

双探测器 EXAFS 数据检测采集系统

戴声伟 李晨曦 袁茂森 刘秀英

(中国科学院物理研究所)

扩展 X 射线吸收谱精细结构 (EXAFS) 能有效地提供凝聚态物质中原子的近邻结构信息。

一般 EXAFS 的振荡幅度很小, 测量它的理想光源是强度足够强、频率连续可调、强度恒定的 X 射线, 通常由同步辐射加速器的白 X 光经晶体单色器分光而得。普通 X 光机的 X 射线虽然容易得到, 但是除强度较低外, 靶及其中的杂质的特征谱线, 使得不同能量的光强度有数量级的差别, 同时单色器的高次衍射也会使 EXAFS 的幅度降低^[1]。这就使 EXAFS 测量受到了限制^[2,3]。消除 X 光机 X 射线中特征线及高次衍射谐波的影响, 是解决用普通 X 光机进行实验室 EXAFS 测量的关键。

我们研制的这套 EXAFS 检测采集系统, 是在一台 RU-1000 转靶 X 光机上实现的。在衍射仪样品前增加一个流气式双窗口正比计数管, 并研制一套与之相适应的检测通道及数据采集系统, 这样便可同时测量样品前后的光强, 消除光强变化的影响。高次衍射谐波的影响由脉高分析器进行能量滤波来消除。从而用转靶 X 光机成功地进行了 EXAFS 的测量。这是国内第一套使用普通转靶 X 光机进行双探测器 EXAFS 测量的完整系统。

EXAFS 测量的数据量很大, 检测时间很长, 因而本系统采用计算机控制自动检测和数据采集。

如果将系统中的正比计数管取走, 仍可做衍射实验, 保持着原机的所有功能。

一、系统的构成及特点

系统的构成如图 1。它是在 RU-1000 转靶 X 光机上新增加一套 X 射线检测、计数和数据采集系统。虚框内即是新增部分, 它包括: 双窗流气正比计数管、前置放大器、主脉冲放大器及脉高分析器、双道定标器、微机接口、微机计算机及程序系列、高压电源和低压电源。原设备内的计数闸门信号作为双道定标器共同的计数闸门控制信号, 原脉高分析器计数脉冲及新增通道计数脉冲同时送入双通道定标器计数。微机系统同时采集两路数据同时进行预处理。预处理过的数据还可以经异步通信接口输送给数据分析计算机, 提取有用的局域结构信息。

物理

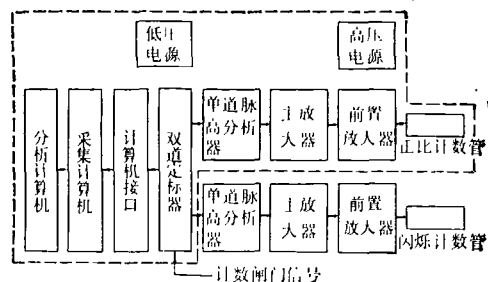


图 1 系统构成

本系统有如下特点。

1. 通过对正比计数管内阻的测定, 适当地选择负载电阻。这样既保证了一定的信号幅度及足够的信噪比, 又使计数管的输出信号直接形成窄脉冲, 从而省去了微分成形电路, 使检测通道的死时间有所减小, 能量分辨率有所提高。

2. 放大器的电路简单。为了对很微弱的正比管输出信号进行脉高分析, 必须经过高倍的正比脉冲电压放大器。本系统是选用深度交流负反馈的高频宽带交流放大器, 同时各级有独立的直流工作点稳定电路, 最后再加一级直流电平恢复电路。这种电路形式, 简化了电路, 可以单电源供电, 对电源系统的要求也很低。它既保证了良好的放大线性, 工作稳定、可靠, 又使生产时调整非常简便。

3. 易于对原 X 光机进行改装。此系统采用标准 NIM 机箱, 与原 RU 系列转靶 X 光机机箱兼容, 易于插盒互换。从原机仅需引出计数闸门信号和计数输出信号, 改动甚小。一个独立的小 NIM 机箱就完成了对原机的改装, 并保持原机所有的功能。

4. 配有计算机自动数据采集系统。由于 EXAFS 测量一般时间都较长。为了提高实验质量和减轻实验者劳动强度, 本系统配有微机数据采集处理系统。与微机间接口, 是采用 Centronics 并行接口标准, 这样也利于用户选择其他类型微机或单板机。

