

# 实验室晶体积分衍射效率标定方法研究

韦敏习 杨国洪 易 涛 侯立飞 刘慎业 李 军

(中国工程物理研究院激光聚变研究中心, 四川 绵阳 621900)

**摘要** 基于 X 射线衍射仪运行的稳定性和角度的精密控制能力,以平面季戊四醇(PET)晶体为样品,对晶体的积分衍射效率标定方法进行了实验研究。实验的光源是 Cu 靶 X 射线管,通过适当选取镍滤片和精细控制管电压,极大地抑制了  $K\beta$  线谱和韧致辐射,实现了  $K\alpha$  线能量单色化。正比计数器前端的狭缝是 0.05 mm,采用  $0.001^\circ$  的步进角度对源强和  $K\alpha$  线衍射峰分别进行扫描。数据处理后得出在 Cu 的  $K\alpha$  线能点(8047.823 eV)处,该平面 PET 晶体的积分衍射效率是  $(1.759 \pm 0.002) \times 10^{-4}$  rad。实验结果表明该方法可以在实验室条件下快速、方便地完成平面晶体积分衍射效率的标定。

**关键词** X 射线光学;积分衍射效率;X 射线衍射仪;标定

**中图分类号** O722 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/AOS201232.0730002

## Calibration Research of Integral Diffraction Efficiency of Crystal in Laboratory

Wei Minxi Yang Guohong Yi Tao Hou Lifei Liu Shenye Li Jun

(Research Center of Laser Fusion, China Academy of Engineering Physics, Mianyang, Sichuan 621900, China)

**Abstract** Based on stability and angle precision control of the X-ray diffractometer, the calibration technique of integral diffraction efficiency of the flat crystal is introduced by taking the flat PET crystal as sample. X-ray source is Cu X-ray tube and it is monochromatic at Cu- $K\alpha$  lines by choosing appropriate high voltage and nickel foils to attenuate bremsstrahlung and Cu- $K\beta$  lines. The slit width in front of proportional counter is 0.05 mm. The source and diffractive curve are scanned in steps of  $0.001^\circ$ . The data show that the integral diffraction efficiency is  $(1.759 \pm 0.002) \times 10^{-4}$  rad at Cu- $K\alpha$  (8047.823 eV). The results show that this calibration technique is efficient and it can be completed conveniently in common laboratory.

**Key words** X-ray optics; integral diffraction efficiency; X-ray diffractometer; calibration

**OCIS codes** 300.6560; 050.1940

### 1 引 言

X 射线的线谱诊断是高温等离子体研究的一项重要内容,通过相同元素线强比、共振线与伴线线强比等方法,可以测定电子温度、电子密度和等离子体的离化态和 X 射线发射总能量等有用的高温等离子体状态信息<sup>[1~3]</sup>。无论在惯性约束研究还是磁约束研究,以及电子束离子阱(EBIT)等大型实验装置中,X 射线线谱诊断都得到了重要的应用<sup>[4~6]</sup>,其中最普遍的就是 X 射线晶体谱仪。X 射线晶体谱仪的核心部件是对 X 射线衍射的平面晶体。晶体的

晶面间距和积分衍射效率是其固有的本征参数,是鉴定晶体类型和 X 射线线谱定量分析的基础。国外的报道通常只是给出理论的计算及实验值<sup>[7~9]</sup>,没有具体方法,而晶体的衍射效率与其制作的工艺有密切关系,甚至同类型同批次的晶体,它们的衍射效率也会不同。国内近几年对晶体的标定都是在北京同步辐射装置上进行的<sup>[10~14]</sup>,由于用户众多,实验时间紧张,需要进行申请,并且用光时间也有限制。

本文基于实验室条件,利用 X 射线衍射仪,对

**收稿日期**: 2012-01-11; **收到修改稿日期**: 2012-02-15

**基金项目**: 国家自然科学基金(11105129)资助课题。

**作者简介**: 韦敏习(1980—),男,硕士,助理研究员,主要从事 X 射线衍射方面的研究。E-mail: wmx17@sina.com

晶体积分衍射效率的标定进行了研究和探索,形成了一套有效的方法,按照该方法可以迅速、高效地完成标定工作。选取的样品是平面季戊四醇(PET)(002)晶体,制作了平面晶体样品架,对样品在Cu靶 $K\alpha$ 特征线处的积分衍射效率进行了实验标定。

