

平面晶体波长色散位置灵敏谱仪及其应用

胡朝晖

(中国科学院高能物理研究所 北京 100080)

摘要 本文介绍了低能 X 射线分析领域内正在迅速发展的一种新探测技术——平面晶体波长色散位置灵敏谱仪,它的基本原理、有关技术、应用及对其发展前景的展望.

关键词 X 射线分析, 波长色散, 位置灵敏谱仪, 位置灵敏探测器, 位置灵敏读出电子学.

1 引言

用核分析方法研究决定物质性质的元素化学态是人们非常关心的. 由于化学态只是物质中不同元素原子外壳层电子相互作用过程,引起参与电子能态的变化,即化学位移 $\leq 1\text{eV}$,并随原子序数增加而减小. 原理上讲,反映这种变化唯有测量与此能量有关的被激发的 X 射线才能实现. 已有的方法,如 Si(Li)探测器,在促成低能 X 射线荧光分析技术: PIXE (Partical Induced X-ray Emission)、XRF (X-ray Fluoresence) 和 SRXRF (SR, Synchrotron Radiation) 的建立、发展及在微量分析中的广泛应用起了重大作用,由于它能量分辨率通常 $>150\text{eV}$,对化学态无能为力;已成商品的弯晶和 Soller 谱仪,最好能量分辨率已达 $\sim 2\text{eV}$,也有人用它作化学态研究,并取得一定结果,由于其单点式的记录工作和效率低,难于走向实际应用. 因此,建立一个兼有高能量分辨与微量分析能力的新探测方法以解决化学态分析问题是众望所归.

近十多年来,低能 X 射线分析中引入了位置灵敏探测技术,与平面晶体波长色散系统相接建立起新型 Bragg 谱仪——平面晶体波长色散位置灵敏谱仪(PSS, Position Sensitive Spectrometer). 由于波长色散与位置灵敏探测器(PSD, Position Sensitive Detector)相结合,既可获得高能量分辨,又可象 Si(Li)

一样同时获取并实时显示被分析能域内完整的能谱. 因此, PSS 深受重视,尤其在 PIXE 分析中的应用发展较快. 如今,美、日、英、德、丹麦、意大利及俄等国的一些实验室,正相继进行 PSS 的研制和应用研究.

2 基本原理

2.1 PSS

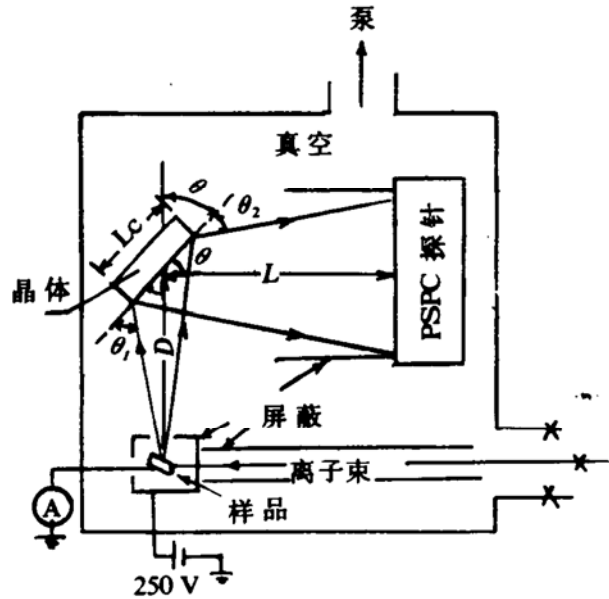


图1 PSS 原理图

图1为 PSS 的原理框图. 它由 X 射线发射源、波长色散系统(含光路 L_1 、 L_2 和晶体 C) 和 PSD 组成. 当样品靶被带电粒子(质子、重离

子或电子)或同步辐射光轰击时,被激发的原子产生的特征 X 射线射到晶体面上就按 Bragg 定律衍射而形成反射线,这种反射线的空间分布与能量相关.因此,当在反射方向某一位置放置 PSD 时,一些反射线就被接收并产生电离事件;不同位置上的电离电荷或其感应电荷讯号被收集、放大、成形和逻辑处理后即成入射 X 射线的位置谱;这一位置谱被与 X 射线能量相关的总电离电荷归一,就被变换成入射能量的能谱.

