学院高能物理研究所 北京 100039)

摘要 在同步辐射高压 X 射线衍射光路中,通过建立准直系统屏蔽来自金刚石的康普顿散射和实验环境中的杂散光,有效地降低了散射背底.通过两次专用光期间的测试表明,准直系统对于信噪比的提高有较为显著的效果,使以前不能进行有效测量的一些高压样品可以得到较好的能量色散 X 射线衍射数据,并为进行 MPa 压力下的原位测试提供了有效的手段.

关键词 同步辐射 高压 准直

1 引言

能量色散 X 射线衍射实验是研究高压极端条件下材料状态方程和晶体结构相变的一种重要方法.20 世纪 90 年代初国内开始应用北京同步辐射装置(BSRF)开展高压衍射实验工作.高压衍射实验的样品是放在金刚石压腔(DAC)中的,样品尺寸极小,相对于常规实验来说衍射信号很弱.因此实验中光路的精确准直及散射背底的屏蔽尤为重要.但是在以往的实验中,轻元素、纳米材料、非晶、有机物等材料的实验以及 MPa 以上压力的实验往往因为样品信号大大低于散射背底而无法进行.衍射光路准直系统的建立有效地解决了这个问题,在一些衍射信号较弱的样品实验中获得了较好的信噪比.

2 结构与原理

在进行高压能量色散 X 射线衍射实验的过程中,散射背底的主要来源是 DAC 中的金刚石受到 X 射线照射后产生的康普顿散射以及实验环境(hutch)中的杂散光.在添加衍射光路准直系统之前,探测器所接收的信号只受到窗口前狭缝的限制,具有较大的接收角,使入射光路上的金刚石康普顿散射以及环境中的杂散光大量进入探测器接收窗,造成了很大的散射背底,严重影响了信号较弱的样品的测量.准直系统主要是屏蔽来自这两个方面的噪声.

如图 1 所示,准直系统由一个五维可调的 (x, y, z, θ, ϕ) 的铜制金属管(tip)及其控制系统组成.其中 x, y, z 方向分别通过一个由步进电机带动的滑台来进行控制,其精度可以

达到 μm 量级; θ, ϕ 方向通过一个电动二维旋转镜架控制,调节精度可以达到 μrad 量级. 图中的两个 He-Ne 激光器分别用于建立入射光路基准和衍射光路基准. 其中激光器 1 固定在入射光束线的末端, 激光器 2 固定在探测器转臂上.

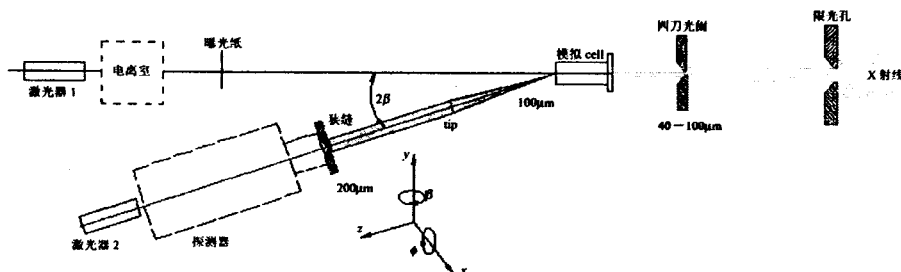


图 1 准直系统光路示意图

图 2 所示为 tip 的结构图. tip 分为三部分, 头部, 中部以及尾部. tip 的头部为锥形并有一直径 1mm 的通孔. 在孔中塞入约 2mm 厚的铅块, 然后沿 tip 轴向钻一个宽度约为 $100\mu\text{m}$ 的矩形狭缝. 可以事先制作钻有不同宽度狭缝的 tip 头, 在实验的过程中根据要求选用. tip 中部设计为不同的长度, 在 $100\text{--}250\text{mm}$ 之间可选, 实验时根据信号的强度和分辨率要求进行选择. tip 的尾部为一个宽度可调的狭缝, 安装时接近探测器的接收窗. tip 头部的 X 光口及尾部狭缝都竖直放置, 这样既保证了衍射光路的准直和探测器的分辨率, 又可以使探测器获得足够强的衍射信号. 在 tip 的头部与中部的连接部分采用了螺纹与定位鞘结合的方法, 用螺纹连接两个部分, 用定位鞘保证轴向精度. 这样在实验的过程中可以比较方便地根据实验要求更换 tip 头(主要目的是选择不同宽度的 tip 入射狭缝)而不会影响整个衍射光路的准直和定位.

