

高能量分辨率的平面晶体位置灵敏谱仪*

胡朝晖 刘世杰 刘平生 夏宗璜¹ 冯国华 姚英
刘柱华 徐英庭 董玉兰 倪敬宽² 刘聪²

(中国科学院高能物理研究所 北京 100080)

1 (北京大学技术物理系, 北京 100871)

2 (中国原子能科学研究院, 北京 275 信箱 66 分箱 102413)

摘要 平面晶体波长色散位置灵敏谱仪是一新型高能量分辨率的 X 射线分析装置, 可用于高能量分辨的元素分析、化学态及原子物理等研究中. 这里简要介绍所研制的位置灵敏谱仪装置及其性能, 以及位置灵敏谱仪与其核心部件——位置灵敏正比计数器的基本原理. 所研制位置灵敏谱仪对 ⁵⁵Fe, Ti 和 Si 所达到的能量分辨率 (FWHM) 分别为 25eV, 15eV 及 7eV. 因此, 它将可以用作高分辨的元素分析.

关键词 平面晶体位置灵敏谱仪 位置灵敏正比计数器 能量分辨率

1 引言

平面晶体波长色散位置灵敏谱仪 (Position Sensitive Spectrometer, PSS), 是一发展中的新型高能量分辨率的 X 射线分析装置. 自 80 年代初以来^[1], 就以其高能量分辨率的特性显示出广阔的应用前景, 因此得到众多从事 X 射线分析研究者的关注. 十多年来, 国际上有许多实验室建造了这种装置并研究它, 使其性能不断得到提高, 对能量 <5keV 以下的低能 X 射线的能量分辨率达到几 eV, 对软 X 射线 (<1keV) 其能量分辨率达到 <1eV 水平. 尤其是 90 年代以来, 已有许多 PSS 用于元素分析^[2,3]、化合物中元素化学态^[4-7]及原子物理^[3,8]等研究中; 还有的与微束结合, 进行高空间与高能量分辨的元素分析^[9]. 在我国, 环境、医学及 X 射线分析研究者, 也早已不满足仅对微量元素含量的分析, 而关注其化学态在物质中的作用. 为此, 在国家自然科学基金委员会及中国科学院核技术开放实验室 (北京) 的资助下, 我国第一台平面晶体波长色散位置灵敏谱仪已研制成功, 对 ⁵⁵Fe 源 5.898keV X 射线的能量分辨率达到 25eV. 用离子束激发测定了 Ti 和 Si 等 PIXE 谱的能量分辨率, 也获得好的结果.

1998-05-06 收稿

* 国家自然科学基金 (19275049) 和“85”重大基金 (19392100) 及中国科学院核技术开放实验室的资助

2 PSS 的基本原理

图 1 表示 PSS 的原理结构概图. 它由 X 射线源(用离子束或光子束激发待分析元素的本征线)、平面晶体及光程(L_1 和 L_2)构成的波长色散系统与位置灵敏探测器(Position Sensitive Detector, PSD)组成. 狭缝 S_1 确定入射 X 射线的斑点大小, 狭缝 S_2 用以防止杂散 X 射线进入 PSD 中而形成高的本底. 当待分析的样品靶被带电粒子(质子、重离子或电子)或光子(同步辐射光等)轰击时, 被激发的原子发射出表征自己属性的特征 X 射线, 这些 X 射线以衍射角 θ 入射到平面晶体上, 并按 Bragg 定律 $\lambda = 2d\sin\theta$ (λ : 入射 X 射线波长, d : 晶格常数)发生衍射, 在反射方向上形成一个与入射能量一一对应的空间分布波谱. 当 PSD 置于反射方向上距晶体某一位置时, 就可接受到一定 Bragg 角范围(θ_1 — θ_2)内的反射 X 射线, 于是不同能量的电离事件就在其中产生. 电离电荷或其感应电荷信号被 PSD 的位置灵敏介质收集后, 经电子学放大和成形, 然后进行逻辑处理, 产生出对应于 X 射线入射位置的位置谱. 这位置谱经由与 X 射线能量相关的电离总电荷归一, 就可得到对应入射 X 射线的能谱. 这一能谱不同于弯晶谱仪和 Soller 谱仪那样逐点扫描所测得的谱线, 而是象 Si(Li) 探测器那样, 带有连续本底和同时显示出所用晶体能分析的能域内可能存在的元素能谱图. 尽管对某一晶体而言, 其能分析的能域有限, 小于 Si(Li) 探测器, 但是其分辨率却比 Si(Li) 探测器高 1—2 个量级, 本底又远小于 Si(Li) 探测器, 可获得高的信噪比, 因此使 PSS 具有更优于 Si(Li) 的探测性能, 可作 Si(Li) 探测器不能办到的对重基体中轻元素的分析.