2.2 PSD

它是 PSS 的核心,也是区别于其它类晶体谱仪之处.目前用于低能 X 射线分析中的 PSS 主要有两种:(1)气体型,流气式位置灵敏正比计数器(PSPC, Position Sensitive Proportional Counter);(2)固体型,由本身具有高空间分辨的微通道板(MCP, Microchannel Plate)构成的 PSD.但无论哪种,都由两部分组成:一是与 X 射线相互作用产生电离讯号的介质;二是收集电离讯号直至位置或能量谱被建立的位置灵敏读出电子学系统.该读出系统是 PSD 获得高空间(位置)分辨的关键,而且读出方法还因位置灵敏介质(电极)不同而异.现有的读出方法有延时线、电阻或电容电荷分配、多阳极电荷分配、求电荷重心及 CCD 等.下面简要介绍上两种 PSD 的工作原理及其常用的几种读出方法.

2.2.1 PSPC

PSPC 可说是高能物理中的多丝正比室的一维应用.就基本结构和原理而言,与通常的正比计数器相同.都由 X 射线入射窗、高压中心阳极和作腔体(壁)的阴极三部分构成. X 射线入射时,一旦发生电离,其中电子在高电场作用下在阳极附近被雪崩放大而形成电子云,对该讯号的处理可得到所需信息,而区别它们的标志是 PSPC 中采用了位置灵敏读出方法.于是, PSPC 直接提供的是能量相关的高空间分辨的位置谱,而不是正比计数器的能谱. PSPC 中的常用读出方法有两种.

1) 延时线读出方法^[1]

该方法的位置灵敏介质由一组等宽度、等间距的条状阴极及在每两相邻阴极条间连上集中参量或分布参量等延时的延时线构成.电子云形成时,在阴极组上产生感应电荷并沿延时线传向两端,两端收集的讯号的延时与电离事件发生地有关,两延时之差正比于发生地到两端的距离.因此,将两端讯号放大、延时,由时间单道分析器求出延时差并经时间脉冲高度转换,最后由 MCA(Multichannel Analyzer)得到 X 射线入射的位置谱.

2) 电阻电荷分配方法^[2]

它与1)的不同是由高阻值阳极丝(如碳纤维丝),作位置灵敏电极.当入射线在阳极上 x 处产生电离时,电子云讯号向阳极两端移动,其电荷量按电阻并联原理分配到两端.若阳极丝是均匀的,两讯号强度就与 x 位置直接相关,且任一端讯号与两端讯号和之成正比于 x 或 $(L-x)$, L 为阳极总长度.于是,人们可用电子学方法取两端讯号、求和、计算比值和将不同 x 位置上的比值作数模转换,再由 MCA 得到入射 X 射线的位置谱.

2.2.2 MCP 的 PSD^[3]

它由 MCP 加上位置灵敏读出电子学系统构成. MCP 由大量直径为 $20 \sim 40 \mu\text{m}$ 具有强电子倍增能力的玻璃管(通道)集合而成,每个通道就是一个微型电子倍增器.某一通道口处发生电离事件时,产生的电子在 MCP 两面所加电压形成的电场作用下被倍增,(一级 MCP 的放大倍数 $\sim 10^4$,二个 MCP 级联时,放大倍数 $> 10^7$)形成强大电子流.该电子流经读出电子学系统处理,就可得到位置谱.

用于 MCP 的读出方法也有多种,前面提到的两种可直接用来接收 MCP 输出的电子流.而较为独特的读出方法是 CCD 读出.

CCD(Charge Coupled Device)方法由荧光屏、光传输回路和 CCD 构成. MCP 输出的电子流打在荧光屏上,便可产生与这些电子通道位置对应的光斑,这光通过透镜或纤维

束送到 CCD 上,由光电效应在 CCD 中产生电流,同时也将入射 X 射线在 MCP 上的位置信息带到 CCD. 因 CCD 自身的高空间分辨 (~20 μm),由 CCD 读出电子学提取的讯号,经放大和逻辑处理,可得到高分辨的位置谱.

