

毛细管X射线光学器件的 性能及应用

孙天希 刘志国 丁训良 著



冶金工业出版社

<http://www.cnmip.com.cn>

毛細管X射線光學器件的 性能及應用

李志剛，王曉輝，張曉輝，周



清华大学出版社

毛细管 X 射线光学器件的 性能及应用

孙天希 刘志国 丁训良 著

**北 京
冶金工业出版社
2009**

内 容 提 要

本书介绍了毛细管 X 射线光学器件的设计原理、种类、性能和应用,提供了该类器件详细的性能表征方法,分别讨论了该类器件在微束 X 射线荧光分析技术和微束 X 射线衍射分析技术中的应用、在 X 射线吸收精细结构分析技术和 X 射线成像技术中的应用、在共聚焦 X 射线荧光分析技术和共聚焦 X 射线衍射分析技术中的应用、在会聚同步辐射 X 射线中的应用、在大气颗粒物单颗粒 X 射线荧光分析中的应用,展望了毛细管 X 射线光学器件在安保费恐设备和医疗设备中的应用前景。

本书适合从事 X 射线光学器件设计、应用的研究人员阅读,也可供需要进行 X 射线实验分析的科研人员阅读。

图书在版编目(CIP)数据

毛细管 X 射线光学器件的性能及应用 / 孙天希, 刘志国,
丁训良著. —北京 :冶金工业出版社, 2009. 3

ISBN 978-7-5024-4823-3

I . 毛 … II . ①孙 … ②刘 … ③丁 … III . 毛细管
—X 射线管—光学元件 IV . TH74

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 016041 号

出 版 人 曹胜利

地 址 北京北河沿大街嵩祝院北巷 39 号, 邮编 100009

电 话 (010)64027926 电子信箱 postmaster@cnmip.com.cn

责任编辑 张熙莹 美术编辑 张媛媛 版式设计 葛新霞

责任校对 石 静 责任印制 牛晓波

ISBN 978-7-5024-4823-3

北京百善印刷厂印刷;冶金工业出版社发行;各地新华书店经销

2009 年 3 月第 1 版, 2009 年 3 月第 1 次印刷

850 mm × 1168 mm 1/32; 5.5 印张; 143 千字; 162 页; 1 - 1500 册

20.00 元

冶金工业出版社发行部 电话:(010)64044283 传真:(010)64027893

冶金书店 地址:北京东四西大街 46 号(100711) 电话:(010)65289081

(本书如有印装质量问题, 本社发行部负责退换)

前　　言

毛细管 X 射线光学器件在 X 射线分析领域有着广泛的应用,是 20 世纪 90 年代 X 射线光学的革命性突破,也是目前 X 射线分析技术领域的发展前沿。

为了广大使用者更好地了解毛细管 X 射线光学器件的性能和应用特性,我们在多年从事毛细管 X 射线光学器件的设计、性能及应用研究的基础上编写《毛细管 X 射线光学器件的性能及应用》一书,希望通过该书进一步促进毛细管 X 射线光学器件的研发及应用,从而进一步促进 X 射线分析技术的发展。

本书系统详细地介绍了毛细管 X 射线光学器件的性能表征及其在 X 射线荧光分析技术、X 射线衍射分析技术、X 射线吸收精细结构分析技术、X 射线成像技术和 X 射线共聚焦分析技术等方面的应用,展望了毛细管 X 射线光学器件在安保防恐设备和医疗设备中的应用前景。

感谢应用光学北京市重点实验室建设项目(JD100270543)、教育部科学技术研究重点项目(108125)、北京市自然科学基金(1092013)和高等学校博士学科点专项科研基金(200800271021)的资金支持。感谢李颖和杜晓光同学在书稿准备过程中给予的帮助。

