

X 射线($n, -n$)双晶衍射抑制高次谐波实验研究

姜晓明 田玉莲 赵际勇 冼鼎昌

(中国科学院高能物理研究所)

对将用于同步辐射 EXAFS 实验站双晶单色器的晶体进行了双晶衍射失谐抑制高次谐波的实验。结果表明,对 Si(111) 晶体,当双晶衍射失谐到基波强度只有原来的一半时,高次谐波均消失。本文讨论了 Si(222) 衍射不完全消光的原因。对 Si(220) 晶体衍射的情况也进行了简要的讨论。

在 EXAFS 实验中,单色器要获得单色 X 光,高次谐波的去是重要的。高次谐波的存在使人射到样品上的 X 射线不是单一波长,有更高能量的(基波能量的整数倍)X 射线夹杂其间。对高通量连续波长的同步辐射光源而言,高次谐波的去尤其重要,一般采用镜面全反射^[1]或双晶单色器的相对失谐^[2]来实现。在北京正负电子对撞机(BEPC)同步辐射实验室的 EXAFS 实验站 4W1B 光束线第一期工程中,没有加入全反射镜,在相当长的时间里,将采用双晶单色器的相对失谐来抑制高次谐波。

本文对 4W1B 光束线双晶单色器所用晶体进行了实验研究,结果表明,对 Si(111) 晶体,在 CuK α 光子能量的 X 射线衍射,基波衍射积分强度减少到一半时,高次谐波已基本去除。

一、双晶衍射失谐抑制高次谐波原理

晶体的 Bragg 衍射定律为

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

即面间距为 d 的晶体衍射面,在衍射角 θ 处,可反射波长分别为 $\lambda, \lambda/2, \lambda/3, \dots$ 的 X 射线。这里波长为 $\lambda/2, \lambda/3, \dots$ 的 X 射线均是基波(波长为 λ)的高次谐波。

对称切割完整晶体的 Darwin 宽度为^[3]

$$\beta(\lambda) = 2.12r_e N \lambda^2 F |P| / \pi \sin 2\theta, \quad (2)$$

式中 N 为晶体单位体积中单胞的个数, θ 为 Bragg 角, F 为结构因子, P 为偏振因子, r_e 为经典电子半径。

当光源具有发散度为 α 的连续谱时,经过晶体的衍射,出来的 X 光在空间按波长展开,每一波长的角分布范围为 $\beta(\lambda)$,波长的范围为

$$\Delta\lambda = \alpha\lambda \operatorname{ctg} \theta. \quad (3)$$

($n, -n$)双晶衍射时,在二块晶体完全平行时,如果不考虑吸收,则照射到第二晶体上的 X 射线会全部反射出来。由于在第一晶体的衍射束中,波长为 λ 的 X 射线的角发散度只有 $\beta(\lambda)$,于是第二晶体只有在 Bragg 角(与第一晶体平行位置)附近 $\beta(\lambda)$ 的范围内,才会有波长为 λ 的 X 射线衍射出来。从(2)式我们知道, $\beta(\lambda) \propto \lambda^2 \propto 1/n^2$,高次谐波的 $\beta(\lambda)$ 值小于基波的值。所以第二晶体适当偏离 Bragg 衍射位置,可去除高次谐波,而只有基波的 X 射线衍射。

二、实验方法及测量结果

($n, -n$)双晶衍射用 Bede 高精度双轴衍射仪实现。晶体为二块表面与(111)衍射面角度相差小于 $15''$ 的完整硅单晶,采用理学 D/max-rA12kW 转靶 X 光机,细焦点 Mo 靶,工作条件为 50kV, 30mA。采用 0.5mm 的垂直狭缝和 0.3mm 的水平狭缝,以限制光斑大小。

