

整体毛细管 X 射线半会聚透镜在微区 EXAFS 分析技术中的应用

孙天希¹ 刘志国¹ 韦世强² 贺博² 韦正² 杨君¹
曾毅¹ 林晓燕¹ 初学莲¹ 丁训良^{1;1)}

1 (北京师范大学射线束技术与材料改性教育部重点实验室, 北京师范大学低能核物理研究所,
北京市辐射中心 北京 100875)
2 (中国科学技术大学国家同步辐射实验室 合肥 230029)

摘要 利用整体毛细管 X 射线半会聚透镜对同步辐射 X 射线进行聚焦, 经透镜会聚的微焦斑直径在 10 μm 量级, 焦斑位置处的功率密度增益在 10³ 量级. 在 5.5—11.5keV 能量范围内, 透镜焦斑直径由 38 μm 变为 29 μm , 透镜传输效率由 26.1% 变为 20.5%, 焦斑的中心位置移动了 3 μm ; 透镜的出口焦距变化了 155 μm . 在上述透镜性能研究的基础上, 研究了该微焦斑同步辐射在微区 EXAFS (Extended X-ray Absorption Fine Structure) 分析技术中的应用.

关键词 毛细管 X 射线光学器件 同步辐射 微区 EXAFS

1 引言

毛细管 X 射线光学器件对 X 射线聚焦所依据的基本原理是 X 射线在管内表面多次全反射效应. 它的优点是制作工艺简单、种类齐全、造价低廉, 可以对全波段的 X 射线进行聚焦. 整体毛细管 X 射线半会聚透镜为单一的、没有支撑部件的多孔玻璃固体, 内部是由 20—30 万根内径为 3—15 μm 的单毛细管构成, 各有效单毛细管的出口端面的法线统一指向透镜的出口焦斑位置, 所以, 该透镜可以将任何形状光源发出的 X 射线会聚为圆形微焦斑.

随着毛细管 X 射线透镜研制技术的进一步提高^[1—3], 它在 X 射线分析技术领域的应用也越来越广泛^[4—13]. 国际上利用毛细管 X 射线光学器件会聚同步辐射的应用研究已经进行了一些探索^[14—21], 其中大部分是利用单毛细管或者是组装毛细管 X 射线透镜会聚同步辐射^[14, 15, 17, 18, 20, 21], 而利用整体毛细管 X 射线半会聚透镜来会聚同步辐射进行微区 EXAFS 分析时^[16, 19], 对会聚后微焦斑同步辐射的性质缺乏详细的测定和讨论, 譬如透镜的焦斑位置及出口焦距与能量

的关系等. 而上述这些性质是从事微区 XAFS 分析的科研人员所特别关心的, 因为进行 EXAFS 分析时, 需要大约在 1keV 的能量范围内进行扫描, 这就要求在扫描过程中, 经毛细管 X 射线半会聚透镜会聚的微焦斑同步辐射的位置较稳定才行.

本文详细测量分析了整体毛细管 X 射线半会聚透镜会聚同步辐射的性质, 并且研究了该透镜在微区同步辐射 EXAFS 分析技术中的应用.

2 实验

2.1 实验装置

实验在中国科学技术大学国家同步辐射实验室 X 射线吸收精细结构光束线站完成. 实验装置如图 1 所示. 实验中采用的整体毛细管 X 射线半会聚透镜由北京师范大学低能核物理研究所研制, 其几何参数如表 1 所示. 来自双晶单色器的同步辐射束斑的尺寸为 10mm \times 1mm, 能量范围为 4.1—12.5keV, 狭缝的尺寸为 5mm \times 2mm, 利用金属刀口扫描的方法测量焦斑直径.

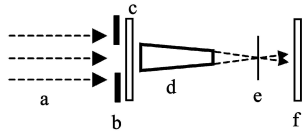


图1 利用X射线透镜会聚同步辐射的示意图

a. 来自双晶单色器的同步辐射; b. 狭缝; c. 前电离室; d. 整体毛细管X射线半会聚透镜; e. 样品; f. 后电离室.

