

用于衍射的整体平行束 X 光透镜*

李玉德 赫业军 陈 俊 罗 萍 王大椿 颜一鸣

(北京师范大学低能核物理研究所, 北京, 100875)

摘 要.

X 光透镜是 90 年代国际上发展起来的新技术。整体平行束 X 光透镜能把点 X 光源发出的发散 X 光束聚焦后转变成准平行 X 光束。我们使用整体平行束 X 光透镜和准直管在 Si (111) 晶体上进行了 Cu-K α 辐射的衍射实验。实验结果表明: 在 X 光源同一功率条件下, 使用整体平行束 X 光透镜和准直管比单独使用准直管测量的衍射峰强度提高了近 3 倍, 显示了整体平行束 X 光透镜用于点光源 X 射线衍射的优越性。

* 北京市自然科学基金资助项目

Monolithic Capillary X-Ray Lens for X-Ray Diffraction*

(In Chinese)

LI Yude HE Yejun CHEN Jun LUO Ping WANG Dachun YAN Yiming

(Institute of Low Energy Nuclear Physics, Beijing Normal University, 100875)

ABSTRACT

X-ray lens as a new technique, were just developed in the early 1990's. Monolithic capillary X-ray lens can collect divergent white X-ray beam emitted from a point X-ray source into a quasi parallel beam. The Si(111) crystal diffraction for Cu-K α line using a collimator with or without the X-ray lens were investigated. The experiment result shows that in the same X-ray source power the diffracted intensity in the condition with X-ray lens was increased about 3 times than the one in the condition without X-ray lens. It has advantages when the monolithic capillary X-ray lens are used in X-ray diffraction for point X-ray source.

*The Subject Supported by Natural Science Foundation of Beijing

引言

X 射线衍射作为一种重要的分析测试方法,对物质结构的基础研究及其他学科的发展起着重要的作用。在 X 射线衍射中有使用点光源的衍射,比如高压 X 射线衍射^[1],生物大分子晶体衍射等^[2],这类衍射需要的准平行 X 光是靠在点光源后放置孔径很小的准直管(通常小于 1.0 mm),对 X 光发散部分限束而产生,X 光平行度通过改变准直管孔径尺寸和光源到准直管的距离来控制。90 年代后,导管 X 光学和以它为基础的 X 光聚束系统(X 光透镜)的研究成了 X 光学的新热点^[3]。通过使用 X 光透镜,人们能对 X 光传输进行有效的调控。北京师范大学低能核物理研究所 X 光学实验室在对导管内 X 光传输规律进行系统研究的基础上发展了整体平行束 X 光透镜技术^[4],并对其应用于 X 射线衍射进行了初步的研究。

1 整体平行束 X 光透镜的性能和特点

X 光以小于全反射临界角的掠射角射入内表面非常光滑的空心细管,经过多次反射高效率地从导管进口端传播到出口端。保持 X 光在导管内的全反射条件并弯曲 X 光导管,可以改变 X 光的传播方向。X 光经导管出射后,在距 X 光源较远的地方,它的功率密度大大高于没有导管时直接出射 X 光束在该处的功率密度,即导管的使用可以提高 X 光束功率密度。

在导管 X 光学的基础上,俄国科学家库马霍夫发明了 X 光聚束系统(X 光透镜)。最早的 X 光透镜由大量的单根 X 光导管通过手工装配而成。这种透镜体积大,实用性较差。从 1994 年开始,我们进行了整体平行束 X 光透镜的研制。整体透镜的导管互相紧密粘接、管壁很薄,大大增加了 X 光的传输效率并提高了出射 X 光的功率密度,而且它体积小,重量轻,机械性能好,便于安装到 X 光仪器设备上。图 1 表示整体平行束 X 光透镜的主体结构。

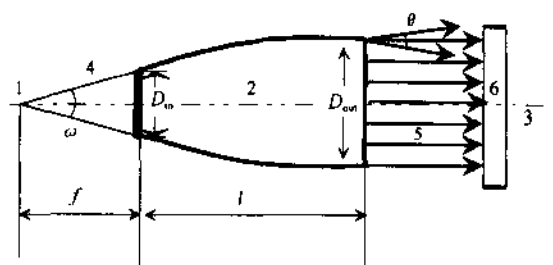


图 1 整体平行束 X 光透镜主体结构

- 1——X 光源; 2——透镜; 3——透镜光轴;
4——入射到透镜的 X 光; 5——自透镜出射的 X 光;
6——X 光传感器。

其中: f ——焦距;

l ——透镜长度;

ω ——X 光捕获角;

D_{in} 、 D_{out} ——透镜进口和出口尺寸;