书中不足之处敬请读者批评指正。

作　者
2008 年 8 月

目 录

1 X 射线光学器件	1
1.1 X 射线光学器件的发展概况	1
1.1.1 K-B 镜和沃特镜等 X 射线掠入射反射镜	1
1.1.2 X 射线布喇格反射镜	1
1.1.3 X 射线多层膜反射镜	2
1.1.4 X 射线波带片	2
1.1.5 X 射线多层膜光栅	3
1.1.6 X 射线折射透镜	3
1.2 毛细管 X 射线光学器件	4
1.2.1 单毛细管	4
1.2.2 毛细管 X 光透镜	5
1.3 毛细管 X 射线光学器件的基本理论	9
1.3.1 X 射线的全反射	10
1.3.2 X 射线在毛细光导管中的传输理论	12
1.3.3 多毛细管 X 光透镜理论	14
1.3.4 多毛细管 X 光透镜的描述	16
2 毛细管 X 射线光学器件性能表征	19
2.1 测量毛细管 X 射线光学器件的实验装置	19
2.1.1 毛细管 X 射线光学器件调试技巧	20
2.1.2 毛细管 X 射线光学器件测试系统的使用说明	21
2.2 利用轴向扫描法测量毛细管 X 射线光学器件的 性能	21
2.2.1 轴向扫描法	22

2.2.2 轴向扫描法的应用实例	27
2.2.3 轴向扫描法的误差分析	30
2.2.4 轴向扫描法的优点	31
2.3 利用高计数率探测器和低功率光源测量毛细管 X 射线光学器件的性能	32
2.3.1 实验仪器和实验方法介绍	32
2.3.2 实验结果及分析	34
2.4 利用背散射方法测量毛细管 X 射线光学器件的 性能	38
2.4.1 实验仪器及测量技术	39
2.4.2 测量结果和分析	42
2.5 利用衍射方法测量毛细管 X 射线光学器件的 性能	47
2.5.1 利用衍射方法测量毛细管 X 射线光学器件的 传输效率	47
2.5.2 利用衍射方法测量毛细管 X 射线光学器件的 角发散度	52
2.6 毛细管 X 射线光学器件性能的理论计算	54
3 毛细管 X 射线光学器件在 XAFS 分析技术中的应用	63
3.1 毛细管 X 射线光学器件在实验室 EXAFS 分析 技术中的应用	63
3.1.1 平行束 X 光透镜应用于实验室 EXAFS 分析 技术中的实验研究	63
3.1.2 毛细管 X 射线光学器件在实验室 EXAFS 分析 技术中应用的理论研究	67
3.2 毛细管 X 射线光学器件在实验室微区 EXAFS 分析 技术中的应用	73
3.2.1 基于毛细管会聚 X 光透镜和位置灵敏正比计数 探测器的实验室微区 EXAFS 谱仪	73

3.2.2	透镜自身性能对光谱的影响	77
3.2.3	利用胶片测量 EXAFS 谱的尝试	80
3.2.4	基于毛细管 X 射线光学器件的实验室微区 EXAFS 谱仪的特点	81
3.3	毛细管 X 射线光学器件在同步辐射微区 XAFS 分析技术中的应用	81
3.3.1	基于毛细管 X 光半会聚透镜和同步辐射 光源的微区 XAFS 设备的性能	82
3.3.2	微区 EXAFS 谱的解离	89
4	毛细管 X 射线光学器件在微区 X 射线衍射分析 技术中的应用	99
4.1	基于毛细管 X 射线光学器件的能量色散微区 X 射线衍射装置	99
4.1.1	引言	99
4.1.2	基于 MPFXRL 的微区 X 射线衍射谱仪	100
4.1.3	实验结果	101
4.1.4	结果讨论	102
4.2	基于毛细管 X 射线光学器件组合的能量色散微区 X 射线衍射装置	103
4.2.1	基于两个整体毛细管平行束 X 光透镜的能量 色散微区 X 射线衍射装置	103
4.2.2	基于整体毛细管 X 光微会聚透镜和平行束 透镜的能量色散微区 X 射线衍射装置	106
4.3	基于毛细管 X 射线光学器件的微区能量色散 X 射线衍射(EDXRD) 和微区 XAFS 组合系统	108
5	毛细管 X 射线光学器件在微区 X 射线荧光分析 技术中的应用	111
5.1	利用毛细管 X 射线光学器件对大气颗粒物单颗粒 进行 X 射线荧光分析	111

