

# 小角 X 射线散射实验数据的初步处理

赵辉<sup>1,3</sup> 李志宏<sup>2</sup> 董宝中<sup>1</sup> 荣利霞<sup>1</sup> 王俊<sup>1</sup>

1 (中国科学院高能物理研究所 北京 100039)

2 (中国科学院山西煤炭化学研究所煤转化国家重点实验室 太原 030001)

3 (鞍山师范学院物理系 鞍山 114005)

**摘要** 介绍北京同步辐射装置(BSRF)小角 X 射线散射实验站实验数据的初步处理方法,即由成像板探测器检测到的散射信号转换成角度及其对应的强度数据的方法,并对数据转换过程中可能遇到的问题进行了详细的讨论.

**关键词** 小角 X 射线散射 数据转换 散射曲线

## 1 引言

小角 X 射线散射(SAXS)是一种物质微结构的分析手段.当 X 射线照射到实验样品上时,如果样品内存在一至数百纳米范围的电子密度起伏,就会在入射光线周围的小角区域内产生 X 射线散射图样,这就是小角 X 射线散射现象<sup>[1]</sup>.分析小角散射图样能够得到物质的长周期结构信息或者亚微粒子(或孔)的形状、尺度或质量信息.因此 SAXS 已应用到物理学、化学、材料科学、地质学和生物学等诸多领域<sup>[2]</sup>.北京同步辐射装置小角散射实验的重要发展是以高强度、高准直性的同步辐射作为入射 X 射线光源,以探测速度快、动态范围大、探测角度宽的成像板技术检测散射信号,以及与电子计算机的结合,从而大大提高了实验的分辨率和灵敏度,缩短了实验时间,简化了数据修正工作.所以本实验站的用户越来越多,已经成为我国 SAXS 实验的重要基地.但是由于实验设备的特殊性,所测得的原始数据与普通 X 光机的小角散射附件所测得的数据不同,存在一个初步数据处理问题.关于初步数据处理的原理及方法目前还没有文字形式的报道.本文将对此作一详细的介绍和讨论.

## 2 散射信号

目前,北京同步辐射装置小角散射实验站使用成像板探测器探测散射信号.这个成像板探测系统是日本 FujiFilm 公司生产的 BAS-2500 成像板探测系统.主要由四部分组成,即成像板、读出器、消除器和计算机.成像板是用来记录 X 射线信号的胶片.读出

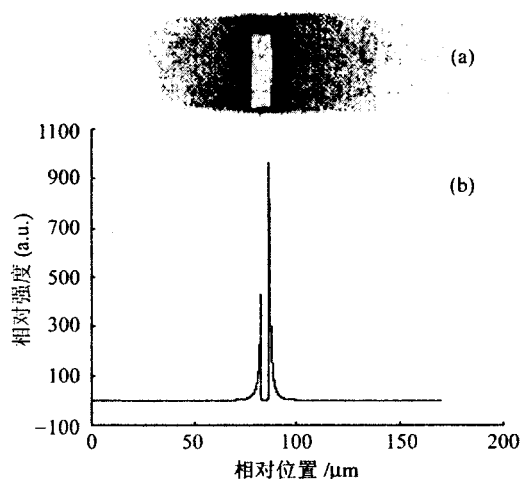


图 1 成像板读取系统获得的  $\text{SiO}_2$  胶体的小角散射信号

(a) 散射图样; (b) 相对位置 - 相对强度散射曲线.

向两侧, 随着散射角度的增大, 信号的灰度逐渐降低, 即散射强度从中心向外逐渐衰减. 如果散射图样中出现高灰度条纹, 则表明样品中可能存在长周期性结构. 如在读取信号时, 散射中心附近出现绿色斑点, 则表明散射强度饱和了, 应缩短曝光时间.