θ ——透镜角散。

传输效率和角散是平行束 X 光透镜两个重要物理参量^[5]。

传输效率 $\eta(E)$

X 光子能量为 E (keV) 的透镜传输效率为

$$\eta(E) = \frac{I_2(E)}{I_1(E)}$$

其中 $I_1(E)$ 为由 X 光源出射能量为 E 的 X 光打到透镜上的总强度, $I_2(E)$ 为由 X 光透镜出射的能量为 E 的 X 光的总强度。透镜传输效率越高, 输出的 X 光强度越大。

在 X 射线衍射中, X 光强度的大小决定了衍射仪的灵敏度和该仪器的应用范围。所以人们努力提高 X 光源强度, 光源也由最初的固定靶到旋转阳极靶直至更高功率的同步辐射。

角散

角散是平行束 X 光透镜特有的参量。角散和不同通道入射的 X 光的掠射角及通道的曲率半径有关, 所以从透镜不同部位出射的 X 光束的角散是不同的。越靠近透镜光轴, 角散越小。一般我们给出透镜角散时, 都指明透镜出口光阑尺寸。

在 X 射线衍射中, 测量的分辨率取决于准平行光的发散度。

为了研制出高传输效率、低角散的透镜, 我们在以下三方面作了努力。

(1) 通过改进导管材料的物理性能, 增大 X 光在导管壁上的全反射角和反射系数, 达到提高传输效率的目的;

(2) 建立计算机控制模型, 优化透镜的理论设计;

(3) 反复实验, 提高透镜制作工艺水平。

2 衍射实验

我们在日本理学 SG-9DR 测角仪上对使用准直管和使用整体平行束 X 光透镜两种产生平行光方式作了衍射对比实验。X 光机为俄罗斯 REIS-I 点束斑 ($\phi 100 \mu\text{m}$) X 光机, 最大输出功率 5 W。试样为 Si (111) 单晶。探测器为 NaI (TI) 晶体。实验用 Cu 靶的 $K\alpha$ 辐射。光源到试样 320 mm, 试样至探测器 200 mm。实验采用手动调节, 取样间隔 $\Delta\theta = 0.025^\circ$, 探测器记录时间为 10 s。X 光机放在长春光机所生产的精度为 $2 \mu\text{m}$ 的三维平动光具座上, 准直管和透镜放在能平动和转动的四维光具座上, 平动精度为 $2 \mu\text{m}$, 转动精度为 0.005° 。在起准直作用的氦氖激光器配合下, 调 X 光机位置使 X 光源焦斑在测角

仪的零线上。

2.1 使用准直管的衍射实验

我们在 X 光机和试样之间放准直管。准直管放在四维光具座上, 仔细反复调节光具座, 使经准直管出射的 X 光强度最大。插入 Si (111) 单晶, 进行 Cu-K α 辐射的衍射实验, 管电压/管电流=30 kV/6 μ A。当准直管直径 0.62 mm, X 光源焦斑距准直管后部 210 mm 时, 衍射测量结果如图 2: 衍射峰 FWHM = 0.148°, 峰值为 8206 (10 s)。在管电压/管电流=30 kV/6 μ A 同样条件下, 准直管直径 1.0 mm, X 光源焦斑距准直管后部 210 mm 时, 衍射测量结果如图 3: 衍射峰 FWHM = 0.165°, 峰值为 12410 (10 s)。

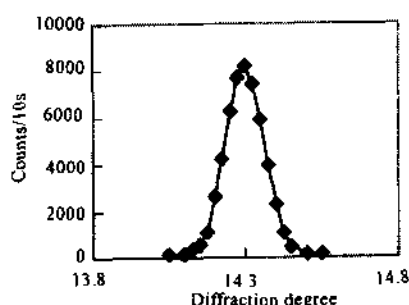


图 2 衍射实验曲线

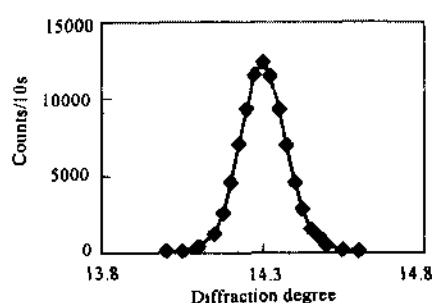


图 3 衍射实验曲线

从以上实验可以看出: 衍射峰 FWHM 反映了准平行 X 光束的发散度。

2.2 使用整体平行束 X 光透镜和准直管的衍射实验

在准直管和 X 光源之间放上整体平行束 X 光透镜。透镜参数为: 焦距 $f=72$ mm, 长度 $l=47$ mm, 入口直径 $D_{in}=4.6$ mm, 出口直径 $D_{out}=6.2$ mm。调整 X 光透镜, 使经准直管出射的 X 光强度最大。管电压/管电流=30 kV/6 μ A, 准直管直径 1.0 mm 时, 衍射测量结果如图 4: 衍射峰 FWHM = 0.154°, 峰值为 58119 (10 s)。在管电压/管电流=30 kV/5 μ A 同样条件下, 准直管直径 0.62 mm 时, 衍射测量结果如图 5: 衍射峰 FWHM = 0.142°, 峰值为 30985 (10 s)。