5.1.1	引言	111
5.1.2	实验	112
5.1.3	结论	116
5.2	利用毛细管 X 射线光学器件对样品表面进行 二维扫描 X 射线荧光分析	116
5.2.1	引言	116
5.2.2	实验	116
6	毛细管 X 射线光学器件在 X 射线成像技术中的 应用	123
6.1	基于毛细管 X 射线光学器件和实验室 X 射线 光源的成像设备	123
6.1.1	实验装置	123
6.1.2	实验结果	124
6.2	基于毛细管 X 射线光学器件和同步辐射 X 射线 光源的成像设备	126
6.2.1	实验设备和条件	126
6.2.2	实验结果及分析	127
6.2.3	数字减影技术在消除成像背景中的应用	129
7	利用毛细管 X 射线光学器件和超环面镜的组合 会聚同步辐射	136
7.1	整体毛细管 X 光半会聚透镜的非线性特性	136
7.2	利用毛细管 X 光半会聚透镜和超环面镜的组合 会聚同步辐射	139
8	毛细管 X 射线光学器件在共聚焦 X 射线分析 技术中的应用	145
8.1	基于毛细管 X 射线光学器件和实验室普通 X 射线 光源的共聚焦 X 射线光谱仪	146
8.1.1	毛细管 X 射线光学器件在共聚焦 X 射线分析	

技术中的特性	147
8.1.2 共聚焦 X 射线谱仪的空间分辨率	149
8.1.3 共聚焦 X 射线谱仪的衍射分辨率	150
8.1.4 共聚焦 X 射线谱仪的最小探测极限	150
8.1.5 共聚焦谱仪在三维无损 X 射线荧光 分析中的应用	150
8.1.6 利用共聚焦谱仪测量微小样品能量 色散衍射谱	151
8.2 基于毛细管 X 射线光学器件和基于同步辐射 X 射线光源的共聚焦 X 射线分析设备	152
9 毛细管 X 射线光学器件在安保费恐设备和医疗设备 中的应用展望	154
9.1 毛细管 X 射线光学器件在安保费恐设备中的 应用前景	154
9.1.1 Z^R 背散射技术	154
9.1.2 3D 成像技术	159
9.2 毛细管 X 射线光学器件在医疗设备的应用前景	162

1 X 射线光学器件

X 射线光学器件与普通光学元件的制作原理相同,都是利用波的折射、反射、衍射等性质来调控波的传播。但 X 射线和可见光相比,波长短,具有较强的穿透能力,这使得可见光波段的光学器件已无法使用,只能通过其他途径对其进行调控^[1]。

1.1 X 射线光学器件的发展概况

1.1.1 K-B 镜和沃特镜等 X 射线掠入射反射镜

K-B (Kirkpatrick-Baea) 镜和沃特 (Wolter) 镜是比较典型的 X 射线掠入射反射镜。X 射线在掠入射时存在“全反射”现象,X 射线掠入射反射镜就是根据此原理制作的。

K-B 镜是由前后排列的两个曲率半径相同的柱面镜或凹面镜组成,它们的旋转轴相互垂直,其空间分辨率限制在 $1 \mu\text{m}$ 左右,现在该系统还广泛地应用于激光等离子体诊断和 X 射线显微成像系统中。

沃特镜是利用两个共轴的镜面对 X 射线进行连续反射,组合成聚焦点像系统。目前,利用沃特镜进行的生物样品显微成像已达到亚微米的分辨水平。

X 射线掠入射反射镜系统的缺点是:反射面的加工精度要求十分苛刻,系统的体积庞大,聚焦调节困难,使用不便等。

1.1.2 X 射线布喇格反射镜

X 射线布喇格反射镜是利用晶体的布喇格衍射原理制成的。利用弯晶会聚 X 射线的高分辨率光谱学的技术研究始于 20 世纪 30 年代,伴随 20 世纪 70 ~ 80 年代晶体材料理论、精密加工技术的发展,晶体会聚 X 射线技术已应用在更广泛的领域。目前,常

用球形弯晶会聚 keV 范围的 X 射线, Missalla 等人从理论和实验上对此技术做了详细的讨论^[2]。布喇格反射镜能将激光等离子体软 X 射线准直为发散度小于 1 mrad 的光束, 同时并使其单色化: $10^{-4} < \Delta\lambda/\lambda < 10^{-2}$ 。