灰度图象转换成 PC 格式的初始散射曲线的依据是灰度信息对应 X 射线的强度信息. 在图 1(a)中, 沿横向选择一个矩形长框, 以矩形长框的横向长度作为横坐标. 统计各个横坐标上的灰度和, 作为相对光强强度. 当然, 矩形长框的宽度越宽, 其相对光强值越大. 但这不影响由相对散射光强得出的结论. 图 1(b)就是根据上述观点得出的初始散射曲线. 成像板的像素尺寸为  $50\mu\text{m}/100\mu\text{m}/200\mu\text{m}$  可选择, 它决定所探测信号点的位置间隔和精度. 在一维情况下, 就是横坐标的间隔和精度. 通常选  $50\mu\text{m}$ , 这是能够达到的最大精度. 其纵坐标为相对光强强度.

### 3 散射信号中心的确定

图 1(b)曲线中间的凹陷处对应于遮挡器的位置. 由于入射光束会随储存环电子轨道的微小变化而变化, 通常难以保证遮挡器绝对位于散射中心, 所以处理散射数据时首先要找到散射信号的中心. 在凹陷的两侧存在两个峰. 如果两峰高度一样, 它们的横坐标分别为  $x_1$  和  $x_2$ , 则散射中心  $x_0$  距任一峰值处的距离为  $|(x_1 - x_2)|/2$ , 但大多数情况下两峰高低不一, 如图 2 所示. 此时先找到较矮的峰, 记下它的位置  $x_L$  以及峰的高度  $I_L$ . 在较高峰相对于凹陷的外侧寻找高度也等于  $I_L$  的点, 记下这点的位置  $x_H$ , 如无此点, 则需采取插值的方法(如样条函数插值)得到  $x_H$ . 有了  $x_H$  后, 则散射中心  $x_0$  距较矮峰值处的距离为  $|(x_L - x_H)|/2$ .

以上提供了一种寻找散射中心的简便方法. 这种方法在北京同步辐射装置小角站采

器用来读出储存在成像板中的 X 射线信号, 其读出过程由计算机进行监测、控制, 读出结果作为数字化文件存储在计算机中. 如图 1(a)所示. 消除器的作用是消除成像板上残留的影像, 使成像板可以重复地使用. 这个产品同时也提供了一套转换软件, 可把图 1(a)所示的灰度数字图象转换成 PC 格式的初始散射曲线数据文件, 如图 1(b)所示. 这也是北京同步辐射装置小角实验站提供给用户的原始实验数据.

一般情况下, 一个样品的实验信号图样应该是相对于散射中心对称的, 如图 1(a)所

示(样品为  $\text{SiO}_2$  胶体). 从图中可以看出, 信号的中心存在一个长方形的低灰度区. 原因是用长方形束流遮挡器遮挡了入射光的直通强光束部分以避免损害成像板. 一般由中心

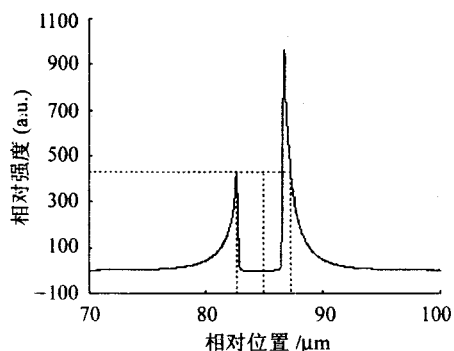


图2 SiO<sub>2</sub> 胶体的小角散射信号中心的确定示意图

此图为图 1(b)的局部放大图。

用并证实是可靠的. 当然更安全的方法是在凹陷两侧找出多对对应点, 分别求出每对对应点各自的散射中心, 然后取平均值.

#### 4 散射数据的转换

SAXS 中的所有理论都是基于散射角(或散射矢量)与散射强度的对应数据来进行讨论的. 所以在进行结构解析前, 需将图 1(b)的横坐标转换为相应的散射角度(或散射矢量). 由于散射图样相对于散射中心是对称的, 所以在数据转换时仅需考虑散射中心任一侧的数据. 由图 3 所示的散射几何关系即可确定转换公式如下:

$$2\theta = \text{tg}^{-1} \frac{|x - x_0|}{|OS|}, \quad (1)$$

式中 $|OS|$ 是被测样品到成像板的距离(单位: mm);  $x_0$ 是散射中心位置;  $x$ 为任一相对强度  $I$  在成像板上的相对位置(单位: mm);  $2\theta$  则为与  $I$  相对应的散射角度(单位: rad).