## 2 标定原理

晶体对X射线的衍射要满足布拉格公式:

$$n\lambda = 2d\sin\theta, \quad n = 1, 2, 3, \dots \quad (1)$$

式中 $d$ 为晶面间距,是晶体固有参数; $\theta$ 为掠入射角,即布拉格角; $n$ 为衍射级次。利用衍射仪的X射线管可以产生特征谱线,X射线衍射仪可以精确测量 $\theta$ ,衍射取一级( $n=1$ ),通过(1)式即可测量晶体的晶面间距 $d$ 。设晶体的扭摆曲线为 $P(\theta)$ ,则晶体积分衍射效率为

$$R_c = \int_{\theta_1}^{\theta_2} P(\theta) d\theta, \quad (2)$$

式中 $\theta$ 为X射线的入射角, $\theta_1$ 和 $\theta_2$ 分别为包含衍射峰的积分起点和终点角度值。晶体的 $R_c$ 是与入射X射线的能量相关的<sup>[6]</sup>,要对测到的谱线数据作定量分析,必须对该处能量下的晶体的 $R_c$ 进行标定。采用衍射仪的X射线管作为光源,选用不同的靶材,就可以产生对应能点的X射线。在X射线衍射仪上,将转角仪 $\theta$ 设置在一级衍射的掠入射角不变,转角仪 $2\theta$ 从 $\theta_1 \sim \theta_2$ 扫描可以得到衍射峰强度分布。再测量源强,将衍射峰强度归一化,即可获得扭摆曲线 $P(\theta)$ ,积分后可获得晶体的 $R_c$ 。

## 3 标定实验

标定实验是在国产Y-2000型X射线衍射仪上进行的。Y-2000型衍射仪主要由X射线管、 $\theta-2\theta$ 转角仪、正比计数器、高压电源、水冷系统和控制系统等组成,具有X射线出光稳定、转角仪的角度控制精度高等特点。实验采用的靶材是Cu靶的X射线管,其 $K\alpha_1$ 的能量为8047.823 eV,转换成波长是0.15406 nm, $K\alpha_2$ 的能量为8027.842 eV,转换成波长是0.15446 nm, $K\beta$ 的能量是8905.413 eV,转换成波长是0.13924 nm。

要使用X射线衍射仪来做标定实验,要对衍射仪的 $\theta-2\theta$ 转角仪进行校零,也就是令X射线的出射方向通过 $\theta-2\theta$ 转角仪的转轴,同时与 $\theta$ 转角仪零点和 $2\theta$ 转角仪零点精确的重复在一起。另外,Y-2000型X射线衍射仪是卧式结构,还必须制作一个平面

晶体样品架,使晶体衍射面与样品台的基准面完全吻合。

晶体标定实验排布的实物图如图1所示,晶体架的结构如图2所示。X射线管和晶体间的限光狭缝为0.4 mm,正比计数器前的接收狭缝为0.05 mm。晶体的 $R_c$ 虽然是随能量变化的函数,但 $R_c(E)$ 是一个缓变的过程,当能量间隔很小时,如Cu的 $K\alpha_1$ 和 $K\alpha_2$ 间只差了20 eV,可以近似的认为 $R_c$ 是一个常数。Cu靶X射线管发出的射线除了 $K\alpha$ 线外,还有 $K\beta$ 线和韧致辐射,单色化的目的就是尽可能的衰减 $K\beta$ 线和韧致辐射,只有 $K\alpha$ 线用于实验标定。对于 $K\beta$ 线采用的手段是用镍滤片,选择厚度为40  $\mu\text{m}$ 时, $K\alpha$ 线的透射率为17.5%,而 $K\beta$ 线的透射率为 $4.8 \times 10^{-5}$ ,全都被挡住了。韧致辐射主要由X射线管所加的高压决定,但 $K\alpha$ 线的强度也与高压相