由布喇格衍射原理可知, 布喇格反射镜具有将 X 射线单色化的作用, 但 X 射线通量较低。

1.1.3 X 射线多层膜反射镜

X 射线多层膜反射镜是利用布喇格原理制成的, 又称为“层状合成微结构”反射镜, 是由 Spiller 于 1971 年首次研制成功的^[3]。从本质上讲, X 射线多层膜是一种具有立体结构的反射光栅, 由一系列厚度为 d_H 的高原子序数的重元素和厚度为 d_L 的低原子序数的轻元素交替排列形成的层状微结构。多层膜的特性: 与反射镜相比, 因为它不是利用“全反射”, 掠入射角可以比临界角大, 所以在使用上是较方便的; 与单晶体元件相比, 多层膜的特点是带宽大, 因而反射率高, 反射后的光通量比较大; 因为材料可以选择, d_H 和 d_L 可以为人为控制和调整, 故可以满足各种要求。目前, 在长波长软 X 射线区 ($\lambda > 10 \text{ nm}$), 正入射多层膜光学元件的制备工艺日臻成熟, 尤其是在波长为 13 nm 波段以上范围内, 多层膜反射镜已经完全可以使用。在短波长软 X 射线区 ($\lambda < 10 \text{ nm}$) 多层膜的制备方面, 由于受到制备技术和材料等方面的限制, 进展速度比较缓慢。

多层膜反射镜可以作为准直镜和聚焦镜使用。在高温衍射中, 温度大幅度变化会引起试样衍射图的变化, 为了解决此问题, Whitfield 采用两块抛物面准直镜来约束光束。1999 年, Gurker 等人采用可弯曲弹性圆柱形多层膜光学聚焦器件与普通 X 射线管配合, 研制了台式医用 X 射线 CT 机, 其空间分辨率不大于 100 μm , 已具有微区 CT 的能力。

1.1.4 X 射线波带片

波带片光学器件的思想最早是 1871 年被提出的, Saez 于

1961 年采用自支撑技术首先研制成功了第一个 X 射线菲涅耳波带片^[4]。在 X 射线波段, 波带片是唯一达到衍射极限的光学器件。波带片分为两种: 将入射光会聚为一点的圆形波带片和将入射光会聚为一条线的平行带形波带片。波带片的主要性能指标是焦斑尺寸、焦距和聚焦效率。焦斑尺寸大致与波带片最外圈的宽度 ΔR 相近; 入射波长越短, 则焦距越长; 入射波长越长, 聚焦效率越低。波带片和同步辐射 X 射线源等结合获得微焦斑 X 射线源进行成像实验, 可获得目前最好的 X 射线成像分辨率。目前最好的菲涅耳波带片其最外环线宽已经达到 19 nm。最近, J. Pollmann 等人利用金刚石布喇格衍射相位延迟器, 将同步辐射的线偏振 X 射线转变为圆偏振光, 然后利用菲涅耳波带片将其会聚为 $2 \mu\text{m} \times 4 \mu\text{m}$ 的微焦斑。在软 X 射线波段, 利用波带片技术可将光束会聚为 20 nm 的微焦斑。在硬 X 射线波段, 普通 X 射线波带片已不再起作用, 硬 X 射线波段的波带片技术, 需要采用相位波带片以及迅速发展的布喇格-菲涅耳波带片。1999 年, W. Yun 与 B. Lai 利用他们研制的相位波带片, 成功地将 8 keV 的硬 X 射线会聚为 150 nm 的微焦斑。

1.1.5 X 射线多层膜光栅

为了提高软 X 射线的衍射强度, 20 世纪 80 年代以来, 发明了 X 射线多层膜光栅光学器件^[5]。多层膜光栅实际上是一种具有特殊结构的光栅, 一方面具有普通光栅的周期结构, 另一方面, 在与上述光栅平面垂直的方向上, 又同时具有由不同材料交替形成的周期性多层膜结构。

由于光栅具有高分辨率, 而周期性多层膜具有高反射率, 所以多层膜光栅可使软 X 射线在大角度入射时, 得到高强度高单色性的衍射 X 射线。

1.1.6 X 射线折射透镜

X 射线复合折射透镜工作的基本原理是利用 X 射线在物质

中的折射效应。20世纪90年代中期,在毛细管X射线光学器件的基础上,Snigirev等人研制成功X射线复合折射透镜^[6],实现了对包括硬X射线波段在内的X射线进行一维或者二维聚焦。