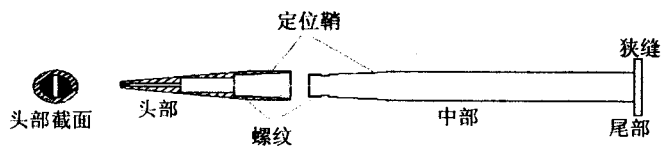


图 2 tip 结构示意图

调节入射光路: 在固定好的曝光纸上建立 X 光通光孔(如图 1 所示位置), 调节激光器 1 使它发出的激光透过通光孔并到达限光孔的中心位置, 建立入射光路基准. 将四刀光阑调节到实验所需的开孔大小, 参照激光基准放入入射光路上, 用电离室接收到的信号对四刀光阑进行扫描, 使透过的 X 光达到最大. 再用与调节四刀光阑同样的方法对模拟 cell 进行调节定位. 这样四刀光阑及模拟 cell 的通光孔便确定了真实的 X 入射光路.

调节衍射光路: 将探测器转臂转到入射光路位置, 调整转臂上的激光器 2 使它发射的激光通过入射光路上的四刀光阑、模拟 cell 并到达限光孔, 建立激光基准, 同时将角度计数器清零. 在探测器转臂上安装好衍射光路准直系统, 参照激光基准调整 tip 的 x, y, z 以及 θ, ϕ 五维姿态, 使激光可以从 tip 的尾部狭缝进入并从头部的小孔出射, 完成 tip 的初步准直, 然后用电离室对 tip 进行扫描, 使透过 tip 的 X 光达到最大, 至此衍射光

路与入射光路完全重合.

设定旋转中心: 完成以上步骤后, 将探测器转臂转到任意 2θ 角度, 观察模拟 cell 上激光 2 光斑位置的变化, 沿入射 X 光轴方向调整模拟 cell 的位置, 使激光在通过 tip 后始终照射在模拟 cell 的中心(即入射 X 射线的穿过点). 不断变换 2θ 角, 微调模拟 cell 在入射光路上的位置, 直至激光 2 准确对准模拟 cell 的通光孔, 并将样品轴向位置确定为零位. 此时, 模拟 cell 的通光孔位置即激光 2 与入射 X 光的交叉点便是旋转中心的粗略位置, 也是接下来的实验中对不同 DAC 样品进行定位的参照位置. 这个基准位置在一轮专用光实验中要始终保持不变. 由于通过 He-Ne 激光准直确定的旋转中心精度较低, 在实际实验中, 样品沿入射 X 光轴的位置还要通过样品衍射信号的强弱变化进行扫描优化. 目前这一步骤还只能参照探测计数器的手动调节. 下一步将扩展衍射信号获取程序, 完成自动扫描.

在建立衍射光路基准和设定旋转中心的过程中, 应该使 tip 头部尽量靠近 cell, 探测器接收窗尽量靠近 tip 尾部的狭缝, 最大可能地减少杂散光的侵入.

从前面的衍射光路示意图以及 tip 结构图中可以看到, 因为 tip 的细长结构, 同时由于探测器接收窗距离 tip 尾部狭缝的距离很近, 可以认为除了经过 tip 的衍射信号外探测器不再接收其它信号, 因此实验环境中的散射背底对样品信号的影响被降低. 同时由于 tip 的入射窗口非常狭小, 对金刚石所产生的大部分康普顿散射进行了有效的屏蔽.