3 PSS 和 PSD 的主要性能

3.1 PSS 能量分辨率($\Delta E(\text{FWHM})$)

高能量分辨率的 PSS 是人们追求的目标,也是其得以发展的基础. $\Delta E(\text{FWHM})$ 由波长色散系统和 PSD 贡献,表示为

$$\Delta E(\text{FWHM}) = \Delta X \frac{dE}{dX} \quad (1)$$

其中, ΔX 为 PSD 的空间分辨率, dE/dX 为波长色散系统的能量线性色散特性,与晶体性能及色散系统几何条件有关^[4]. 当晶体和色散系统几何条件一定时, PSS 的 $\Delta E(\text{FWHM})$ 变化就取决于 PSD 的 ΔX 的变化.

3.2 PSD 位置(空间)分辨率(ΔX)

不论是 PSPC, 还是 MCP 的 PSD, ΔX 的来源主要是两方面: 第一是电离事件产生到电荷被读出电极收集这一过程中发生的物理效应. 不同的 PSD 有不同的效应. 对于

PSPC, 主要是光电子射程、空间电荷扩散和雪崩涨落, 对于 MCP, 则是光电子涨落和极间束流扩散, 它们决定着 ΔX 的下限值, 约几十微米; 第二是‘外界’因素, 即 X 射线源宽度和电子学噪声的贡献.

3.3 PSS 和 PSD 性能的已有水平

表1列出了不同 PSD 的 PSS 几个有代表性的实验结果. 由表可看出: (1) 在低能 X 射线能域内, 两种 PSD 的 PSS 都有高分辨率. MCP 一般对真空紫外线和软 X 射线探测效率较高, 但随能量增加而减小. 加之 MCP 无窗遮盖, 因此多用于对能量 < 1keV 的 X 射线分析. 而 PSPC, 当采用薄窗时, 对 1~10keV 能量范围的 X 射线具有较高的探测效率, 因此在此能域内可得到很好的结果; (2) 大多数 PSD 的 ΔX 在 200~400 μm 范围. 在这些例子中, 所用源宽度大多数为 100 μm . 去卷积方法计算表明^[5], 这样的源宽度对 ΔX 贡献很小, 有的可达忽略的程度. 这说明, 对 ΔX 的贡献主要来自读出系统的电子学噪声, 尤其是低噪声预放大器的制作是提高灵敏度和分辨率的关键. 国外少数公司生产的低噪声预放大器的等效噪声电荷 < 200 电子.

表1 一些 PSD 和 PSS 主要性能

| | PSD 类型 | 空间分辨率 | 读出方法 | 应用 | 晶体 | 能量分辨率 | 文献 |
|---|--------|-------------------|--------|-----|-----------------------|-----------------------------|----|
| 1 | PSPC | 0.3mm/5895eV | DL | PSS | EDDT(020) LiF(200) | 3eV/Si 30eV/Cr | 1 |
| 2 | | 0.18mm | DL | PSS | LiF(220) | 26eV/Fe | 5 |
| 3 | | 0.43mm | RAE | PSS | LiF(220) | 11eV/Mn | 6 |
| 4 | | 0.15mm/2000eV | | PSS | quarts(1011) | 1eV/2.3keV 5eV/10keV | 7 |
| 5 | MCP | 400 μm | PAD 冷却 | PSS | RAP(001) | 1.5eV/Si | 8 |
| 6 | | | CCD 低温 | PSS | 光栅 | 0.5eV/390eV 3.4eV/1000eV | 3 |

其中, DL 为延时线, RAE 为电阻电荷分配, PAD 为光电二极管组.

4 PSS 现已开展的应用研究

目前, PSS 的应用主要基于其高的能量

分辨率和低的测量本底两个优点, 开展的工作为以下几种.