二、系统的主要指标^[4,5] 和测量结果

前置放大器的放大倍数为 15~20 倍, 主放大器为

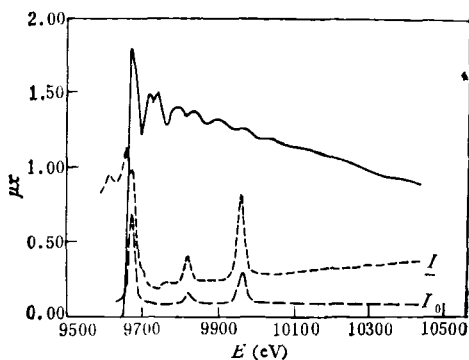
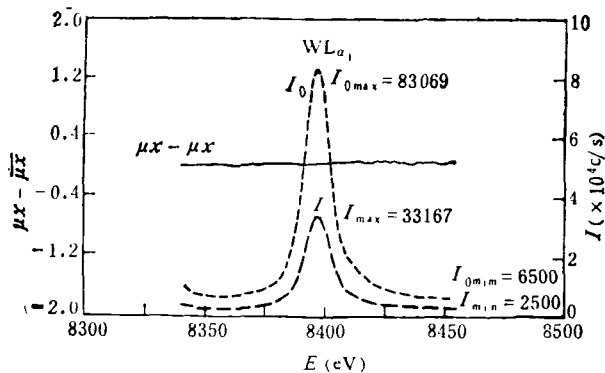


图2 干扰谱线的消除

(a) 钨特征线的消除 [Ag 靶, 阳极电压 45.5kV, 管流 400 mA, Si(311) 单色器]; (b) 消除干扰后所得 ZnO 中 Zn 的 EXAFS [Ag 靶, 阳极电压 50kV, 管流 400mA, Si(311) 单色器, 每点计数时间 20s]

400—500 倍, 非线性 $\leq 0.5\%$; 单道脉高分析器基线 0—5V, 窗口 0—5V, 脉宽 $1\mu s$ 。双道定标器计数率大于

5MHz, 最高计数七位十进制数。

新增通道的实际光强与测量光强正比范围优于 10^4 光子/s, 能量分辨率为 20—25%, 优于原机。

利用所研制的系统, 已成功地测量了几百个样品, 得到一批有意义的结果。

图 2(a) 所示的为利用本系统在常用测量范围内最强一条干扰谱线 (钨的 L_{a1} 特征线) 的消除情况。 WL_{a1} 线比连续谱强 15 倍。 I_0 为样品前正比管计数, I 为样品后闪烁管计数, $\mu x = \ln \frac{I_0}{I}$, $\overline{\mu x}$ 为 μx 的平均值。由图可见, WL_{a1} 干扰线的影响很好地消除了, μx 的变化 < 0.01 。

图 2(b) 所示的为用本系统测量消除靶杂质特征线后, 所得 ZnO 中 Zn 的 EXAFS。

本系统经过一年多的运转, 性能稳定可靠。所有转靶 X 光机加上本系统后, 均可兼作 EXAFS 研究。

本系统在研制、实验和调试过程中, 得到陆坤权、赵雅琴、常龙存、韩福森、肖楠和姜伟等同志大力协作和支持, 特表谢意。

参 考 文 献

- [1] 陆坤权、赵雅琴、常龙存, 物理学报, **33**(1984), 1693; 陈玉、王文采、嵇益民, 物理, **13**(1984), 350.
- [2] 陆坤权等, 物理, **15**(1986), 299.
- [3] Lu Kun-quan, Zhao Ya-qin, *Chinese Phys. Lett.* **2-3** (1985), 113.
- [4] 徐克尊等, 粒子探测技术, 上海科学技术出版社 (1981).
- [5] 谢忠信等, X 射线光谱分析, 科学出版社, (1982).

(上接第 683 页)

结果列入表 1 中, 测定结果与原配比符合。微量相的测定精度和以增量相为消除剂的方法^[4]一致, 这是为了避免了在被测试样中加入标样而引起的误差^[5]。

本法只需配制一个标样, 实验测定两个试样的选定线的衍射强度。对于同类型的仅各相重量分数不同的一系列样品, 只要实验条件保持一致, 外标样的强度数据可一直使用。换言之, 只需测量未知试样, 即可解各相重量分数, 因此该法简便可行。

参 考 文 献

- [1] J. Leroux, D. H. Lennox and K. Kay, *Anal. Chem.*, **25** (1953), 740.
- [2] R. F. Karlark and D. S. Burnett, *Anal. Chem.*, **38** (1966), 1741.
- [3] H. P. Klug and L. E. Alexander, *X-Ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials*, 2ed., A Wiley-Interscience Publication, (1974), 534.
- [4] 钟福民、杨传铮、李润身, 理化检验 (物理分册), **20** (1984), 29.
- [5] 杨承岳、沈德官、赵如芬, 稀有金属, **6-1**(1982), 52.