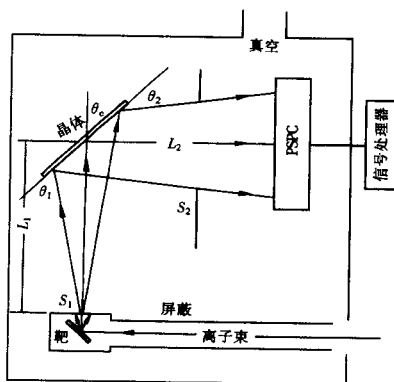


图 1 PSS 原理结构概图

位置灵敏介质收集后, 经电子学放大和成形, 然后进行逻辑处理, 产生出对应于 X 射线入射位置的位置谱. 这位置谱经由与 X 射线能量相关的电离总电荷归一, 就可得到对应入射 X 射线的能谱. 这一能谱不同于弯晶谱仪和 Soller 谱仪那样逐点扫描所测得的谱线, 而是象 Si(Li) 探测器那样, 带有连续本底和同时显示出所用晶体能分析的能域内可能存在的元素能谱图. 尽管对某一晶体而言, 其能分析的能域有限, 小于 Si(Li) 探测器, 但是其分辨率却比 Si(Li) 探测器高 1—2 个量级, 本底又远小于 Si(Li) 探测器, 可获得高的信噪比, 因此使 PSS 具有更优于 Si(Li) 的探测性能, 可作 Si(Li) 探测器不能办到的对重基体中轻元素的分析.

3 位置灵敏探测器 (PSD)

位置灵敏探测器是 PSS 的核心. 现有多种读出方法构成不同类型的 PSD 用于 PSS, 如延迟线型^[10]、电阻电荷分配型^[11]及 MCP(Microchannel Plates)型^[12]等. 在实验中所用的 PSD 是电阻电荷分配型的流气式位置灵敏正比计数器 (PSPC, Position Sensitive Propotional Counter), 其原理结构如图 2(a) 所示. 它由一位置灵敏的阳极和一个由金属腔体与人射窗构成的阴极组成. 阳极常用高阻值的均匀碳纤维丝. 当一电离事件在距 A 端 x 处发生, 其带负电的电子被阳极丝收集并倍增, 于是在 x 处附近形成雪崩电子云向两极移动, 两极所收集的电荷 Q_A 和 Q_B 分别为

$$Q_A = Q_0(L - x) / L$$

$$Q_B = Q_0(x) / L,$$

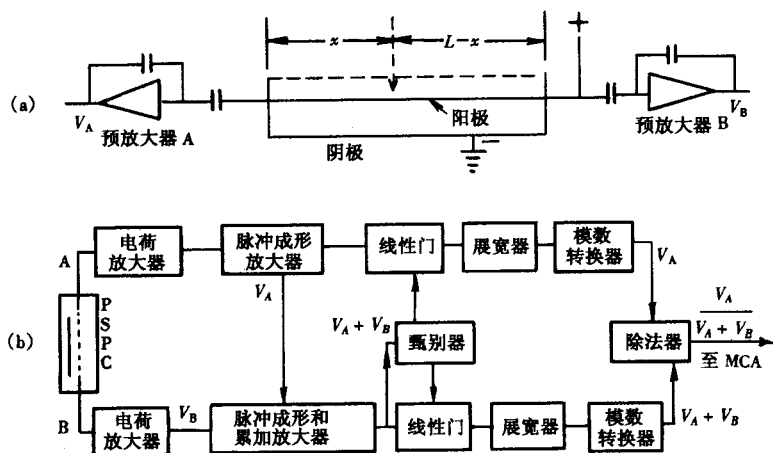


图2 PSPC 作用原理图
(a) 结构原理; (b) 读出电子学框图。

反比从 x 点到阳极两端 A 与 B 所测的电阻值。其中, L 为阳极丝的长度, Q_0 为与入射能量相关的总电离电荷。由两极所收集电荷量的比值确定入射 X 射线的位置 x , 就是这种探测器的基本思想。

PSPC 的读出电子学系统, 即信号处理器, 作用原理如图 2 (b) 所示。 Q_A 和 Q_B 被电荷灵敏预放大器转化成电压信号 V_A 和 V_B 并放大, 送脉冲成形放大器放大后进入累加器求和 ($V_A + V_B$), 甄别器去除不需要的信号后, 由模拟除法器产生出与 $(L - x)$ 成正比、比值为 $V_A / (V_A + V_B)$ 的脉冲。这脉冲被送入 MCA (Multichannel Analyser), 经模数转换而得到入射位置为 x 的 X 射线的位置谱。在所研制的信号处理器中, 采用了模拟除法器。实验结果表明, 它也可达到数字除法器一样的性能。

