

CNIC-01419
LENP-0008

中国核科技报告

CHINA NUCLEAR SCIENCE AND TECHNOLOGY REPORT

整体 X 光透镜在 X 射线衍射应用中的新进展

NEW PROGRESS ON MONOLITHIC X-RAY LENS IN
DIFFRACTION APPLICATION

(In Chinese)



中国核情报中心
原子能出版社

China Nuclear Information Centre
Atomic Energy Press



李玉德：北京师范大学低能核物理研究所工程师。毕业于吉林大学半导体物理与器件专业，分别于 1988 年和 1991 年获得该专业学士和硕士学位。

LI Yude: Engineer of Beijing Normal University, Institute of Low Energy Nuclear Physics. Graduated from Jilin University, majoring in Semiconductor Physics and Devices, received Bachelor Degree in 1988 and Master Degree in 1991.

CNIC-01419
LENP-0008

整体 X 光透镜在 X 射线衍射 应用中的新进展*

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, 北京辐射中心, 100875)

摘 要

介绍了整体 X 光透镜的物理性能。使用 X 光透镜进行了生物大分子晶体衍射实验, 结果表明: 在相同 X 光源功率条件下, 衍射强度提高了近 7 倍, 大大缩短了测试时间, 分辨能力改善 $0.2 \times 10^{-10} \sim 0.6 \times 10^{-10}$ m, 信噪比也有改善。在粉末衍射仪上, 进行了 Si(100) 衬底上金薄膜的衍射实验, 结果表明: 在相同 X 光源功率条件下, 使用 X 光透镜后的衍射强度提高了近 2 倍, 同时改善了衍射仪的角分辨率。

*北京市自然科学基金资助项目

New Progress on Monolithic X-ray Lens in Diffraction Application

(In Chinese)

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

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

Beijing Radiation Center, 100875)

ABSTRACT

The basic physical properties for monolithic X-ray lens are introduced. The X-ray diffraction for macromolecular crystallography using monolithic X-ray lens were investigated. The experimental results show that in the same X-ray source power the diffracted intensity in the condition with X-ray lens was increased about 7 times, and the resolution was improved by $0.2 \times 10^{-10} \sim 0.6 \times 10^{-10}$ m. The signal to noise ratio was also improved, and the time of measurement was reduced. The X-ray diffraction of Au thin films on the Si (100) single crystal substrates were investigated in a X-ray powder diffractometer. The experimental results show that in the same X-ray source power the diffracted intensity in the condition with X-ray lens was increased about 2 times, and the angular resolution of the diffractometer was enhanced.

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。X 射线衍射中的准平行 X 光是靠在光源后放置光阑系统，对 X 光发散部分限制而产生，入射和衍射 X 光强度都受到很大的损失，特别是对 X 光平行度要求较高的 X 射线衍射。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）的研究得到了迅速的发展^[1, 2]。X 光透镜的出现，使人们对 X 光传输能进行了有效的调控。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 X 光透镜技术^[3]，并对其应用于 X 射线衍射领域进行了研究。

1 整体 X 光透镜

X 光透镜是由大量 X 光导管组合而成的大功率宽波段 X 光聚束系统。X 光在组成透镜的每一根 X 光导管中进行传播，只要保持所有入射 X 光的掠射角小于全反射临界角的条件，就可获得高的 X 光传输效率。X 光透镜主要有 3 种类型：会聚 X 光透镜，平行束 X 光透镜和微会聚准平行束 X 光透镜。会聚 X 光透镜可以将发散的 X 光会聚成很小的束斑，这样可以大大提高 X 光束的功率密度。平行束 X 光透镜可以将发散的 X 光聚集起来并转化为平行光束，或者反过来，将平行光束会聚成很小的束斑。微会聚准平行束 X 光透镜兼有会聚和平行束 X 光透镜的特点。

整体 X 光透镜的控制方法是先将多根单 X 光导管组合拉制成复合管，再由复合管进行组合并在拉丝机上一次或多次拉制成所需的 X 光透镜。整体 X 光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 是整体 X 光透镜的照片。

