

北京正负电子对撞机(BEPC)与同步 辐射(SR)的几种实验方法

李士

(中国科学院高能物理研究所)

四年前,邓小平同志在位于北京西郊的中国科学院高能物理研究所院内挥锹为北京正负电子对撞机(简称BEPC)工程奠基。四年后的今天(1988年10月24日),小平同志及其他党和国家领导人又亲临对撞机工程现场,祝贺北京正负电子对撞机对撞成功,并发表了重要讲话。为什么BEPC工程有如此大的影响呢?这是因为“BEPC工程的竣工和对撞成功,是继我国原子弹、氢弹爆炸成功和人造卫星上天之后,在高科技领域中又一重大突破性成就。它的建成和对撞成功为我国粒子物理和同步辐射应用开辟了广阔的前景,揭开了我国高能物理的新篇章”。

BEPC对撞成功究竟能揭开什么样的科学问题呢?这还得谈谈建造的目的,BEPC工程的设计与建造基本上基于可开展两大方面的研究工作:一类是粒子物理,即为了进行对粲夸克和 τ 轻子的研究;另一类是同步辐射简称SR的应用。

什么是同步辐射呢?从经典的电磁理论中可知,一个带电粒子在作加速运动时,会以电磁波的形式辐射能量。同样,一个电子在电子储存环或同步加速器中作圆周运动时,由于受到向心加速度的作用,也会辐射能量。当带电粒子的速度小于光速时,辐射是各向同性的,其辐射形状呈桔形;当带电粒子的速度接近光速时,即 $V/c \approx 1$,电磁辐射将集中在轨道的切线方向上,辐射形状呈光锥形,由于电子在轨道上连续运动,因此辐射呈扁平扇形,这就是同步辐射。1947年,爱尔德等人在美国通用电器公司的80MeV电子同步

加速器上用反射镜观察加速器情况,当电子能量增加到30MeV时,偶然发现暗红色光点。电子能量再增加时,光点呈兰白色,并证实此光是具有偏振的一种电磁辐射的可见光,即同步辐射光。这是最早观察到同步辐射光的实验。

同步辐射的应用是在六十年代以后才逐步发展起来的。1961年,美国首次使用电子同步加速器作为SR光源研究气体的吸收光谱得到较好的结果,而引起世界各国科学工作者的极大兴趣,而后西方其它国家先后开展了同步辐射的应用研究工作。SR与一般的X光光源相比,它具有高强度、高稳定性、光谱范围宽、偏振性好、高准直性及时间结构好等许多优点。因此,在固体表面物理学、金属材料科学、地质矿物学、化学和生物学以及技术科学等领域中得到应用,并逐步向其他新领域中渗透,有可能产生新的边缘学科并取得新的突破。

一、SR的几种实验方法

1.X射线吸收谱(XAS)

在X射线吸收谱上可观测到两种类型的谱线,一种称为X射线吸收近边缘结构谱(X-ray absorption near edge structure)简称XANES,另一种称为扩展的X射线吸收精细结构谱(Extended X-ray absorption fine structure)简称EXAFS。典型的吸收边可分为三部分。第一部分称之为峰前区,在低能量一侧。对过渡族元素来说,常常观测

到这种峰。第二部分在前峰和吸收极大值之间区域，与吸收极大值相距15—20eV。对共价化合物来说，该区范围较大；对配位化合物来说，产生非常强的主吸收峰或出现非常强的前峰。第三部分在边谱上的吸收调制，这是由入射的光电子波与局部背散射的光电子波之间干涉作用形成的。这种吸收调制就是EXAFS。以上第一、二部分即X射线吸收近边缘结构，第三部分即大家熟知的扩展的X射线吸收精细结构。

(1) XANES

XANES是利用SR连续的宽波段(白色特性)、高强度和准直性而获得高分辨率与高信噪比的吸收谱。X射线吸收谱的实验装置如图1所示。入射的SR经过两次布喇格反射(考虑到光速的偏振)后成为单色光，在样品前后各有一个电离室分别测量吸收前后的强度 I_0 和 I ，定义样品对射线的吸收系数 $\mu(E) = \log I_0 / I$ ，且该系数是光子能量E的函数，数据记录和处理由计算机完成，并控制单色器转动角度以变换能量，使能量由低到高测定吸收率。谱仪的能量分辨率对K边缘来说约为1.3eV，相应可研究0.1—0.2eV的位移。

利用XANES技术及其谱线位置的变化可以得到许多信息，如离子的氧化态、金属—配位基的共价键性、金属—配位基之间的距离(对低配位数离子来说，最大吸收向能量高的方向移动)、配位多面体的畸变效应(明显地影响吸收极值的形态)和配位数(在高分辨率吸收谱上，前峰随配位数而发生变化，从八面体到四面体对称，前峰强度增加)等。例如，一个典型的锰橄榄石(Mn_2SiO_4)中锰的K吸收边缘谱(图2)，它显示了处于化合物环境中的原子特征。从图中看，可分成三部分：一是前面提到的峰前区，它对应于内层电子跃迁到最低的几个空能级，对铁族元素来说这些空能级具有3d特征，并有P—d混合，从而使峰前部分的强度明显增强；二是峰前与最大吸收峰之间的区域(约