4.1 化学态分析

由表1可见, PSS 的 ΔE 比 Si(Li) 小1~2

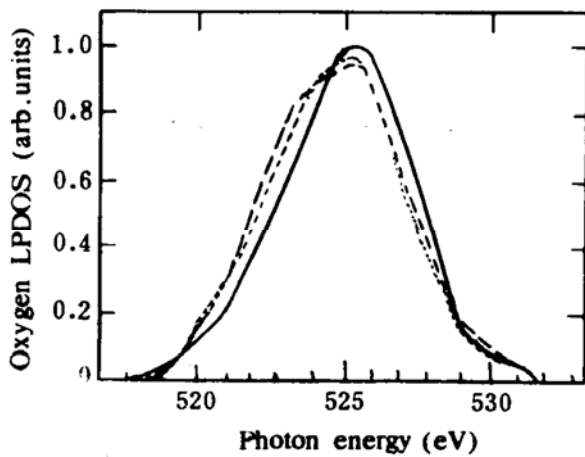


图2 用电子束激发的高温超导体 Ba₂YCu₃O_x 中氧的 K 线谱. 其中实线、点线和虚线分别表示 X=7、6、5

个量级, 在轻元素特征线能域内, 已达到 $\leq 1\text{eV}$ 水平, 即与轻元素化学位移可比拟. 因此, 可用 PSS 直接测量化合物中元素特征线的峰位移动来分析化学态, 同理亦可分析合金电结构和晶体结构特性. 图2为用电子束激发的、用 PSS 测的不同氧成份 Ba₂YCu₃O_x 高温超导体中氧的 K 线谱, 氧成份由7降到6.5时, 整个能谱向低能移动 $0.4 \pm 0.1\text{eV}$, 而从6.5降到6时, 则未出现这一现象^[7]. 这一直接测量分析化学态的方法, PSS 最具竞争力, 因还没有其它方法达到这高分辨率.

尽管用重离子 PIXE 方法分析轻元素或过渡元素卫星线变化和用轻离子 (H⁺ 和 He⁺) PIXE 方法分析过渡元素 L 线的变化可由弯晶谱仪或 Soller 谱仪实现分析化学态, 但是, PSS 实时显示的效果, 使分析测量更明了快捷. 这两谱仪, 现在最佳分辨率也只2~3eV, 是无法完成化学位移直接测量的.

4.2 轻元素分析

在 Si(Li) 探测器中, 因窗吸收、强的高能量 X 射线的散射及韧致辐射造成低能端高的本底, 使它难以探测 $Z < 12$ 的元素和重基体物质中的轻元素. 在 PSS 中, 因薄窗 PSPC 或

无窗 MCP 的应用, 原则上可探测 $Z > 2$ 的所有元素被激发的 X 射线. 另外, 不存在强韧致辐射, 满足 Bragg 定律二级衍射以上能量的 X 射线又可由电子学方法抑制掉, 加之高分辨率, 因此, 低能部分本底很低, 探测限比 Si(Li) 降低1~2量级. 这样, 对轻元素分析很有利, 还可对重基体中轻元素做分析^[10].

4.3 基础研究

利用 PSS 高能量分辨率研究晶体的和原子及其内壳层过程的精细结构^[7].

5 PSS 发展前景展望

5.1 微量分析的发展前景

上面所提及的一些令人鼓舞的 PSS 应用仅基于它高的分辨率, 在常量下进行的. 由于高分辨率要求小的源宽度和小的探测立体角, 加之晶体衍射损失, 使 PSS 总效率要比 Si(Li) 效率低3~4个量级, 因此, PSS 的微量分析是人们正在努力的方向. 兼有晶体谱仪与 Si(Li) 的特征: 高分辨率与微量分析, 是建立 PSS 的最终目的, 这样才能圆满解决我们在引言中提出的问题.

由 X 射线探测量与主要影响因素关系式

$$N \sim (\underbrace{\Omega \cdot \epsilon}_{\text{探测效率}}) \cdot (\underbrace{M_z}_{\text{分析量}}) \cdot (\underbrace{\sigma \cdot I}_{\text{激发强度}})$$

可见, 提高激发强度以补偿 PSS 探测效率不足, 可使 PSS 的微量分析成为可能. 采用强低能电子束流或强同步辐射光, 同时又采用选择激发提高激发截面 σ , 会使这一可能成为现实. 现多数 PSS 装置带有低能电子枪, 或许有意的实验就是用电子作选择激发得到的.

