



[12] 实用新型专利申请说明书

[11] CN 85 2 00024 U

[43]公告日 1986年8月13日

[21]申请号 85 2 00024

[22]申请日 85.4.1

[71]申请人 清华大学

地址 北京市海淀区清华园

[72]设计人 陶琨

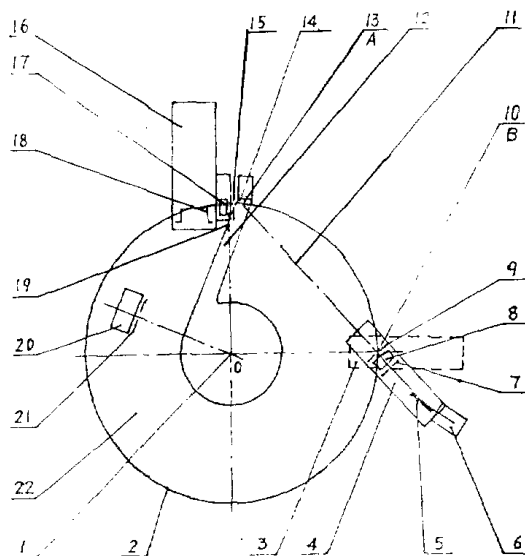
[74]专利代理机构 清华大学专利事务所

代理人 张善余

[54]实用新型名称 无前单色器的X射线掠射聚焦衍射装置

[57]摘要

本实用新型是一种无前单色器的X射线掠射聚焦衍射装置。是材料的X射线衍射分析仪器。它是由X光管、普通半聚焦粉末衍射仪和一套附件构成,按照这种新型方案设计,可以使已有的普通半聚焦粉末衍射仪简便地变为一种新型的、无前单色器的西曼-波林(Seemann-Bohlin)掠射聚焦衍射装置。



1. 一种无前单色器的X射线掠射聚焦衍射装置, 它是由X射线管、普通半聚焦粉末衍射仪以及为此而设计的一套附件(包括狭缝系统、样品架和符合西曼-波林(Seemann-Bohlin)法要求的定向运动机构)按照新的方案组合而成, 这种X射线衍射装置的特征在于:

1) 它是一种特殊的西曼-波林掠射聚焦衍射仪, 也就是说, X射线管的线焦点与样品和接收狭缝都处在西曼-波林聚焦圆上的衍射仪。而且它的单色器不是在X射线入射到样品之前, 而是在从样品衍射之后的光路上。

2) 它的构成方法是利用已有的普通粉末衍射仪, 配以一套为此目的而专门设计的附件(包括狭缝系统、样品架和符合西曼-波林(Seemann-Bohlin)法要求的定向运动机构), 而成的为无前单色器的西曼-波林掠射(入射X射线与样品表面的夹角约小于 $8^{\circ} \sim 15^{\circ}$)聚焦衍射仪, 从而不需要专门制造侧角仪和控制、记录系统, 亦可恢复到原来的普通半聚焦粉末衍射仪的工作状态。

无前单色器的X射线掠射聚焦衍射装置

一. 本实用新型属于材料的X射线衍射分析仪器。

二. 现有技术及其文件是:

1. 薄膜X射线衍射仪。见日本理学公司期刊一卷、二期, 1984年12月、第22页(The RIGAKU Journal Dec. /1984, Vol. 1, No 2, P. 22.) 这篇文章是该公司的最新产品研制报告。此仪器是不聚焦的。因此, 当 2θ 稍大时, 它的衍射线宽度就很大而不实用。所以, 应用时须入射狭缝极小, 从而衍射强度大大下降, 灵敏度也大大下降。

2. 瑞德(Read) 相机法。此方法与上述方法的原理相同, 不同之处只是采用照相底片记录。因而也有上述方法的缺点, 并且不能定量。

3. 回射纪尼叶(Guinier) 聚焦相机法。这种相机可以掠射入射, 并且聚焦。现有多种产品。最近的用于研究薄膜的文章见日文文章: 小林勇二, 吉松满。X线分析 θ 进步。V. 11, P. 9, 1984. 但此种相机均有前单色器, 因而衍射线强度大大下降。分析时间大大延长, 定量也困难。上述文章只测到 800\AA 金膜。