Snigirev等人利用铍材料研制的X射线复合折射透镜,可将9.0 keV的X射线束会聚为2.5 μm的微焦斑;1998年,利用X射线复合折射透镜,将30.0 keV的X射线束会聚成半径为3.7 μm的点焦斑和8 μm×18 μm的线焦斑。目前,X射线复合折射透镜主要与准平行的同步辐射配合使用。

X射线复合折射透镜具有多方面的优越性,与弯曲球面镜相比,球面质量要求不高;X射线复合折射透镜比普通球面镜更小、更紧凑。

1.2 毛细管X射线光学器件

利用毛细管X射线光学器件进行聚焦或者准直时,可以通过单毛细管或多毛细管束(毛细管透镜)来实现。

1.2.1 单毛细管

早在1931年,就有人讨论利用X射线在毛细管内壁上的全反射来改变X射线传播方向,但因制造技术等方面的原因,直到20世纪80年代才有实用的报道。美国康奈尔大学做的一根长为1.6 m、粗端和细端直径分别为470 μm和110 μm的毛细管,此管对8 keV X射线的传输效率为49%。Heald等人系统地研究了毛细管的长度等参数与毛细管的传输效率等性能之间的关系^[7]。毛细管既可聚焦单色X射线,又可聚焦多色X射线,可聚焦的X射线范围为:0.2~80 keV。单毛细管可以将X射线聚焦为亚微米量级的微束。

1.2.1.1 单毛细管性能研究

单毛细管的性能研究有理论模拟和实验研究,至今已经比较成熟。在对它们性能进行理论模拟时,主要是依靠几何光学,利用光线追踪的方法,也有利用蒙特卡罗的方法进行模拟的,由于单管

的结构简单,所以这些模拟方法大都能得到较好的结果。在对它们性能进行实验研究时,由于经单毛细管约束的光束强度较低,所以,可以在大能量范围内同时测量单毛细管的传输特性与能量的关系。

1.2.1.2 单毛细管的应用

单毛细管的应用主要集中在微区 X 射线荧光分析上。因为单毛细管的功率密度增益较小,所以,利用单毛细管做微区 X 射线荧光分析时,往往需要和高功率的光源相结合,例如:美国 CHESS、日本 Spring-8、德国 DORIS、欧洲 ESRF 等同步辐射装置都有安装单毛细管 X 射线光学元件的光束线。单毛细管还可应用于衍射等其他 X 射线分析技术中。

1.2.2 毛细管 X 光透镜

毛细管 X 光透镜是由多束单毛细管组成的大功率宽波段 X 光聚束系统,这项技术的发明人是俄罗斯科学家 Kumakhov^[8]。20 世纪 90 年代以来,X 光透镜的研制和应用开发成了 X 光学的热点。俄罗斯莫斯科 X 光学系统研究所、美国纽约州立大学(Albany 分校)X 光学中心、德国的 IFG 研究所和我国的北京师范大学都在进行这一领域的研究。

1.2.2.1 毛细管 X 光透镜的种类

现在研制开发的毛细管 X 光透镜主要有两类:装配式 X 光透镜和整体 X 光透镜。

装配式 X 光透镜分为装配式会聚透镜和装配式平行束透镜。根据透镜的应用要求,首先设计尺寸合适的圆柱形单导管或六角形复合导管,再设计固定导管的定位板和透镜框架。穿插导管采用手工操作,对导管和透镜零部件的加工精度要求很高,以保证 X 射线的光路和预期目标一致。导管在定位板中的分布如果是均匀的,这可称之为第一代透镜。第二代透镜也是装配式,除了上述两种导管外,还采用了锥形管等异形管。为了改变照野的分布,可采用导管的非均匀分布,以克服照野中央部分 X 光强度高而边缘