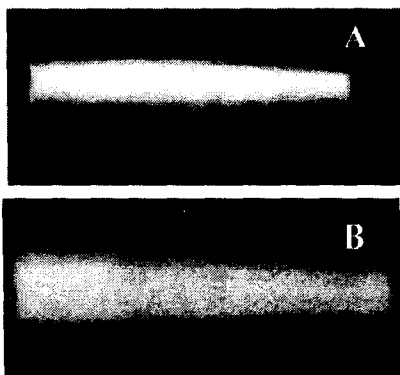


图 1 整体 X 光透镜

(A) 微会聚准平行束 X 光透镜；(B) 平行束 X 光透镜。

传输效率和角散是平行束 X 光透镜和微会聚准平行束 X 光透镜的两个重要物理参量。

X 光子能量为 E 的透镜传输效率 $\eta(E)$ 为

$$\eta(E) = I_2(E) / I_1(E)$$

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。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。所以人们在努力提高 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。

角散是经透镜出射的 X 光束的发散度, 它和入射 X 光的能量有关。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, 提高透镜控制工艺水平。

2 微会聚准平行束 X 光透镜在生物大分子晶体衍射上的应用

我们在中国科学院生物物理所将整体 X 光透镜应用于生物大分子晶体衍射, 取得了比较好的结果。中科院生物物理所的生物大分子衍射装置包含三部分: X 光源、双聚焦镜和 IP 表面。

探测系统。X 光源为直径 0.3 mm 的 Rigaku RU200 旋转阳极 Cu 靶, 出射角为 7° 。X 光源至样品的距离为 550 mm。衍射需要的平行 X 光是通过在样品前放置一个直径 0.2 mm 的准直孔来获得。仅简单地用 X 光透镜换下双聚焦镜, X 光透镜用于生物大分子的衍射实验装置得以建立。图 2 为其示意图。

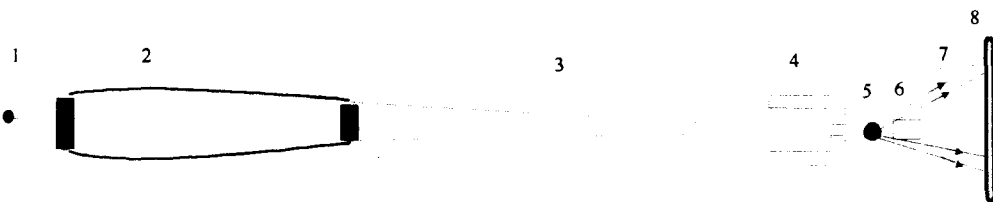


图 2 采用透镜的生物大分子的 X 光衍射装置示意图

- 1——X 光源; 2——透镜; 3——X 光线; 4——准直孔; 5——晶体样品;
6——透射光吸收体; 7——衍射光; 8——平面探测器。

根据此衍射装置光源至样品的距离长, 准直孔直径小的特点, 我们设计了使用长焦距的微会聚准平行束 X 光透镜方案。为了提高 X 光在导管中的传输效率和经会聚后还能保持较高的平行度, 透镜的长度做得较长。经过多次实验, 最终的透镜参数见表 1。

表 1 用于生物大分子衍射的透镜参数

入口直径 / mm	出口直径 / mm	入端焦距 / mm	出口焦距 / mm	透镜长度 / mm
4.7	3.2	140	227	183

我们使用微会聚准平行束 X 光透镜对几种不同大分子晶体进行了衍射对比实验，结果表明：使用透镜后衍射分辨率有不同程度的改善。实验结果见表2。

表2 使用透镜前后分辨率的比较

样 品	使用透镜所得分辨率 10^{-10} m	未用透镜所得分辨率 10^{-10} m	分辨率的变化值 10^{-10} m
蝎 毒	1.60	1.80	0.20
大花粉蛋白	1.95	2.15	0.20
大花粉蛋白突变体	2.00	2.60	0.60
蛇毒PLA ₂	2.20	2.70	0.50

我们还对蛇毒PLA₂进行了使用透镜前后的衍射强度对比实验。使用透镜时的实验条件是：X光源的电压、电流分别为50 kV，60 mA，收集一幅数据时间为8 min；未使用透镜的X光源的电压、电流分别为50 kV，70 mA，收集一幅数据时间为15 min。实验结果见表3。

表3 使用透镜前后分析蛇毒PLA₂结果

项 目	使用透镜 (3.0 kW, 8 min)	未使用透镜 (3.5 kW, 15 min)
平均衍射强度（灰度值）	2036	573
平均背底（灰度值）	147.1	43.0
信噪比	13.84	13.32