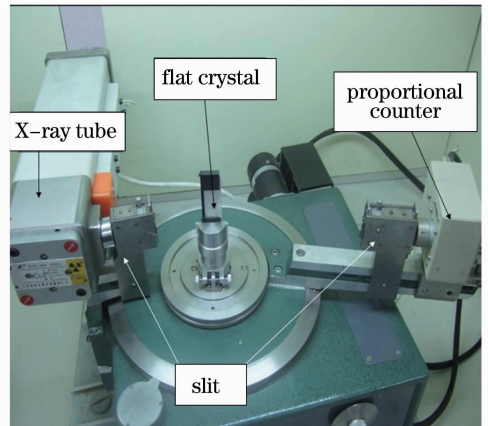


图1 平面晶体标定实验排布图

Fig. 1 Experimental arrangement of the flat crystal sample calibration

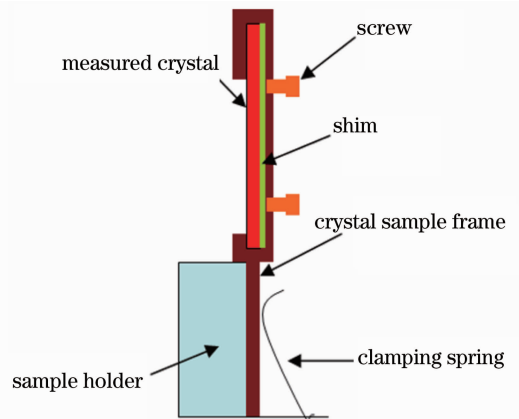


图2 晶体样品架结构示意图

Fig. 2 Schematic structure of the crystal sample frame

关,因此合适的高压需要在实际实验时逐步调整。图 3(a)和(b)分别是管电压为 15 kV 和 20 kV 时源强的分布情况。通过查数据表可以得到,20  $\mu\text{m}$  的 Ni 在  $\text{K}\alpha$  线处的透射率为 41.7%。从图 3 的结果可以看到,管电压为 20 kV 时光源强度比为 80.7%,严重偏离了理论值,原因是高能部分的 X

射线占了相当大的比例,它们的透射率也高,导致比例增大。当管电压设置为 15 kV 时,光源强度比是 38.4%,基本与理论值一致,在同样条件下测量衍射峰,发现峰值比是 38.3%,两者的差别非常微小,说明在测到的光源强度中, $\text{K}\alpha$  线占了绝大部分的份额,即可以认为此时的光源是单色光。

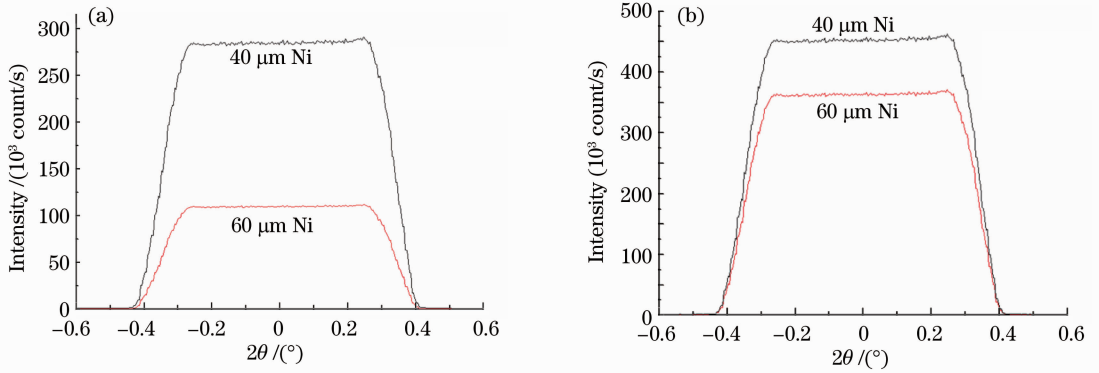


图 3 不同厚度滤片下光源强度分布比较。(a)管电压 15 kV,管电流 20 mA; (b)管电压 20 kV,管电流 20 mA  
Fig. 3 Comparison of light-source intensity curves by different thicknesses of Ni-foils. (a) Tube voltage 15 kV, tube current 20 mA; (b) tube voltage 20 kV, tube current 20 mA