X 光强度低的缺点。

整体 X 光透镜是第三代透镜,它是整体拉制一次成形的整体透镜。这种透镜有明显的优点,这种透镜的导管互相紧密黏结,使各导管中心的间距很小,从而大大提高透镜的占空比,以提高 X 光的强度。透镜可以做得很小,因此不但可以据此设计新仪器,而且有可能加到旧仪器上而提高旧仪器性能。整体 X 光透镜大体分为三种:会聚透镜、平行束透镜(半透镜)和微会聚透镜。会聚透镜可以将 X 光源发射的发散 X 光会聚形成微束斑;平行束透镜(半透镜)可以将发散的 X 光束转化为准平行光束,或者反过来,将平行光束或者准平行光束会聚为微束斑;微会聚透镜的性能介于会聚透镜和平行束透镜之间:和会聚透镜相比,微会聚透镜的焦斑直径较大;和平行束透镜相比,微会聚透镜的发散度较大。

单毛细管、装配式透镜和整体毛细管透镜各有千秋。单毛细管器件的优点是焦斑小,但它的功率放大倍数低。在制造装配式会聚透镜时,现有的机械加工工艺和手工穿制透镜技术很难保证会聚的 X 光束斑直径小到 $100 \mu\text{m}$ 以下,因为如果单导管的孔径做得很小时,导管的占空比太小,效率很低,而且薄壁单导管和细的复合管机械强度也不够,此外,从众多管子射出的 X 光束无法保证都严格地照射到同一个点上,然而装配式透镜仍有自己的应用领域,例如制造大面积的 X 光天文望远镜时,整体透镜不能满足要求,大面积的中子透镜也是装配式。整体会聚透镜能够给出 $\phi = 100 \mu\text{m}$ 以下的束斑。虽然整体会聚透镜会聚光束的束斑直径比单管会聚光束的束斑直径大,但前者会聚光束的总光强要强于后者。整体平行束透镜能给出较大面积的准平行光均匀照野,这是单管无法实现的。

1. 2. 2. 2 毛细管 X 光透镜的性能研究

毛细管 X 光透镜是由多根单管或者复合管构成的,它们的结构较复杂,所以对它们的性能研究一直是该领域的热点,因为只有很好地表征毛细管 X 光透镜的性能,才能进一步提高研制它们的技术和更好地利用它们。

有关毛细管 X 光透镜的性能研究,可以分为两类:理论模拟计算和实验研究。

国外对毛细管 X 光光学器件性能进行系统模拟计算的科研团体有:俄罗斯的 Kumakhov 团队、比利时的 Vincze 团队、美国的 C. A. MacDonald 团队和日本的 Furuta 团队。这些理论模拟研究,主要集中在单毛细管和装配式毛细管 X 光透镜上。在进行模拟计算过程中,主要是利用几何光学的性质,然后利用光线追踪的办法,进行模拟的;其次是利用蒙特卡罗的方法从统计的角度进行模拟;还有的也涉及了量子理论,但利用量子理论进行模拟的方法还不成熟。由于单毛细管和装配式毛细管 X 光透镜的形状可以准确知道,因此,对它们的模拟也是较成功的。而整体毛细管 X 光透镜是由 30 万根左右的单毛细管一次拉成的,它的几何结构和内部孔径的空间变化是很复杂的,很难准确判断和描述,这对拟合带来了致命的困难。

为了克服上述困难,本书在实验数据的基础上,通过建立有关透镜传输效率的数学模型,研究了透镜的传输性能。

对于装配式透镜,构成它的单毛细管或者复合管的空间结构较容易确定,这为理论模拟它的性质提供了一定的方便,但由于装配式平行束透镜具有大的束斑面积,在实验研究它的性能时,会受到探测器探测面积的限制,因此,实验测量装配式平行束透镜的总传输效率是很困难的。对于装配式会聚透镜,虽然一般的正比计数管、闪烁探测器和能量分辨探测器的探测面积能满足要求,但往往会被探测器探测死时间的限制,所以,在大能量范围内同时测量装配式会聚透镜的传输特性时,困难也是很大的。

对于整体 X 光透镜,由于经它会聚的 X 光束的强度高,因此要在大能量范围内同时测量它的传输特点是很困难的。为了解决上述测量难题,科研工作者前后设计了几种方法:次级靶法、小孔扫描法和弹性散射法来降低进入探测器的 X 射线强度,但次级靶法的测量结果准确度低;小孔扫描法由于受到小孔尺寸的影响,它只能在较小的能量范围内同时测量透镜在各能量点的性能;在利