可以看出：在 X 光源功率低，衍射时间短的条件下，扣除背底，使用透镜后的平均衍射强度是原来的 3.5 倍。如果在相同 X 光源功率和衍射时间的条件下，使用透镜后的平均衍射强度应是原来的近 8 倍。即：透镜的使用，不仅提高了生物大分子衍射的分辨率和信噪比，而且明显地提高了衍射强度。这对生物大分子晶体衍射有着特殊的意义：可分析原先不能分析的生长不好、不完整的晶体；对晶体的老化和稳定的要求可适当放宽；原先收集一套数据要用几个样品才能完成的实验现在有可能用一个样品就可以完成。

3 平行束 X 光透镜在多晶薄膜衍射上的应用

在 X 射线衍射中，粉末衍射仪是应用范围最广、数量最多的衍射仪，它由 X 光管、测角仪和探测系统三部分组成，衍射需要的平行 X 光是靠两组水平排列的索拉狭缝、发散狭缝、防散射狭缝、接收狭缝等光阑系统对 X 光在水平、垂直方向进行限制而获得。粉末衍射仪对一般多晶样品的衍射测量采用样品和探测器联动方式，由于聚焦圆的存在，即使发散狭缝开得较大，也能保持很高的分辨率。这种联动方式，使粉末衍射仪有着高灵敏度和高分辨率的特点。对于薄膜样品（ $10^{-9} \sim 10^{-6}$ m），由于衍射信号较弱，就不能采取联动方式，而是采用固定样品，让 X 光以小的掠入射角照射，以增加样品的有效厚度，同时去掉样品和探测器之间的水平索拉狭缝、防散射狭缝、接收狭缝而代之以垂直索拉狭缝^[4]，来限制水平方向的衍射 X 光。这种方法在薄膜衍射中，被称为平行光束

法。这样聚焦圆就不存在了，测量分辨率随之变差，而且发散狭缝也不能开得太大，入射 X 光强度随之降低。

我们用整体平行束 X 光透镜代替粉末衍射仪的所有光阑系统，如图 3 所示，在丹东射线仪器厂生产的粉末衍射仪上对 Si (100) 衬底上的多晶金膜进行了衍射对比实验。

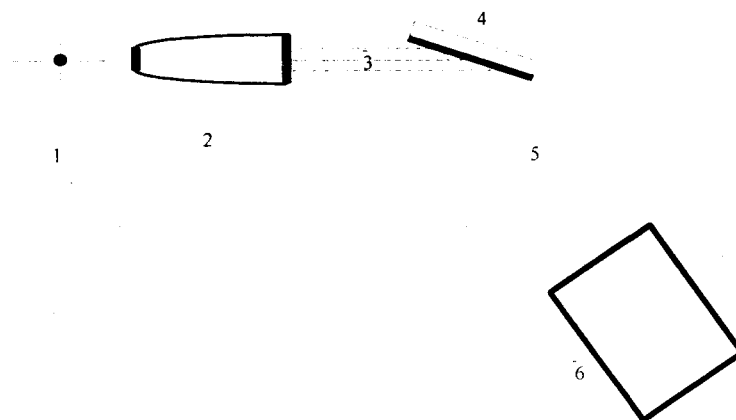


图 3 使用整体平行束 X 光透镜的粉末衍射仪原理图

- 1——X 光源；2——整体平行束 X 光透镜；3——自透镜出射的 X 光；
4——样品；5——衍射 X 光；6——X 光探测器。

图 4 中 1 是使用光阑系统的衍射曲线。实验中发散狭缝为 0.5° （水平方向宽 1 mm，垂直方向宽 10 mm）。垂直索拉狭缝相邻金属薄片距离为 0.8 mm。金薄膜样品是在北京师范大学低能核物理研究所离子束实验室超高真空镀膜机中生长，厚度为 300×10^{-10} m 样品切成长为 15 mm 的正方形。光源至样品，样品至探测器的距离都为 210 mm。探测器前放置厚度为 $12.46 \mu\text{m}$ 的 Ni 片以吸收 $\text{Cu } k_\beta$ 线。X 光源的电压、电流分别为 40 kV，40 mA。入射 X 光和样品之间的掠入射角固定为 6° ，扫描范围： $35^\circ \sim 85^\circ$ 。