用 Si(Li) 探测器监控调节第一晶体,使 Si(111) 衍射的基波能量为 CuK α 射线的能量值, $E = 8.04\text{keV}$ 。

用闪烁计数器短时间快速步进测量,调节第二晶体直到双晶衍射的摆动曲线半高宽(FWHM)为 $11''$ 角宽,接近理论值 $10.8''$ 。然

后换用 Si(Li) 探测器, 第二晶体在 Bragg 位置附近单方向步进扫描, 每步转角为 $0.5''$, 每步停留计数时间为 $100s''$. 晶体衍射时, 基波、二次、三次和四次谐波的能量位置均避开了 Mo 靶的特征谱线. 经第一晶体衍射后的 X 射线谱图中, 有较强的三次、四次谐波, 二次谐波尽管很弱, 但没有完全消失. 第二晶体在 Bragg 位置时, 经过双晶衍射后的光谱分布, 仍有较强的三次、四次谐波, 积分强度分别为基波的 0.049 和 0.0078. 调节第二晶体转角偏离 Bragg 位置, 使双晶衍射后基波的积分强度降到最大值的一半时, 光谱分布图中只剩下能量为 $8.04keV$ 的基波衍射, 高次谐波均已完全消失.

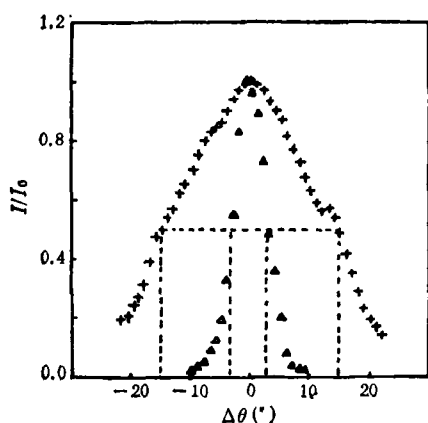


图 1 归一化后的衍射强度角分布
+ : 基波; Δ : 三次谐波

图 1 列出了各次测量到的基波和三次谐波的积分强度随第二晶体转角的变化, 图中横坐标为第二晶体对 Bragg 角的偏离, 纵坐标为归一化后的衍射强度分布.

三、结果与讨论

由图 1 可知, 三次谐波存在的范围相对基波而言很小, 当第二晶体偏转到基波强度尚有 $1/2$ 时, 三次谐波已基本消除.

对 Si(220) 晶体亦进行了类似的测量. 由于其二次谐波较强, 且存在的范围较大, 基波强度降低到一半时, 二次谐波只降低到原来的 $1/4$, 仍有相当的强度. 所以, 对 Si(220) 晶体组成的双晶单色器, 用晶体失谐的方法来抑制高次谐波是不合适的.

从硅晶体原子结构模型来看, 其 (222) 衍射应该完全消光, 即结构因子 $F(222) = 0$. 在我们的测量中, 波长为 $\lambda/2$ 的 X 射线的 (111) 二级衍射存在, 而这一衍射过程的结构因子等于波长为 λ 的 X 射线的 $F(222)$, 测量得到的二次谐波积分强度约为基波的 1%, 即 $F(222) \neq 0$. 我们认为, 这种消光的不完全是由于在组成硅晶体的金刚石结构中, 二套面心立方排列的硅原子其电子结构有差别, 二组原子外层电子形成的 sp^3 杂化轨道的取向不一样, 从而造成消光的不完全. 另外, 原子的非谐振动, 也是造成消光不完全的原因之一^[4]. 对金刚石, C(222) 衍射不容忽视; 我们对 Ge(111) 晶体进行了类似的测量, 结果表明, 其二次谐波的积分强度约为基波的 0.1%, 与硅晶体相比, 有一个数量级的下降. 这些现象不难理解, 定性地说, 随原子序数的增大, 外层电子对衍射的贡献越来越小, 从而使消光不完全的现象越来越不明显.

作者感谢巢志瑜、蒋建华、夏绍健、景毓辉、方扬华和韩勇等同志在实验中给予的帮助和有益讨论. 完整硅单晶均为中国有色金属总公司峨眉半导体材料厂加工制备的.

- [1] H. Winick, in *Synchrotron Radiation Research*, edited by H. Winick and S. Doniach, Plenum Press, New York and London, (1980), 51.
- [2] G. S. Brown and S. Doniach, in *Synchrotron Radiation Research*, edited by H. Winick and S. Doniach, Plenum Press, New York and London, (1980), 373.
- [3] B. E. Warren, *X-ray Diffraction*, Addison-Wesley, Reading, Mass, (1969), 334.
- [4] B. Dawson, *Proceeding of The Royal Society*, 298 (1967), 264.