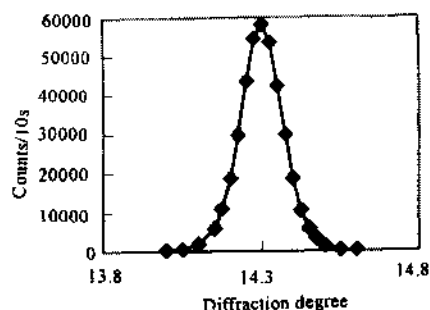


图 4 衍射实验曲线

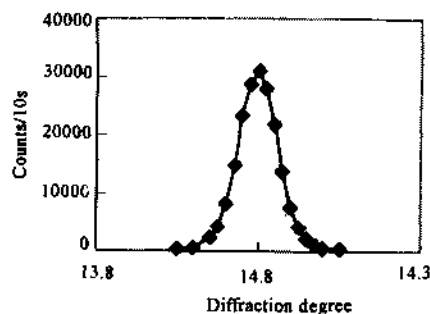


图 5 衍射实验曲线

上述衍射测量结果列表如下:

准平行 X 光 产生方式	管电压/管电流 kV/ μ A	准直管直径 mm	衍射峰值 10s	衍射峰 FWHM
准直管	30/6	1.0	12410	0.165°
准直管	30/6	0.62	8206	0.148°
X 光透镜	30/6	1.0	58119	0.154°
X 光透镜	30/6	0.62	30985	0.142°

可以看出: 相同的管电压、管电流条件, 使用 X 光透镜和准直管与单独使用准直管相比, 产生的准平行 X 光束的发散度略有改善, 同时 X 光强度有明显提高。当准直管直径为 1.0 mm 时, 测量的衍射峰强度提高了近 4 倍, 即产生的准平行 X 光强度提高了近 4 倍。当准直管直径为 0.62 mm 时, 准平行 X 光强度提高了近 3 倍。对生物大分子晶体衍射, X 光强度的提高, 可缩短衍射测试时间, 对晶体老化和稳定的要求可适当放宽; 可分析原来不能分析的小晶体和生长不完整的晶体, 有利于随时修正晶体生长工艺; 原来收集一套数据要用几个晶体样品, 使用 X 光透镜后有可能用一个样品就可以完成。

使用整体平行束 X 光透镜和准直管比单独使用准直管有下列两方面的优点: 首先, 由于整体平行束 X 光透镜对发散光的聚焦作用, 在相同 X 光源功率条件下, 经透镜和准直管出射的 X 光强度比经单独准直管出射的要强。其次, 我们在透镜后面加准直管, 相当于对准平行 X 光限束, 经透镜和准直管的双重作用出射的 X 光发散度在一定范围内要小于单独使用准直管。

3 结 论

整体平行束 X 光透镜突破了传统的光阑限束产生平行 X 光的模式。它可以在大角度范围内收集 X 光, 聚焦后输出很强的平行 X 光束。我们可以用它改造旧有的 X 光仪器设备, 以增强和扩大旧仪器设备的功能, 争取使用固定靶就能达到旋转阳极靶的衍射效果。在使用点光源的 X 射线衍射领域, 平行束 X 光透镜将会有极好的应用前景。

参 考 文 献

- 1 车荣钏, 唐汝明 杠杆式金刚石对顶砧高压装置的压力校正. 物理, 1984, 13, 559~561
- 2 Li Pingwei, Bi Ruchang. Applications of polycapillary X-ray optics in protein crystallography. J. Appl. Cryst. 1998, 31, 806~811
- 3 Kumakhov K M, Komarov F F. Multiple reflection from surface x-ray optics. Phys. Rep. 1991, 191(5): 289~350
- 4 颜 鸣, 刘安东. 导管 X 光学和 X 光聚束系统. 北京师范大学学报(自然科学版), 1995, 31 (增刊): 1~14
- 5 Yiming Yan The monolithic capillary X-Ray lens and its basic physical characteristics and applications. Invited paper on 45th Annual Denver X-ray Conf., Denver, Colorado, USA, Aug. 3~8, 1996