实际实验中选用的样品是 PET(002)平面晶体,将 PET 晶体安装到晶体样品架上,再把样品架放置于转轴中心的样品台。根据 Cu 靶  $\text{K}\alpha_1$  的波长、PET 晶体  $2d$  标称值( $2d=0.8742$  nm)和布拉格公式,求出  $\theta$  约为  $10.15^\circ$ (则  $2\theta$  约为  $20.30^\circ$ )。先固定转角仪  $\theta$  在  $10.15^\circ$ ,转角仪  $2\theta$  在  $20.30^\circ$  附近一定范围内扫描,寻找此时正比计数器最大计数值,设为  $2\theta'$ 。再固定转角仪  $2\theta$  在  $2\theta'$ ,转角仪  $\theta$  在  $10.15^\circ$  附近一定范围内扫描,找到正比计数器最大计数值  $\theta'$ 。迭代数次,直到找到最优配置的  $\theta'$  和  $2\theta'$ 。最后,将转角仪(固定在  $\theta'$ ,转角仪  $2\theta$  在  $2\theta'$  附近  $0.3^\circ$  范围内,采用最小步长  $0.001^\circ$  进行扫描,获得 PET 晶体的衍射曲线。

比约为 200, $\text{K}\alpha_1$  峰的信噪比约为 400,高信噪比表明 PET 晶体的分光性能优越,本底对数据处理的影响微小,可以忽略。

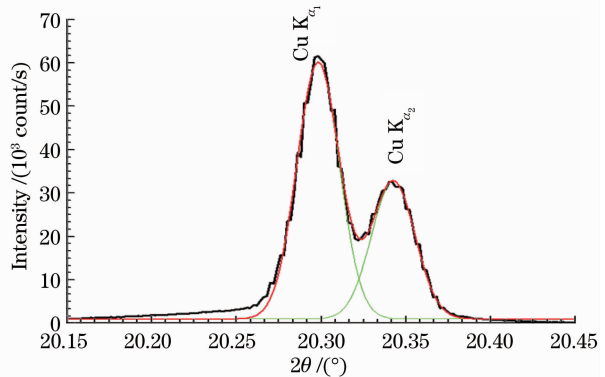


图 4 PET 晶体衍射曲线的实验标定与拟合分析  
Fig. 4 Experimental datas and fitted curves of PET crystal diffraction

## 4 数据处理

对于 PET 晶体,经过多次实验迭代,确定其最佳入射  $\theta$  角为  $10.149^\circ$ ,将转角仪  $\theta$  固定在该角度,转角仪  $2\theta$  从  $20.15^\circ \sim 20.45^\circ$  范围精密扫描,得到的衍射曲线如图 4 所示,图中黑色的曲线为实验值。首先,可以看到 Cu 的两个特征峰位可以有效区分开,由它们的特征波长可以计算出 PET 晶体的谱分辨  $E/\Delta E$  优于 400。其次,Cu 靶的  $\text{K}\alpha_1$  和  $\text{K}\alpha_2$  的衍射峰都呈对称形的高斯分布,说明 PET 样品的角度定位很精确,同时样品表面的均匀性很好。另外,衍射曲线的本底计数约为  $150$  count/s, $\text{K}\alpha_2$  峰的信噪

实验中晶体到正比计数器的距离是 240 mm, $2\theta$  转角仪的步长是  $0.001^\circ$ ,可以计算出相应的弧长是  $4.19 \mu\text{m}$ 。而正比计数器前的收光狭缝是  $0.05$  mm,从而数据会有重叠的部分。但是,本文关注的是曲线积分的结果,而当收光狭缝大于步长对应的弧长时,这个积分的结果正比于收光狭缝的大小,即实测值与真实值间会有一个比例系数。需要说明的是,源强和衍射峰的采集时都采用了相同的狭缝和  $2\theta$  转角仪步长。当源强为直线时,积分衍射效率是衍射峰的积分值除以源强的积分值,这个比例系数被