4. 纪尼叶衍射仪法, 亦可称为有前单色器的西曼一波林衍射仪法, 又可简称西曼一波林衍射仪法。典型文章见R. Feder. B. S. Berry, J. Appl. Cryst., 3(1970). 372. 80年代的产品有西德赛费尔特(Seifert)公司的641型。它可以掠射入射, 并且聚焦。但它装有前单色器, 故强度损失90%以上。因而灵敏度低且记录时间长。

三. 本实用新型的目的在于改进现有的固体表面及薄膜的分析方法。即:

1. 提高固体表面及薄膜的分析灵敏度(提高其衍射强度);

2. 限制固体表面下的物质及薄膜所附基体的衍射信息,排除干扰,使测得是基本相同的表层厚度的衍射信息。

四. 本实用新型的内容及实现方法:

1. 对一般衍射仪作如下调整: 首先将测角仪 2 2 与 X 光管 1 6 的相互位置调整到图 1 所示位置。具体要经过计算,使得: 测角仪轴线 1 (即 0) 与 X 光管焦点 1 8 的距离等于测角仪轴线 0 到接收狭缝 1 0 的距离 R, (此 R 不一定是原测角仪园的半径,但下面叙述中仍按原半径叙述。)将原入射狭缝架 2 1、原入射索拉狭缝 2 0 置于图 1 中所示大体的位置,以免它干扰必须的运动,使 X 光管 1 6 出射角大约为 6° 。

2. 在 X 光管套上装上尽量紧凑的新的发散狭缝座 1 5,它可以设计得能利用原有狭缝。新狭缝座内安装索拉(Soller)狭缝 1 7。同时应装上能开关 X 光管窗口的活动挡板 1 9。整个狭缝座的厚度要尽量小,以使掠射角更小。

3. 样品架的设计可以如下:

拆去原有位于轴心 O 处的样品架,在原有 θ 转盘上装上一个水平伸出的旋臂附件 1 2,此旋臂上距测角仪轴线 O 为 R 之处装一轴 A (即 1 3),1 3 上有可随意转动的轴套,在其上方处装样品架 1 4,样品表面中心要经过轴 A 的轴线,这样样品表面即处于聚焦园上,样品架能绕轴 A 的轴线作角度不大的转动,以便调整样品使样品表面与聚焦园 2 相切。如须减少样品的织构影响,可以使样品能绕其表面的法线旋转。(样品架及图 1 中 1 3 处的轴 A 也可以不装在旋臂 1 2 上,可以均固定于 X 射线管套上,此时即不须要旋臂 1 2。

4. 定向运动机构的设计可以如下:

去掉原有的 2θ 悬臂 3 上的接收狭缝架,在此悬臂上,对应于接收

狭缝中心线 B (即 10 处) 装上垫块 (B 到测角仪轴线的距离也为 R)。垫块上装上一薄型轴承 (可自己设计简易轴承, 这样可更薄。) 轴承的轴线也是 B, 轴承上另托一个新的 2° 悬臂 4, 这样, 新、旧 2° 悬臂即可绕 B 相互转动。在 4 上装上原有接收狭缝架 (或新设计的接收狭缝架) 9 (以及与它连在一起的索拉狭缝 8 及防散射狭缝 7), 石墨单色器 5 及计数管 6, 接收狭缝的中心要位于 B 轴线上。

5. 新的 2° 悬臂上要有一个水平孔, 此孔位置要高于 9° 平台, 孔中配一滑动配合的长轴 11, 此长轴伸出与前述的 A 轴上的轴套连接。在这里, 要注意的是原 2° 悬臂与接收狭缝架之间加进了轴承、轴承座及新的 2° 悬臂, 则必须在 X 光管下面加垫块以提高其高度, 同时应预备活动块 (即垫块) 使按衍射仪通常用法时也提高衍射仪位置, 此种垫块厚度一般 25~30 mm 即可。