5.2 全元素分析

所谓全元素分析是指一种核分析方法完成对周期表中所有元素的分析. 从原理上讲, PIXE 可完成对所有能激发出特征 X 线的元素作分析. 实践上可以设想, 利用无窗或薄窗 PSS 对低能 X 射线所具高的分辨率, 通过对过渡元素 L 线和重元素 M 线的探测将对这些元素分析也转换到低能域内来, 只要选用

合适的晶体,就可能实现用同一台 PSS 完成全元素的分析.当然,在分析能域内,可能存在较轻元素 K 线或 L 线的干扰.不过,分析可知,只要 PSS 在不同能域内分辨率达到表1所列结果,就能排除绝大多数干扰.

参 考 文 献

- 1 Ishii K, et al. Vacuum, 1989, 39(2~4):97
- 2 Hamanaka H, et al. Inter. J. of PIXE, 1991, (1):141
- 3 Callcott T A, et al. Rev. Sci. Instrum., 1986, 57(11):2680

- 4 Hu Z, et al. Nucl. Instr. and Meth., 1993, B74:426
- 5 Kishimoto S, et al. Appl. Radiat. Isot., 1989, 40(4):299
- 6 Hitachi A, et al. Nucl. Instr. and Meth., 1982, 195:631
- 7 Zhang C H, et al. Phys. Rev., 1989, B39(7):4796
- 8 Vane C R, et al. Nucl. Instr. and Meth., 1987, B24:59
- 9 Maeda K, et al. Inter. J. of PIXE, 1992, 2(1):19
- 10 Hamanaka H, et al. Nucl. Instr. and Meth., 1988, B35:75

Wavelength Dispersive Position Sensitive Spectrometer with a Flat Crystal and Its Applications

Hu Zhaohui

(Institute of High Energy Physics, Academia Sinica, Beijing 100080)

Abstract The paper introduces a new detection technique being quickly developed——wavelength dispersive position sensitive spectrometer with a flat crystal in the area of low energy X-ray analysis, its basic principle, related technology and applications. The development prospects and the future study are also discussed.

Key Words X-ray analysis, wavelength dispersive, position sensitive spectrometer, position sensitive detector, position sensitive readout electronics.

普林斯敦大学聚变试验堆研究近况

步欧洲联合托克马克装置的后尘,美国新泽西州普林斯敦大学的托克马克装置中将首次引入氦.普林斯敦大学的托克马克聚变试验堆(TFTR)已经运行了约十年.在堆内已进行了数以千计的实验,但所有的实验涉及的是非放射性同位素,主要是氦. TFTR 是联邦支持的规划,由美国政府基金中提供的14亿美元来维持.1993年12月约5克的氦将引入反应堆,这是一种新的步骤,将产生氦氦反应实现人工聚变.预期这种实验会产生10MW 的功率,低于 TFTR 要求的功率的一半并运行试验.

氦-氦反应的主要优点是同任何其它被用过的氢同位素相比,达到聚变所要求的温度和压力都非常低.缺点是氦不稳定,如果设备退役,在堆中被用过的任何设备必须清楚污染.对于在 TFTR 中燃烧氦,加拿大有一种贡献,加拿大聚变燃料技术规划(CFFTP)提供氦探测器监督气流.所设计的监测器能测量氦化水或从环形装置用过气体中萃取的

元素氦.当其 TFTR 用 D-T 加燃料时,在聚变中将消耗很少的燃料.大多数燃料作为耗尽气体被排出,被收集在一个气体贮存箱中.这些气体将做如下处理:由 CFFTR 提供的氦纯化系统收集所有的氢同位素在铀衬底上以便将来重复利用.或者氦由用过的气体中被萃取出来收集在分子筛底上同时化合成氦化水.

监测器允许气体流速直到每秒2公升(标准温度与压力),气体混合物直到50居里/公升.监测器和氦纯化系统是按 CFFTP 设计和建造的.规划经营者是安大略 Hydro 研究部,多伦多大学,Qualprotech 公司以及 Torrovan Industries.1993年10月这些系统已在安大略 Hydro 的研究实验室进行了测试,94年将被装运到美国的普林斯敦大学使用.

(四川大学七二〇所 王能明供稿参考:Nuclear Canada, Vol. XXXII, No. 7, 1993)