消掉了。

拟合 Cu 靶的  $K\alpha_1$  和  $K\alpha_2$  线谱,其中绿色为两峰剥离结果,红色为拟合结果,拟合偏离度小于 0.05%,拟合结果如图 4 所示,衍射峰的相关拟合数据如表 1 所示。

表 1 PET 晶体衍射曲线的拟合结果

Table 1 Fitted results of diffractive curve of PET crystal

Peak	Center /( $^{\circ}$ )	Width /( $^{\circ}$ )	Height /(count/s)
$K\alpha_1$	20.298	0.0250	59157
$K\alpha_2$	20.369	0.0257	31858

由 Cu 的  $K\alpha_1$  峰拟合角度为  $10.149^{\circ}$ ,特征波长为  $154.06 \mu\text{m}$ ,结合(1)式,推出 PET 晶体的晶格常数  $2d=0.87425 \text{ nm}$ 。Y-2000 型 X 射线衍射仪的  $\theta$  转角仪的分辨率为  $0.001^{\circ}$ ,由布拉格公式导出  $2d=(0.87425\pm 0.00008) \text{ nm}$ 。

在图 3(b)中发现,衍射仪的光源分布十分稳定,可以对其采用直线拟合。拟合结果表明,其强度平均值为  $285930 \text{ count/s}$ ,最大偏差为  $1.39\%$ 。依据(2)式,将表 1 中的  $K\alpha_1$  和  $K\alpha_2$  的面积求和,再除以光源平均值,推出 PET 晶体的  $R_c=1.759 \times 10^{-4} \text{ rad}$ 。在实验标定中,影响  $R_c$  测量的因素仅衍射仪出光稳定性和转角仪的定位精度,由衍射仪出光非稳定性为  $1.39\%$ ,转角仪的分辨力为  $0.001^{\circ}$ ,推出  $R_c=(1.759\pm 0.002) \times 10^{-4} \text{ rad}$ 。

## 5 结 论

基于衍射仪的运行稳定性和角度的精密控制能力,对利用衍射仪进行实验室条件下平面晶体的积分衍射效率标定进行了方法研究。通过选取合适的滤片和调整 X 射线管的管电压,实现了光源的单色化。以 PET 晶体为样品,对 Cu 靶  $K\alpha$  能点处的积分衍射效率进行了标定,并对实验数据进行了分析。通过更换靶材,如 Cr、Fe、Ti 等,利用该方法可以实现多个能点下的实验标定。

通过对平面晶体本征参数的实验标定,不但可以辨识晶体种类,而且为激光等离子体、Z 箍缩、高离化态离子谱学和原(离)子物理等研究领域 X 光线谱定量测量和晶体 X 光单能成像提供条件。

## 参 考 文 献

1 Yang Guohong, Zhang Jiyan, Zhang Baohan *et al.*. Analysis of fine structure of X-ray spectra from laser-irradiated gold dot[J]. *Acta Physica Sinica*, 2000, **49**(12): 2389~2393  
 杨国洪,张继彦,张保汉等.金激光等离子体 X 射线精细结构谱研究[J].物理学报,2000, **49**(12): 2389~2393