散射矢量  $h$  则可很容易地依据下式从散射角度  $\theta$  换算而得:

$$h = 4\pi \sin\theta/\lambda, \quad (2)$$

式中 $\lambda$ 为入射 X 射线波长. 这样就得到散射矢量与散射强度相对应的数据. 图 4 所示散射

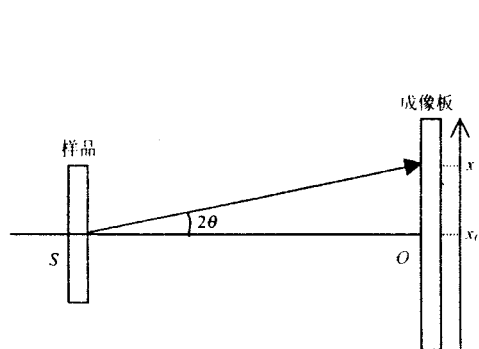


图3 散射几何关系示意图

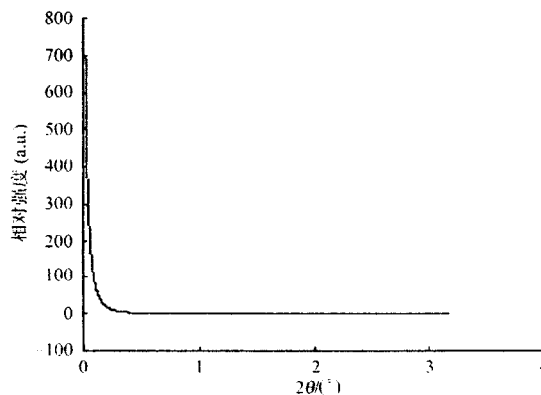


图4 SiO<sub>2</sub> 胶体的散射角度 - 散射强度曲线

曲线就是由图 1(b)散射中心的左侧数据转换而来, 最小可测角为与图 1(b)左侧峰值处相对应的角度。

以上介绍了散射数据的初步处理. 这个过程可在 Origin, Excel 等数学软件上进行. 但对于大量的数据处理, 速度很慢且繁琐. 所以把以上过程编成了一个通用软件.

对样品和相应的本底散射信号同样进行上述转换操作, 扣除本底后<sup>[3]</sup>, 即可进行下一步的数据解析处理.

### 参考文献(References)

- 1 Glatter O, Kratky O. Small Angle X-ray Scattering. New York:Academic Press, 1982. 3-13
- 2 LI Z H, GONG Y J, WU D et al. Microporous Mesocrous Mater., 2001, 46:75
- 3 WU Z H et al. Background removing of Small Angle X-ray Scattering at Beijing Synchrotron Radiaton Laboratory, to be printed (in Chinese)  
(吴忠华等. 北京同步辐射小角 X 射线散射实验本底的扣除. 待发表)

## Preliminary Transformation on Experimental Data of Small Angle X-Ray Scattering

ZHAO Hui<sup>1,3</sup> LI Zhi-Hong<sup>2</sup> DONG Bao-Zhong<sup>1</sup>  
RONG Li-Xia<sup>1</sup> WANG Jun<sup>1</sup>

1(Institute of High Energy Physics, CAS, Beijing 100039, China)

2(State Key Laboratory of Coal Conversion, Institute of Coal Chemistry, CAS, Taiyuan 030001, China)

3(Physics of Department, Anshan Normal College, Anshan 114005, China)

**Abstract** A method is introduced on preliminary processing of experimental data from Small Angle X-ray Scattering (SAXS) Experimental Station, Beijing Synchrotron Radiation Facility. That is how to transfer the scattering signal recorded by image plates' detector into data of scattering angles and their corresponding intensities. Detailed discussions are given on problems that may arise in the data-transforming process.

**Key words** small angle X-ray scattering, data transformation, scattering curve