这样, X 光管焦点、样品表面中心、接收狭缝中心三者就均处于西曼一波林聚焦园上。且样品表面与聚焦园相切, 并且当原有 2° 旋臂旋转时接收狭缝永远指向样品中心。

6. 利用原有控制系统, 转动 9° 转盘, 使样品尽量靠近 X 光管窗口, 并调到适当位置以便做到掠射入射, 掠射角以 $8^{\circ} \sim 15^{\circ}$ 为佳。此后, 实测样品时, 此 9° 转盘位置不再运动。

这样, 就构成了无前单色器的西曼一波林掠射聚焦衍射仪。

此装置的角度不能用 0° 来调整, 因为西曼一波林法不可能达到 0° (2°)。合理的调整方式是用样品的衍射线调整。用石英 (SiO_2) 样品较好, 可以方便地将西曼一波林法时的整度数调到原 2° 刻度的整度数处, 此时利用记录仪记录将与普通衍射图同样直观而方便, 用计算机计算时也方便。

五. 本实用新型与现有技术相比的优点: 它与现有技术不同, 它同时具有以下几个特点:

1. 采用西曼一波林聚焦法, 但是屏弃了前单色器, 直接将 X 光管

的焦点置于西曼—波林聚焦园上。

2. 采用掠射入射, 增加了表层及薄膜的衍射强度。

3. 不制备如赛费尔特641型的独立衍射仪, 只须制备如上所述的附件。

4. 可以采用后石墨单色器以提高信噪比。

5. 具备前索拉狭缝和后索拉狭缝, 所以仍有很高的分辨率。

6. 样品也可以做到绕自身表面法线旋转, 以消除织构影响。

根据这些特点, 我们和1984年底的国外新产品薄膜X射线衍射仪相比, 我们由于是掠射西曼—波林聚焦, 故同时具有高衍射强度与高分辨率, 而原有的不能同时具备。具体地说, 原有的用50KV 200mA、才能测到 100\AA Au膜, 而我们用35KV、20mA(光源强度低20~30倍), 就已做到能测定 70\AA Au膜。

和回射纪尼叶聚焦相机法相比: 纪尼叶聚焦相机为了聚焦良好, 就必须用近完整晶体做前单色器, 这种晶体单色器的衍射效率极低, 其最高者不过5%, 因此大大损失了衍射强度, 而我们不用前单色器, 因此强度大大提高。纪尼叶聚焦相机是照相底片法, 不能定量, 我们用计数管能定量。在1984年纪尼叶聚焦相机才达 500\AA Au膜, 该文说“预计可达 100\AA ”, 而我们已达 70\AA , 预计还可低。最后, 衍射仪法比照相法快。

和纪尼尔衍射仪比较: 两者皆用掠射入射, 均用西曼—波林聚焦, 同时均用衍射仪法, 但有两个明显差异: 一是现有技术均采用前单色器, 因此强度损失10几倍以上, 而我们把X光管焦点直接置于聚焦园上, 就没有这种损失, 因此本实用新型灵敏度高, 并且测试时间短。如我们测 70\AA 的Au膜只须8分钟, 而前述的R. Feder的文章说测 100\AA Au膜用24小时。二是现有的纪尼叶衍射仪是制造独立的测角仪, 它需要制造精密的蜗轮蜗杆系统、齿轮系统、驱动系统。这种

测角仪目前世界上常规价格是约8000~15000美元，此外还须配电子控制系统，整套价格~5万\$。我们的方案是在现有普通粉末衍射仪上配上附件，其加工费仅约1500元。（因为它不须制造转角系统，另件也少得多；同时，全部采用原有粉末衍射仪的控制系统、记录系统及操作方法。）

至于和普通粉末衍射仪比较，则可见前述“1. 薄膜X射线衍射仪”部分。理论分析和实验证明：本实用新型的测固体表面及薄膜时，其衍射强度为普通衍射仪法的7~20余倍。即使是分析多晶厚样品，其衍射强度也比普通衍射法高2~20余倍。