2 Zhang Jiyan, Yang Jiamin, Zhang Zhijian *et al.*. Time-resolved diagnosis of the electron temperature of laser-produced aluminum plasma[J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2004, **16**(9): 1153~1156  
 张继彦,杨家敏,郑志坚等. Al 激光等离子体电子温度的时间分辨诊断[J].强激光与粒子束,2004, **16**(9): 1153~1156  
 3 Yu Xinming, Yi Yougen, Yang Jiamin *et al.*. Analysis of X-ray spectrum from aluminum plasma generated by 120TW/30 fs laser pulse[J]. *Nuclear Fusion and Plasma Physics*, 2011, **16**(2): 122~126  
 于新明,易有根,杨家敏等. 120TW/30 fs 激光产生的 Al 等离子体 X 射线发射谱分析[J].核聚变与等离子体物理,2011, **16**(2): 122~126  
 4 Meng Shijian, Li Zhenghong, Qin Yi *et al.*. X-ray continuum spectra for diagnosing plasma temperature in aluminum wire array Z-pinch[J]. *Acta Physica Sinica*, 2011, **60**(4): 045211  
 蒙世坚,李正宏,秦义等. X 射线连续谱法诊断铝丝阵 Z 箍缩等离子体温度[J].物理学报,2011, **60**(4): 045211  
 5 Wang Hongjian, Xiao Shali, Shi Jun *et al.*. X-ray polarization spectrum diagnosis of laser-produced plasmas [J]. *Acta Optica Sinica*, 2009, **29**(6): 1710~1713  
 王洪建,肖沙里,施军等.激光等离子体 X 射线极化光谱诊断[J].光学学报,2009, **29**(6): 1710~1713  
 6 Wang Hongjian, Xiao Shali, Shi Jun *et al.*. Elliptical crystal spectrometer research for Z-pinch plasma X-ray by using Au-wire arrays[J]. *Chinese J. Lasers*, 2010, **37**(3): 685~688  
 王洪建,肖沙里,施军等.金丝 Z 箍缩等离子体 X 射线椭圆弯晶谱仪研究[J].中国激光,2010, **37**(3): 685~688  
 7 J. V. Gilfrich, D. B. Brown, P. G. Burkhalter *et al.*. Integral reflection efficiency of X-ray spectrometer crystal [J]. *Appl. Spectrosc.*, 1975, **29**(4): 322~326  
 8 K. D. Evans, B. Leight. The absolute calibration of the reflection integral of Bragg X-ray analyzer crystals-single reflection methods[J]. *Space Sci. Instrum.*, 1976, **2**: 105~123  
 9 J. Vierling, J. V. Gilfrich, L. S. Birks *et al.*. Improving diffracting property of LiF: comparison with graphite[J]. *Appl. Spectrosc.*, 1969, **23**(4): 342~345  
 10 Cui Mingqi, Zhao Yidong, Zheng Lei *et al.*. Construction and applications of soft X-ray experimental platform on synchrotron radiation[J]. *Chinese J. Lasers*, 2010, **37**(9): 2271~2277  
 崔明启,赵屹东,郑雷等.同步辐射软 X 射线光学实验平台的建立及其应用[J].中国激光,2010, **37**(9): 2271~2277  
 11 Wei Minxi, Yang Jiamin, Yang Guohong. Calibration of integral reflective efficiency of the flat crystal[J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2006, **18**(2): 219~222  
 韦敏习,杨家敏,杨国洪.平面晶体积分衍射效率实验标定[J].强激光与粒子束,2006, **18**(2): 219~222  
 12 Gan Xinshi, Yang Jiamin, Yi Rongqing *et al.*. Experimental research on integral diffraction efficiency of RAP crystal[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2009, **38**(4): 947~950  
 甘新式,杨家敏,易荣清等. RAP 晶体积分衍射效率的实验研究[J].光子学报,2009, **38**(4): 947~950  
 13 Gan Xinshi, Yang Jiamin, Yi Rongqing *et al.*. Calibration of integral diffraction efficiency of RAP crystal [J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2007, **19**(11): 1827~1831  
 甘新式,杨家敏,易荣清等.邻苯二钾酸氢铯晶体积分衍射效率的标定[J].强激光与粒子束,2007, **19**(11): 1827~1831  
 14 Zhao Jia, Cui Mingqi, Zhao Yidong *et al.*. The measurement of peak value diffraction efficiency of Si(111) crystal [J]. *Nuclear Techniques*, 2007, **30**(6): 511~514  
 赵佳,崔明启,赵屹东等. Si(111) 晶体峰值衍射效率的测量 [J].核技术,2007, **30**(6): 511~514