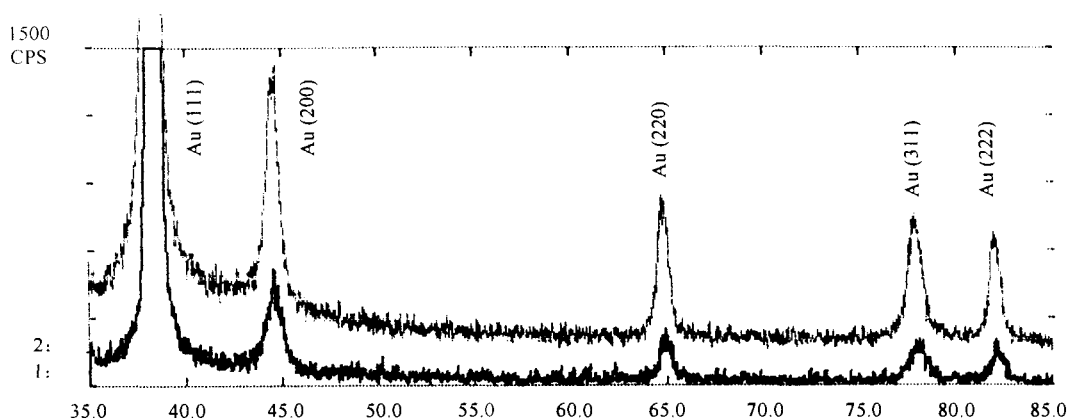


图 4 使用透镜前后的金薄膜衍射曲线

为了和使用光阑系统进行比较,透镜出口加水平方向宽 1 mm,垂直方向宽 7 mm 的光阑。入射 X 光和样品之间的掠入射角也为 6°。X 光源的电压、电流也为 40 kV, 40 mA。图 4 中 2 是使用整体平行束 X 光透镜的衍射曲线。透镜参数见表 4。

表 4 用于薄膜衍射的透镜参数

入口直径 / mm	出口直径 / mm	入端焦距 / mm	透镜长度 / mm	透镜角散 / Cu k_{α}
5.1	7.3	70	44	0.20°

可以看出:在相同 X 光源功率,照射到样品上的 X 光面积略小的条件下,使用透镜后的金薄膜衍射峰值强度是使用光阑系统的近 3 倍,而且使用透镜后的衍射仪分辨率也有提高。

4 结论

整体 X 光透镜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。在 X 射线衍射领域将会有极好的应用前景。

感谢中科院生物物理所毕汝昌研究员,胡羽刚高工和李平卫博士为我们做了生物大分子的 X 射线衍射对比试验;感谢北京师范大学低能核物理研究所离子束实验室阎凤章老师为我们蒸镀了金薄膜样品。

参 考 文 献

- 1 Kumakhov K M, Komarov F F. Multiple reflection from surface x-ray optics. Phys. Rep., 1991, 191(5): 289
- 2 YAN Yiming, DING Xunliang, WANG Dachun. A new X-ray lens and its applications. Advance in X-ray Analysis, 1994, 37: 507
- 3 颜一鸣,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
- 4 Nakayama M. Measurement of thin films on single crystal substrates by the $2\theta/\alpha$ scanning methods. Analysis, 1995, 23: 285

图书在版编目 (CIP) 数据

中国核科技报告. CNIC-01419. LENC-0008, 整体 X 光透镜
在 X 射线衍射应用中的新进展 / 李玉德等著. —北京: 原子
能出版社, 1999. 12

ISBN 7-5022-2110-7

I. 中… II. 李… III. 核技术-中国-研究报告 IV. TL-2

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (1999) 第 54006 号

原子能出版社出版发行

责任编辑: 李曼莉

社址: 北京市海淀区阜成路 43 号 邮政编码: 100037

中国核科技报告编辑部排版

核科学技术情报研究所印刷

开本 787×1092 1/16 · 印张 1/2 · 字数 8.5 千字

1999 年 12 月北京第一版 · 1999 年 12 月北京第一次印刷

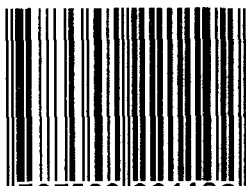
印数: 1—200

定价: 5.00 元

CHINA NUCLEAR SCIENCE & TECHNOLOGY REPORT

This report is subject to copyright. All rights are reserved. Submission of a report for publication implies the transfer of the exclusive publication right from the author(s) to the publisher. No part of this publication, except abstract, may be reproduced, stored in data banks or transmitted in any form or by any means, electronic, mechanical, photocopying, recording or otherwise, without the prior written permission of the publisher, China Nuclear Information Centre, and/or Atomic Energy Press. Violations fall under the prosecution act of the Copyright Law of China. The China Nuclear Information Centre and Atomic Energy Press do not accept any responsibility for loss or damage arising from the use of information contained in any of its reports or in any communication about its test or investigations.

ISBN 7-5022-2110-7



9 787502 221102 >