15—20eV)，目前还很难解释，初步认为它对应着空束缚态跃迁(这种束缚态在某些化合物中可能与分子轨道或能带结构模式有关)；三是我们所说的XANES，在最大吸收峰后50—70eV范围，与我们后面将要提到的扩展X射线吸收精细结构(EXAFS)形成过渡。目前XANES理论尚不完善，因此其应用仍局限于少数几种化合物。

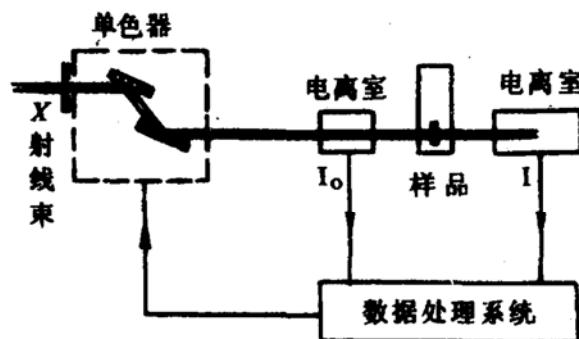


图1 X射线吸收谱的实验装置简图

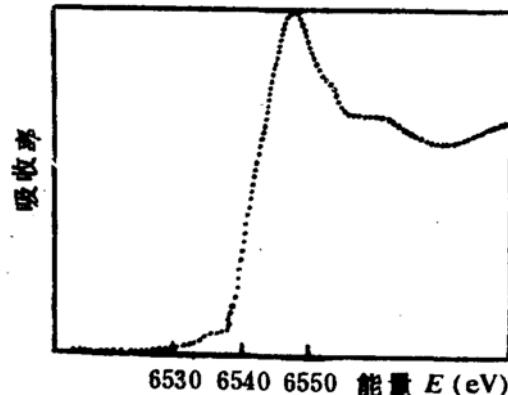


图2 锰橄榄石(Mn_2SiO_4)中锰的K吸收边缘谱

(2) EXAFS

扩展的X射线吸收精细结构EXAFS是一种短程有序效应。EXAFS谱线的范围是从XANES到高能一侧1000eV范围内的振荡。EXAFS这一段结构与前述边缘带相比，重要的不是分辨率而是低噪声，为此要求射线有宽频带和高强度。EXAFS的实验装置与XANES的实验装置完全一样，只是对谱线的分辨率不如XANES分析那样高。特别值得提到的是样品的制备是十分重要的，

厚度约几十个微米(如测定配位数时),样品如不均匀或厚度不恰当都会使实验失败。

由于EXAFS实验能反映中心原子周围区域有序的信息,可用于研究无定形(非晶态)和无序化合物及多组分体系,研究内容广泛。由于各种元素吸收限的能量不同,实验中调节SR中的X射线能量,就可以得到多组分样品中原子的近邻结构,且不受其它组分原子和杂质的干扰。特别值得提到的是SR对玻璃态的研究,它可以测定微量组分原子之间的距离,EXAFS有很好的选择性,所得的数据比用大角度X射线散射法测得的数据更容易解释。例如,Brown等人利用EXAFS成功地确定玻璃中 Fe^{3+} —O间距是 $1.89 - 1.91\text{\AA}$,与晶体中的 Fe^{3+} —O四面体很相似,故认为玻璃中 Fe^{3+} 主要由四面体配位。EXAFS在研究结晶过程中也做出了贡献。Decarrean用铁的K吸收边的EXAFS研究了凝胶($\text{SiO}_4\text{Fe}_2\text{O}_{13} \cdot n\text{H}_2\text{O}$)形成蒙脱石矿物的过程,发现凝胶中出现中程有序的结构,它和最后形成的蒙脱石结构相似。

2. 能量色散X射线衍射(EDXD)

EDXD(Energy Dispersive X-ray Diffraction)比起过去一般的单晶衍射或高分辨率粉末衍射有许多优点:由于具有高强度,可在短时间内对非常小的样品进行测量;由于高准直度和高能量,可在升温和高压下对材料进行相变研究(因为能量高,使X射线进入压力容器只有较小的吸收)。图3为高温和高压下,能量散射X射线衍射实验装置。从SR中引出的X射线束通过直径为 $100\mu\text{m}$ 小孔后,进入金刚石铁砧池内,通过第一块金刚石在高温和压力下,打在多晶样品上,散射的X射线通过另外的金刚石和两道狭缝进入锗半导体探测器。压力和温度由外面遥控,使控制温度和压力达到 600°C 和 300 k bar 是很容易的。