表1 整体毛细管X射线半会聚透镜的几何参数

长度/mm	49.2
入口直径/mm	5.0
出口直径/mm	3.0
构成透镜的单毛细管数量	289000

2.2 实验结果与分析

2.2.1 整体毛细管X射线半会聚透镜传输效率和能量的关系

整体毛细管X射线透镜的传输效率是指从透镜出来的X射线强度和进入透镜的X射线强度的比值. 图2显示了整体毛细管X射线透镜的传输效率随能量的变化关系. 由于X射线发生全反射的临界角随着能量的增加而减小, 这使高能X射线发生全反射而通过透镜的可能性减小, 所以透镜传输效率随着能量的增加而降低.

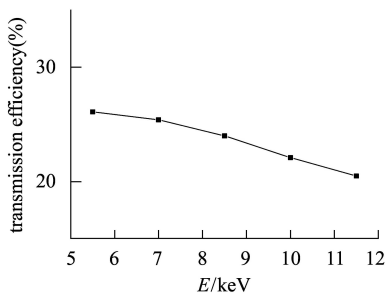


图2 透镜传输效率随能量的变化关系曲线

2.2.2 整体毛细管X射线半会聚透镜焦斑大小和能量的关系

由图3可知, 该透镜的焦斑直径随着能量的升高而减小. 这是因为, 对X射线透镜来说, 焦斑直径可以表示成下式:

$$\phi = 2r + 2f_2 \tan \theta_c, \quad (1)$$

其中 r 为透镜出口端子导管的内半径, f_2 为透镜出口焦距. X射线的能量越高, f_2 越大, 但 f_2 随能量的不同而变化的幅度不大 (见图5), 而临界角 θ_c 为

$$\theta_c = \frac{30}{E(\text{keV})} (\text{mrad}), \quad (2)$$

其中 E 为X射线的能量, 由以上分析可知, 焦斑直径主要决定于临界角和能量反比关系, 所以, 透镜的焦斑直径大小随着能量的升高反而减小.

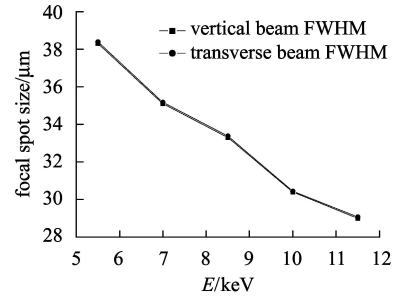


图3 透镜焦斑直径随能量的变化关系曲线

2.2.3 整体毛细管X射线半会聚透镜焦斑中心位置随着能量的变化关系

图4显示了整体毛细管X射线透镜焦斑中心的纵向位置随能量的变化关系. 在5.5—11.5keV能量范围内, 由双晶单色器出来打在透镜入口处的同步辐射束斑在竖直方向移动了80μm, 而透镜焦斑中心位置在纵向移动了3μm, 说明整体毛细管X射线透镜对光束具有稳定作用. 这是由于整体毛细管X射线透镜是非成像光学元件, 它的焦斑位置不受入射光束位置的约束.

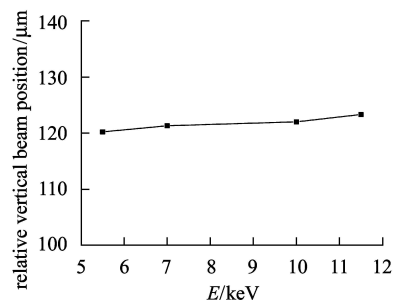


图4 透镜焦斑纵向位置随能量的变化关系曲线

2.2.4 整体毛细管X射线半会聚透镜出口焦距随能量的变化关系

整体毛细管X射线半会聚透镜出口焦距是指透镜出口端与透镜焦斑之间的距离. 图5显示了整体毛细管X射线半会聚透镜的出口焦距随能量的变化关系. 整体毛细管X射线透镜的出口焦距主要决定于透镜的几何结构, 但在透镜几何结构一定的情况下, 透镜的出口焦距还与X射线发生全反射的临界角有微弱的关系. 由图5可知, 透镜的出口焦距随能量的升高而稍微变大, 这是由于X射线发生全反射的临界角随着能量的增加而减小的原因.