4 实验结果与讨论

在研制的 PSS 中, PSPC 由碳纤维丝 ($\phi 7\mu\text{m}$, $4\text{k}\Omega/\text{cm}$) 阳极与由硬铝腔体和镀铝麦拉膜 (mylar) 窗组成的阴极构成, 充入混合的工作气体 P10 (90% Ar + 10%CH₄), 工作气压 $\sim 1\text{kg}/\text{cm}^2$ 和流量 $\sim 1\text{cm}^3/\text{min}$, 工作电压为 1150V。测得 PSPC 的空间 (位置) 分辨率 $\sim 500\mu\text{m}$ 。

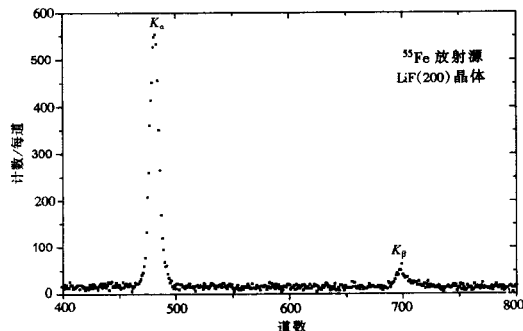


图3 PSS测得 ⁵⁵Fe 的能谱

对 PSS 的原理实验, 常用 ⁵⁵Fe 放射源的 5.898keV X 射线完成。在大气下, 光程 L_1 和 L_2 都为 170mm, 晶体为 Philips 的 LiF(200) ($2d = 0.4027\text{nm}$), 反射线垂直入射到 PSPC 窗的 Bragg 角 θ_c 为 32° , 入射狭缝为 $100\mu\text{m}$, 进行了 ⁵⁵Fe 能谱的测定, 图 3。其 K_α 的能量分辨率, ΔE (半最大值的全宽度 (FWHM, Full Width of Half Maximum)) 为 25eV。

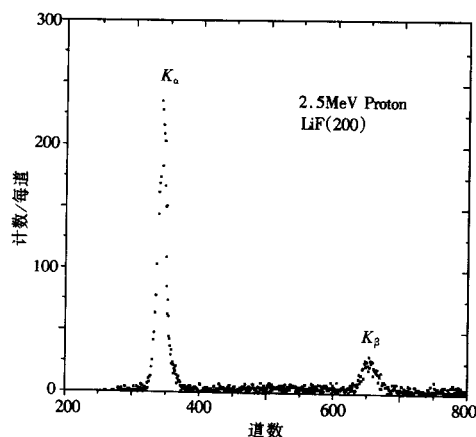


图4 PSS测得的Ti的PIXE谱

用 2.5MeV 的质子 (H^+) 激发钛 (Ti) 金属. 在大气条件下, 亦用光程 L_1 和 L_2 都为 170mm 和 Philipsd 的 LiF(200) ($d = 0.4027\text{nm}$) 晶体, 而 θ_c 为 43° , 入射狭缝为 1mm, 测得 Ti 的 PIXE 谱, 图 4, 其 K_α 的能量分辨率 (FWHM) $\sim 15\text{eV}$.

对单晶 Si 的 PIXE 实验, 为减少大气的吸收, 是在充氦气 (He_2) 的靶室内进行的. 采用 $2d = 0.748\text{nm}$ 的 InSb(111) 晶体, θ_c 为 72.31° , 质子的能量选为 1.5MeV, 光程 L_1 为 200mm, L_2 为 150mm, 入射狭缝为 2mm, 测得 Si K_α (1.74keV) 的能量分辨率 (FWHM) 为 7eV.

PSS 的能量分辨率 (FWHM), $\Delta E = W \cdot dE/dx$, 其中 W 为 PSD 的位置 (空间) 分辨率, dE/dx 为能量线性色散, 与晶体的晶格常数和入射 X 射线能量有关, 且大的 θ_c 有好的能量分辨率^[13]. 在 PSPC 性能一定时, 晶体的质量是获得好分辨率的重要因素. 测 ^{55}Fe 能谱时, 同样条件下, 用国产 LiF(200) 晶体所测得 ^{55}Fe 的能量分辨率 $>30\text{eV}$. 国际上分析 ^{55}Fe 常用 LiF(220) 晶体 ($2d = 0.2848\text{nm}$). 如在我们的 PSS 中用这种晶体, 因它对 ^{55}Fe 有较合适的 θ_c (47.59°), 将得到比 25eV 更好结果. 在用 H^+ 离子激发 Ti 实验中, 测得比较好的能量分辨率, LiF(200) 晶体对 Ti 的特征线 (4.51keV) 有合适的 θ_c (43.06°) 是一个重要原因.