3 结果讨论

在 2001 年 2 月的同步辐射专用光期间对准直系统进行了安装和调试, 并在 5 月份

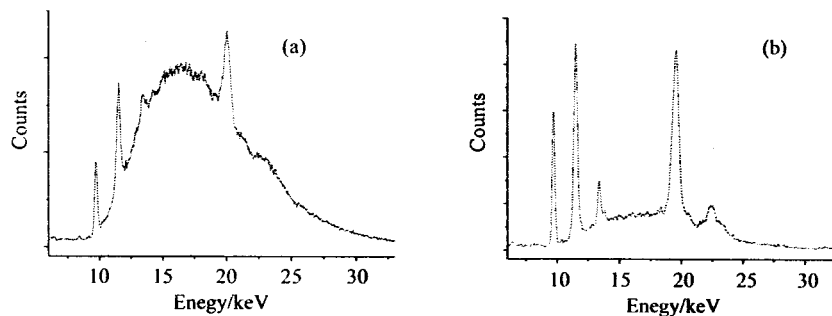


图 3 80GPa 下获得的不同信噪比衍射数据

(a)无 tip; (b)有 tip.

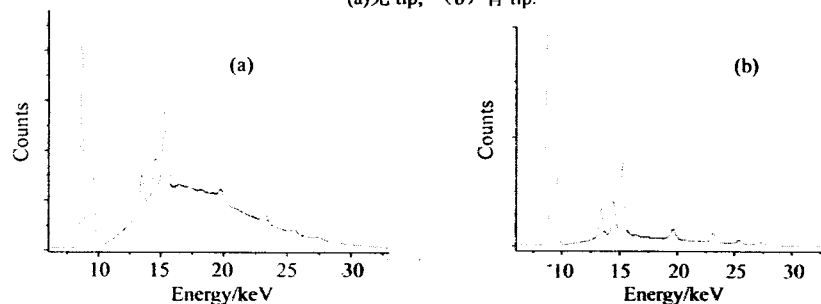


图 4 tip 效果对比图—常压下纳米 ZnO 的 EDXD 数据

(a)无 tip; (b)有 tip.

和 10 月份的专用光期间将其应用到了大部分高压实验当中, 取得了比较好的效果. 图 3 为非晶硼纳米线在 80GPa 压力下获取的实验数据, 其中的衍射峰来自压力内标 Pt. (a) 为没有 tip 的情况; (b) 为使用 tip 后的结果. 从图 3 可以明显地看出, 由于衍射光路准直系统对散射背底进行了有效的屏蔽, 明显地改善了信噪比. 图 4 为纳米 ZnO 的 EDXD 衍射数据, 从中也可以看出同样的效果.

目前的衍射光路准直系统依然存在一些问题, 尤其是旋转中心的确定需要高精度的显微定位系统和信号扫描系统, 这将在以后的实验中不断地改进和完善.

感谢胡静竹老师和沈国寅老师在 tip 结构方面的建议和指导.

参考文献(References)

- 1 Jamieson J C. J. Geology, 1957, 65:334
- 2 ZHAO Jing, LIU Jing, YANG Yang. Chinese Journal of High Pressure Physics, 1999, 13(4)

Collimation in Energy Dispersive X-Ray Experiment under High Pressure

LI Xiao-Dong LIU Jing LI Yan-Chun YANG Shi-Shun

(Institute of High Energy Physics, CAS, Beijing 100039, China)

Abstract A collimation system is designed to improve the orientation of diffraction beam more exactly and suppress the scattering background in the energy dispersive X-ray diffraction (EDXD) experiment in high pressure station at BSRF. During twice SR dedicated mode, the results of some experiments show that the collimation system can improve the signal-to-noise ratio very much. The quality of the data from some materials whose diffraction signal are too weak to be measured before is much better. The system provide a useful way of the megabar experiment.

Key words synchrotron radiation, high pressure, collimation