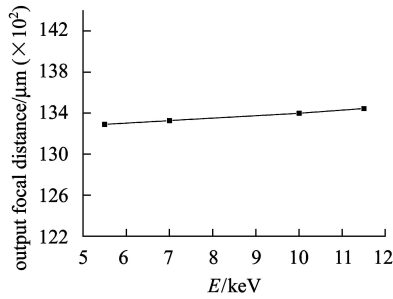


图 5 透镜出口焦距随能量的变化关系曲线

2.2.5 在 8.5keV 能量点, 沿透镜中心轴线方向, 束斑大小与离开透镜出口端距离的关系

图 6 显示了在 8.5keV 能量点, 离开透镜出口端不同位置处的束斑直径. 其中, 最小束斑即为透镜在该能量点的焦斑. 由该图可以判断经透镜会聚的光束在焦斑位置前后的发散情况.

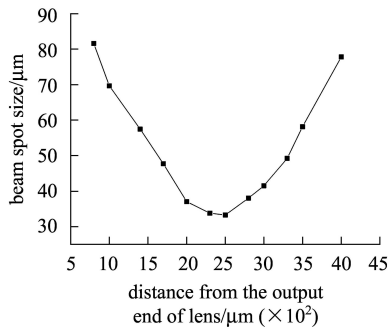


图 6 离开透镜出口端不同位置处的束斑直径

2.2.6 透镜焦斑位置处的功率密度增益和能量的关系

功率密度增益的定义为: 有透镜和没透镜时, 透镜焦斑位置处单位面积上的强度比. 功率密度增益可按下式计算得出:

$$\text{Gain} = \text{transmission efficiency} \times s_{\text{input}} / (\pi \times r^2), \quad (3)$$

式中 $s_{\text{input}} = 5\text{mm} \times 1\text{mm}$ 是入射到透镜入口端的同步辐射光束的面积, r 是透镜焦斑的半径.

图 7 显示了透镜焦斑位置处的功率密度增益和能量的关系.

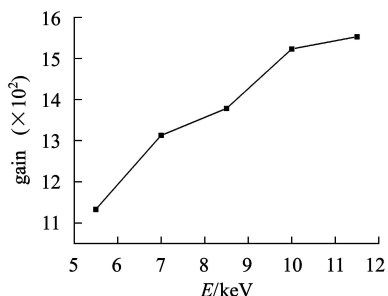


图 7 透镜放大倍数随能量的变化关系曲线

2.3 微焦斑同步辐射在微区 EXAFS 分析技术中的应用

2.3.1 铜箔的 EXAFS 谱

利用上述透镜会聚的微焦斑同步辐射测量了铜箔的透射 EXAFS 谱, 如图 8 所示. 图 8 中的“肩峰”很明显, 说明该装置的能量分辨率满足 EXAFS 分析的要求.

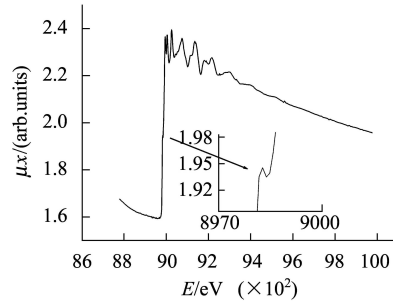


图 8 铜箔的 EXAFS 谱

2.3.2 微区 EXAFS 谱的解离

利用中国科学技术大学国家同步实验室 XAFS 工作组编写的 NSRLXAFS 软件包对 Cu 薄膜的微区 EXAFS 谱进行了解谱. Cu 箔的第 1 配位壳层的拟合数据如图 9 所示. 其拟合的结构参数结果为: $R = 0.253 \pm 0.003\text{nm}$; Debye-Waller 因子 σ^2 为 $0.000077 \pm 0.000006\text{nm}^2$; $N = 11.9 \pm 0.5$; $e_0 = 2.8 \pm 0.3\text{eV}$, 整个拟合过程的相对误差为 1.9%. 对相同 Cu 箔样品, 利用大斑点同步辐射测量的谱, 其拟合的结构参数结果为: $R = 0.254 \pm 0.002\text{nm}$; Debye-Waller 因子 σ^2 为 $0.000075 \pm 0.000008\text{nm}^2$; $N = 11.9 \pm 0.4$; $e_0 = 2.7 \pm 0.5\text{eV}$, 整个拟合过程的相对误差为 2.0%.

