

# 一种可用于测量薄膜材料的实验室 EXAFS 方法

刘文 刘文汉 吴自勤

(中国科学技术大学基础物理中心)

本文介绍了利用从薄膜衬底反射的 X 射线,在常规实验室条件下实现了对薄膜材料的 EXAFS 测量。我们用该方法在 D/max-rB 12kW 转靶 X 射线衍射仪上得到的纯 Cu 薄膜的 EXAFS 测量结果和常规透射法的测量结果一致。这表明该方法是可靠的。

EXAFS (扩展 X 射线吸收精细结构谱) 方法用于材料的结构研究是一种优异的方法,它原则上能够单独地测定各组成原子的近邻配位结构,获得配位原子的种类、数目、径向距离和弥散程度等结构参数。对薄膜材料的 EXAFS 测量,目前主要采用同步辐射强 X 射线源的荧光 EXAFS 方法。普通透射法虽然也可以用来对薄膜材料进行 EXAFS 测量,但需要将薄膜从衬底上剥离下来,并将若干层叠起以获得最佳厚度。由于通常薄膜剥离较困难,厚度又很薄,使得这种方法的应用受到很大限制。

我们对普通透射法所作的改变是直接将样品制备在单晶表面上(单晶体为样品的衬底)。这样 X 射线被单晶分光的同时将穿过单晶衬底上的薄膜样品两次,加上 X 射线束与单晶表面有一定的角度,使得 X 射线在样品中所走过的路程比样品的实际厚度大得多。实验所采用的光路如图 1 所示。图中薄膜/单晶样品放在衍

X 射线是波长满足布拉格条件并经过薄膜吸收的单色 X 射线。

考虑到 X 射线穿过样品的实际路程随着角度的不同而有所不同,吸收系数与 X 射线被吸收前后强度的关系应为

$$\frac{2\mu X}{\sin \theta} = \ln \frac{I_0(\theta)}{I(\theta)}, \quad (1)$$

这里  $\mu$  是样品的线吸收系数,  $X$  是样品的厚度。为了获得 X 射线在被样品吸收前后的强度,需要进行两次步进扫描测量。测量  $I_0(\theta)$  时我们换用另一块没有薄膜样品的同样单晶。在制样和正式测量前需要验证这两块单晶在衍射性能上没有差别。实验中所用的样品是纯 Cu 薄膜,单晶(衬底)是 LiF (200) 晶体。(200)晶面是 LiF 晶体的自然解理面, LiF 晶体解理后还经过了机械抛光和化学抛光处理。样品是用磁控溅射方法制备的,纯 Cu 薄膜的厚度是  $2\mu\text{m}$ 。Cu 金属 K 吸收限高能侧  $0\sim 1000\text{ eV}$  波段的 X 射线被 LiF (200) 晶体分光的角度范围约为

$$2\theta = 35.8 \sim 40.0^\circ.$$

因此,按照上述分析, X 射线在样品中所走过的路程将约为样品实际厚度的六倍,即  $12\mu\text{m}$  左右。一般透射 EXAFS 方法所要求的条件是吸收限高能侧吸收系数  $\mu$  与 X 射线穿过样品的实际厚度  $t$  满足  $\mu t = 2.2^{[1]}$ 。对纯 Cu 材料来说,它要求  $t$  约为  $10\mu\text{m}$ 。显然,我们这里所采用的方法基本上达到了最佳厚度的要求。

具体实验是在 D/max-rB 12 kW 转靶 X 射线衍射仪上进行的。采用 Mo 靶,靶面在实验前经过认真擦洗,在它所发出的位于 Cu K 吸收限高能侧  $1000\text{ eV}$  范围内的 X 射线连续谱  
(下转第 688 页)

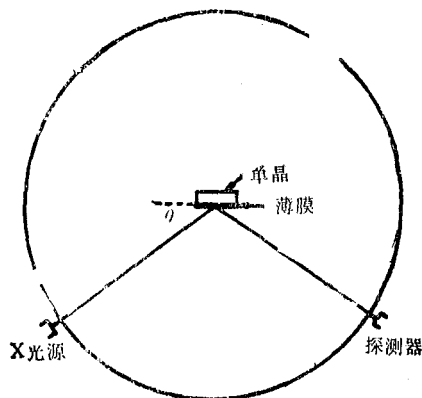


图 1 实验采用光路的示意图

射仪的样品架上,样品架的转角和探测器的转角始终保持  $\theta$  和  $2\theta$  的关系,因此进入探测器的