采用本实用新型，可以简便地把现有的普通X射线粉末衍射仪变为无前单色器的西曼一波林掠射焦衍射仪，并仍可简便地改回作普通粉末衍射仪使用。

本实用新型在专利申请人所在的实验室中已投入使用，已达到上述的全部功能。

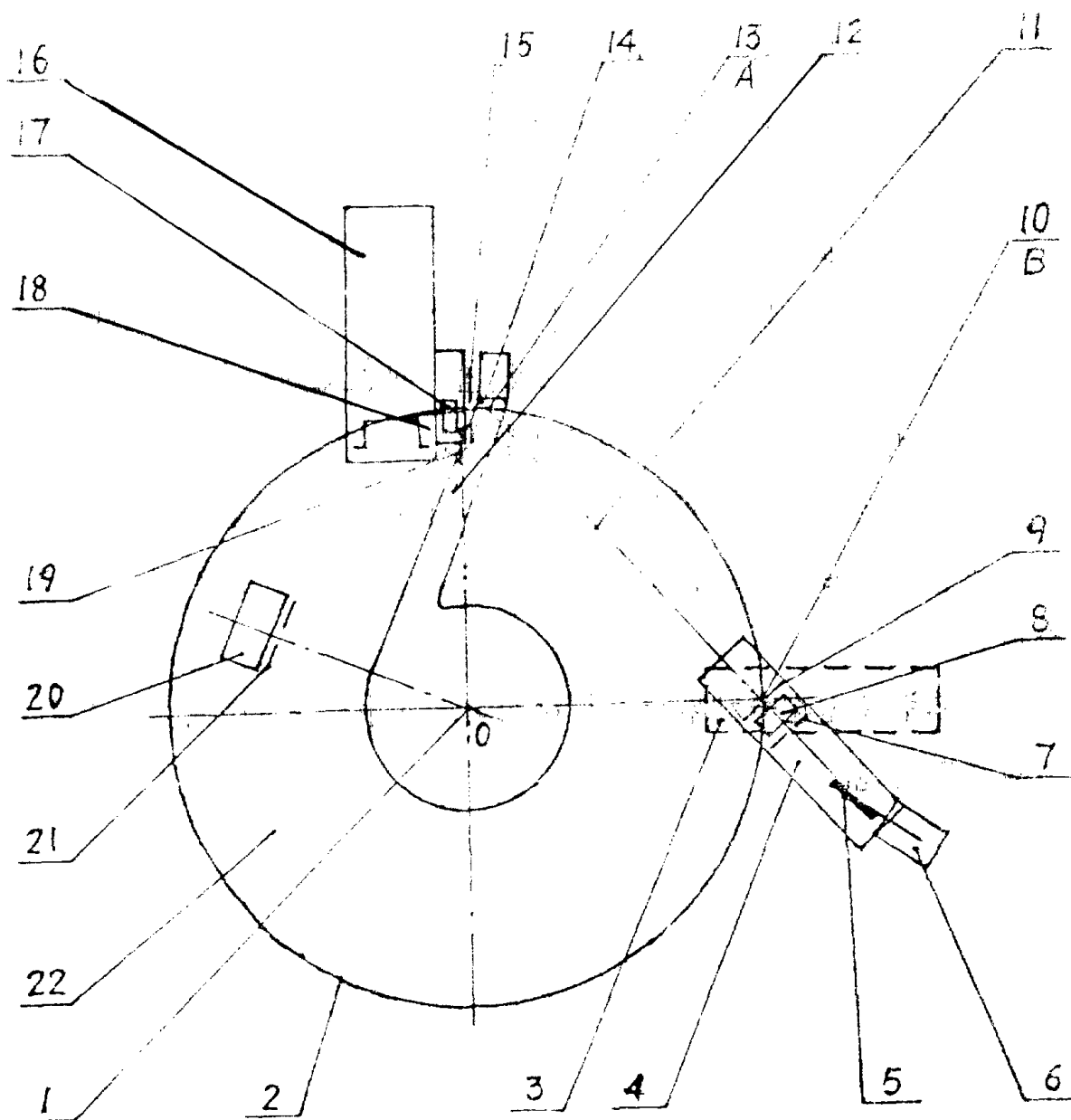


图 1