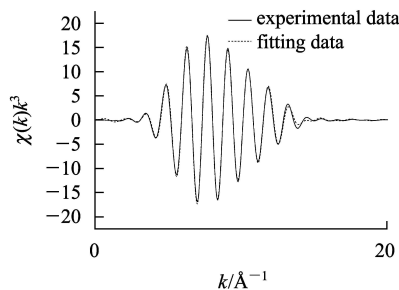


图 9 第 1 配位壳层的 $\chi(k)$ - k 实验曲线和拟合曲线

3 讨论

如图 1 所示, 在测量 EXAFS 谱时, 前电离室位于透镜之前, 这样会造成所测得谱有一些畸变: 由于不同能量的 X 射线通过透镜的传输效率不一样, 所以这

样得到的EXFAS信号受到透镜传输效率的调制. 不过透镜的传输效率随能量变化很缓慢, 导致的噪声在处理EXAFS信号的傅里叶变换过程中就被滤掉了, 因此不影响最后的结果.

因为透镜是非线性光学器件, 其中央部分的传输效率最高, 所以应仔细聚焦调节透镜以便充分利用透镜的中心部分. 图10显示了整体毛细管X射线透镜的入口端照片, 同步辐射长时间照射整体毛细管X射线透镜后, 所照射部位变为淡褐色(研究表明, 这不影响透镜的传输性能), 根据褐色部分是否在透镜中央, 可以判断透镜聚焦调节过程是否充分, 由图10可知, 该实验中对透镜的聚焦调节是充分的.

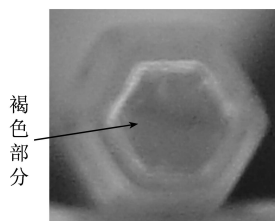


图10 透镜入口照片

由(1)式可知, 整体毛细管X射线半会聚透镜的焦斑直径随着透镜焦距的减小而减小, 随着构成透镜

单毛细管出口直径的减小而减小, 所以可根据需要研制焦斑直径进一步减小的整体毛细管X射线半会聚透镜.

4 结论与展望

整体毛细管X射线半会聚透镜会聚的同步辐射微焦斑的焦斑直径和功率密度增益分别在 $10\mu\text{m}$ 和 10^3 量级; 整体毛细管X射线半会聚光透镜对同步辐射光束具有稳定作用; 透镜的出口焦距随着能量的变化而发生稍微变化; 透镜的焦斑直径和传输效率随着能量的变化而变化.

利用整体毛细管X射线半会聚透镜会聚同步辐射, 由于会聚后的焦斑直径在 $10\mu\text{m}$ 量级, 所以可利用该微焦斑进行微区EXAFS、微区X射线荧光以及其他微区X射线分析.

感谢陆坤权研究员(中国科学院物理研究所)对本实验的关心和帮助; 感谢张丹红等老师对同步辐射用户热情周到的帮助; 感谢中国科学技术大学国家同步辐射实验室向我们提供了高质量的同步辐射以及和谐实验环境.

参考文献(References)