EDXD方法可以测定原子序数相近的元素的结构、阳离子的占位和相变等。例如,Bassett等人利用EDXD研究了磁铁矿高低

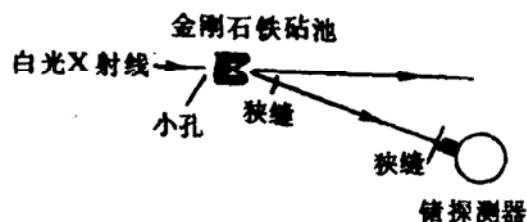


图3 高温和高压下能量散射X射线
衍射实验装置

压相的相界、确定相界的斜率为 $-2 - -6^\circ\text{C}/\text{k bar}$,转变发生在 $150 - 250\text{ k bar}$ 范围。Poirier等人研究了铁橄榄石从橄榄石向尖晶石结构的相变过程,发现铁橄榄石从六方密堆积排列的橄榄石结构向立方密堆积的尖晶石结构转化,这样便经过了马氏体型相变。

3. 小角度X射线散射(SAXS)

SAXS (Small-Angle X-ray Scattering)是用来研究样品中相当于几十到几百 \AA 颗粒的结构特征的。我们知道用一般的X射线作为光源,(如 $\text{Cu}\alpha$ 为 1.54\AA)波长短,只能在 2θ 角度观测,而小角度散射光十分微弱。利用SR的X射线作为光源,却弥补了一般X光源的不足。

4. X射线显微照像术

X射线显微照像术又可称为“宏观探针”,它能在较大的范围内确定主量元素的分布,而利用电子或离子探针,扫描电镜等常规方法不可能得到这种大尺度范围内元素的分布,避免了图像的实验畸变,这对结构复杂的样品来说是有意义的。

利用此技术研究复杂结构的样品具有十分重要的意义,利用SR的强白束特征可以研究比钾元素重的其它元素。典型的应用例子是研究锰结核中元素的分布。

5. X射线形貌

利用SR作为X射线源进行X射线形貌研究,与常规X射线形貌相比,具有小角度,谱线连续分布和高强度等优点。用SR进行X射线形貌可分为两类:白束形貌学和可调

的单色形貌。白束形貌是将晶体置于白色 X 射线中, 让晶格面从连续的谱中选择适当的波长按布喇格定律进行反射。优点是样品不需要定位, 不用扫描, 几个衍射点同时被记录。可用于动力学研究(相变和塑性变形等), 例如可以观察石英相变, 且可以追踪 α — β 相界的进展变化和速度, 以及各种晶格缺陷对该速度的影响。

(上接 50 页)

3. 实际测量

此装置有四个主要部分:

(1) 三维测量装置本身: 包括了支撑在铁架子上的一块大花岗岩的石台面; 二块纵向滑动板(各自可在 X、Y(垂直)和 Z 方向运动); 使用叠层多股钢丝带, 半动部分在空气负荷板上可作驱动。整个装置可用起重机或空气缓冲垫搬动。

(2) 长臂测量杆: 使用了三根不同长度的圆筒, 它们相互套在一起作为测量杆, 可以像望远镜的结构那样一节节地连在一起或一节节地拆开。我们选用碳纤维的环氧树脂制作这种圆筒杆, 因为这种材料具有杨氏模数高和重量轻的优点。

(3) 探头由三个 Hall 片组成(Hall 片的型号均为 Siemens SBV 613)。这三个 Hall 片是相互成直角地装贴。探头的恒温性好于 0.1°C , 曾用 NMR 仪器校正过。因为探头的方向趋向与装在探头前面的一块平面镜的光轴有关, 所以用自动光学准直仪就可以测探头的趋向, 并用万分之一的精度测定了 Hall 片之间的各个内方向余弦。

(4) 自由程控马达的控制系统: 给所使用的六个

利用 SR 为光源进行实验, 除了以上介绍的几种方法外, 还有 X 射线荧光分析(XFA)、光电子谱、时间分辨谱和单晶衍射仪等。由于 SR 的应用方面的评述性文章很多, 故在本文中就不重复了。值得注意的是, SR 这种新技术的出现已经使许多老实验技术得到发展。随着北京正负电子对撞机和合肥 SR 实验装置的建成, 将会对我国 SR 的研究和应用起到十分重要的作用。

伺服电机配备了商用的调制马达控制系统。为了避免此控制系统在操作上发生紊乱, 要非常小心地制造驱动系统的各个机械部分的元件。利用自动控制系统的计算机软件包, 可获得主动 / 被动的操作、直线和圆运动内插测量及“飞行”测量等状态。

4. 测量前的一些测试

(1) 用电子水平仪对此装置做水平度测定。石台面的平面度的最大变化小于 $8 \mu\text{m}$; 滑动板的平直度小于 $4 \mu\text{m}$; 三个轴相互的垂直度好于 0.01 mrad 。

(2) 用光学自动准直仪对二块平面镜做光学校正。一块平面镜是贴在垂直方向运动的滑板上, 另一块贴在探头的前面。以 2 cm/s 的速度使探头沿 X 轴方向运动, 则测量到平面镜光轴的角度偏差分别为 0.02 mrad 和 0.02 mrad , 在后者的结果中包含了长探头的振动影响。

(3) 用磁场测量值校正光学测量值。用磁场测量的数据可以肯定光学测量的结果。

(孙韵敏译自 1989 GSI 的科学报告)