国际上常用 PET(002) ($2d = 0.874\text{nm}$) 或 EDDT(020) ($2d = 0.8808\text{nm}$) 晶体分析 Si 元素, θ_c 分别为 54.63° 和 54.01° , 能量分辨率达到 3eV 或更好. 在实验中, 用 InSb(111) 晶体, 对 Si 有大的 θ_c (72.3°), 理应有好的能量分辨率. 但由于所用晶体面积小, 又有划痕, 加之, 为获得一定的计数率而使入射狭缝扩大到 $\sim 2\text{mm}$, 及因实验靶室腔体几何条件限制, 使得晶体与 PSPC 的几何位置关系不能达到最佳条件, 所以能量分辨率比较差, 只达到早期弯晶谱仪所达到的指标, 7eV^[14].

5 结论

所研制 PSS 的能量分辨率初步实验得到, 对 ^{55}Fe 为 25eV, Ti 为 15eV 及 Si 为 7eV, 前两者达到相近条件下国外实验结果的中等水平. 这表明这一研制是成功的. 与 Si(Li) 探测器相比, PSS 的能量分辨率高几倍到一个多量级. 这样高的能量分辨率可作高能量分辨的元素分析, 能排除在用 Si(Li) 探测器测量的 PIXE 分析中, 常发生的轻元素 K 线系与中等元素 L 线系的相互干扰现象. 若想用这 PSS 作化学态研究, 除需要提高其能量分辨率和改善实验条件外, 十分重要的还需有适用于被分析元素特征线的高质量晶体.

衷心地感谢日本东京法政大学 K. Hasegawa 教授和斯洛文尼亚 J. Stefan 研究所 M. Budnar 教授亲临指导和帮助, 以及日本东京法政大学 H. Hamanaka 教授和日本理化研究所 K. Meada 教授的帮助. 对我所柴之芳、顾孟平和吴应荣教授及北京大学串列加速器组

全体成员给予的帮助亦表示诚挚的谢意。

参 考 文 献

- 1 Hitachi A et al. Nucl. Instr. & Meth., 1982, **195**:631
- 2 Meada K et al. Inter. J. of PIXE, 1996, **6**:117
- 3 Tesauro P et al. Nucl. Instr. & Meth., 1996, **B108**:197
- 4 Budnar M et al. Inter. J. of PIXE, 1996, **6**:51
- 5 Meada K et al. Inter. J of PIXE, 1992, **2**:19
- 6 Folkmann F. Nucl. Instr. & Meth., 1993, **B75**:9
- 7 Zhang C H et al. Phys. Rev., 1989, **B39**:4796
- 8 Cindro V et al. J. Phys., 1989, **B22**:2161
- 9 Mokno Y et al. Nucl. Instr. & Meth., 1997, **B130**:243
- 10 Ishii K et al. Vacuum, 1987, **39**:97
- 11 Hamanaka H et al. Inter. J. of PIXE, 1992, **2**:141
- 12 Calcott T A et al. Rev. Sci. Inst., 1986, **57**:2680
- 13 Hu Z et al. Nucl. Instr. & Meth. 1993, **B74**:426
- 14 Watson R L et al. Nucl. Instr. & Meth., 1977, **142**:311

High Energy Resolution Position Sensitive Spectrometer With a Flat-Crystal*

Hu Zhaohui Liu Shijie Liu Pingsheng Xia Zonghuang¹
Feng Guohua Yao Ying Liu Zhuhua Xu Yingting
Dong Yulan Ni Jingkuan² Liu Cong²

(Institute of High Energy Physics, The Chinese Academy of Sciences, Beijing 100080)

1 (Department of Technical Physics, Peking University Beijing, 100871)

2 (China Institute of Atomic Energy, Beijing 102413)

Abstract Wavelength dispersive position sensitive spectrometer(PSS)with a flatcrystal is a new type of high energy resolution equipment for analyzing X rays. It can be used in study of elemental analysis, chemical states and atomic physics. The paper describes the performance of PSS developed by us as well as the principle of PSS and its core part-position sensitive proportional counter. The energy resolution of 25eV, 15eV and 7eV have been obtained for ⁵⁵Fe, Ti and Si, respectively, using developed PSS. Such resolution can meet the requirement in elements analyses.

Key words position sensitive spectrometer with a flat-crystal, position sensitive proportional counter, energy resolution

Received 6 May 1998

* Supported by the National Natural Science Foundation of China (19275049) and A '85' Great Foundation (19392100) and Laboratory of Nuclear Techniques Analysis, CAS