- SUN Tian-Xi, DING Xun-Liang. *J. Appl. Phys.*, 2005, **97**: 124904(-1)—124904(-7)
- SUN Tian-Xi, DING Xun-Liang. *Nucl. Instrum. Methods*, 2004, **B226**: 651—658
- SUN Tian-Xi, DING Xun-Liang, LIU Zhi-Guo et al. *Acta Optica Sinica*, 2005, **25**(10): 1436—1440 (in Chinese) (孙天希, 丁训良, 刘志国等. *光学学报*, 2005, **25**(10): 1436—1440)
- DING Xun-Liang, HE Ye-Jun, YAN Yi-Ming. *J. Beijing Normal University (Natural Science)*, 1995, **31**(Sup.): 75—79
- DING Xun-Liang, LIANG Wei, YAN Yi-Ming. *J. Beijing Normal University (Natural Science)*, 1995, **31**(Sup.): 40—50
- DING Xun-Liang, LIANG Wei, YAN Yi-Ming. *Nucl. Techniques*, 1996, **19**: 164—169 (in Chinese) (丁训良, 梁炜, 颜一鸣. *核技术*, 1996, **19**: 164—169)
- DING Xun-Liang, HE Ye-Jun, YAN Yi-Ming. *X-Ray Spectrom.*, 1997, **26**: 374—379
- DING Xun-Liang, LIANG Wei, YAN Yi-Ming. *J. Trace and Microprobe Techniques*, 1997, **15**(4): 647—652
- DING Xun-Liang, HE Ye-Jun, XIE Jin-Dong et al. *Proceedings of Japan-China Joint Seminar on Atomic Level Characterization*. 1998, 112—117
- DING Xun-Liang, XIE Jing-Dong, HE Ye-Jun et al. *Talanta*, 2000, **53**: 17—22
- DING X, GAO N, Havrilla G. *SPIE* 4144, 2000, 174—182
- DING Xun-Liang, LIU Zhi-Guo, YAN Yi-Ming et al. *X-Ray Spectrom.*, 2004, **33**: 67—73
- Bjeoumikhov A, Bjeoumikhova S, Langhoff N et al. *Appl. Phys. Lett.*, 2005, **86**: 144102—144102(-3)
- Bartoll J, Rfhrs S, Erko A et al. *Spectrochimica Acta Part*, 2004, **B59**: 1587—1592
- Hofmann F A, Freinberg-Trufas C A, Owens S M et al. *Nucl. Instrum. Methods*, 1997, **B133**: 145—150
- Kuhbacher M, Weseloh G, Thomzig A et al. *X-Ray Spectrom.*, 2005, **34**: 112—117
- Sirenko A A, Kazimirov A, HUANG R et al. *J. Appl. Phys.*, 2005, **97**: 063512—063512(-7)
- Vincze L, Somogyi A, Osan J et al. *Anal. Chem.*, 2002, **74**: 1128—1135
- Proost K, Vincze L, Janssens K et al. *X-Ray Spectrom.*, 2003, **32**: 215—222
- Rindby Anders, Engstrom Per, Janssens K et al. *Nucl. Instrum. Methods*, 1997, **B124**: 591—604
- Vincze L, Janssens K, Adams F et al. *Rev. Sci. Instrum.*, 1998, **69**(10): 3494—3503

Application of Monolithic Capillary Half Focusing X-Ray Lens in Micro-EXAFS Analytical Technology

SUN Tian-Xi¹ LIU Zhi-Guo¹ WEI Shi-Qiang² HE Bo² WEI Zheng² YANG Jun¹
ZENG Yi¹ LIN Xiao-Yan¹ CHU Xue-Lian¹ DING Xun-Liang^{1;1)}

¹ (The Key Laboratory of Beam Technology and Materials Modification of Ministry of Education, Beijing Normal University, Institute of Low Energy Nuclear Physics, Beijing Normal University, Beijing Radiation Center, Beijing 100875, China)

² (National Synchrotron Radiation Laboratory, University of Science and Technology of China, Hefei 230029, China)

Abstract A monolithic capillary half focusing X-ray lens (MCHFXRL) is used to focus the synchrotron radiation. The magnitudes of the focal spot size and gain of the synchrotron radiation microbeam focused by the MCHFXRL are in the orders of $10\mu\text{m}$ and 10^3 , respectively. In the energy range from 5.5 to 11.5keV, the focal spot size varies from 38 to $29\mu\text{m}$; the transmission efficiency varies from 26.1% to 20.5%; the translation of the vertical position of the focal spot is $3\mu\text{m}$; the change of the output focal distance is $155\mu\text{m}$. On the basis of the investigation of the performances of the MCHFXRL, the application of the synchrotron radiation microbeam in micro-extended-X-ray-absorption-fine-structure (micro-EXAFS) analysis is studied.

Key words capillary X-ray optics, synchrotron radiation, micro-EXAFS