

⑦ 154-157, 176

X 光透镜在 μ -XRF 分析中的应用*

丁训良 赫业军[√] 颜一鸣

(北京师范大学低能核物理所, 北京市辐射中心 北京 100875)

0534.19
0657.34

摘 要 介绍了使用 X 光透镜得到的 X 光微束的基本特性及其在微束 X 荧光分析中的应用。
关键词 X 射线 微束 X 射线荧光分析 X 光透镜 整体 X 光透镜
分类号 O534.19

1 引 言

微束 X 射线荧光分析(μ -XRF)是一种无损的微分析技术,随着科学技术的高速发展已日益显示出它的重要价值。 μ -XRF 技术的关键之一是建立强的微束 X 光源。低能所 X 光学室自 1990 年开始研制 X 光透镜,并着重开展了 X 光透镜在 X 射线荧光分析领域的应用开发研究,取得了这一技术的重大突破。最近研制的整体 X 光透镜最小束径已达 50 μm ,透镜与光阑组合系统已被用来建立更小束径的微束 X 光源,对 Mn 元素的探测极限已达 $1.89 \times 10^{-13}\text{g}$ 。

2 会聚束 X 光透镜及微束 X 光源特性

2.1 聚束特性

会聚 X 光透镜的一个显著特性是它有入口焦距和出口焦距。出入口焦距通常大于 10 mm。根据具体实验装置安排及需要,可以设计和制作具有不同焦距的 X 光透镜。这个特性使得它可以与不同类型的 X 光源配合使用,同时为样品及探测系统的安放提供了空间。当 X 光源位于透镜入口焦点(左焦点)位置时,被透镜收集的 X 光经导管内壁全反射以相当高的传输效率通过透镜。由于导管的导向作用,收集的 X 光改变了方向,自透镜出射的 X 光在透镜出口焦点(右焦点)处汇聚。于是在透镜出口焦点处可获得功率密度最高、束径最小的微束 X 光。实验上可以精确地

确定样品位置,以便得到最小的探测极限及最好的空间分辨^[1~3]。

2.2 能谱特性

对于任一透镜都有一定的传输效率能量带宽。带宽的下限由导管对 X 光的吸收决定,上限则取决于 X 光的全反射临界角。X 光全反射临界角与 X 光能量成反比。使用 X 光透镜获得的微束 X 光的这一特性大大降低了高能 X 光引起的本底,从而提高了信号本底比,降低了最小可探测极限。可以选择有不同能量带宽特性的 X 光透镜来提高 μ -XRF 分析系统对某些元素的分析灵敏度^[4]。

2.3 强度分布

实验测量了经 X 光透镜得到的聚束 X 光束的强度分布。发现在垂直 X 光光轴平面上, X 光强度沿径向呈高斯分布。对自透镜不同部分出射的 X 光及焦平面上不同位置 X 光的能谱分析表明,聚焦束的中心部分比其边缘部分有较硬的 X 光能谱。根据聚束 X 光束的这一特性,使用 X 光透镜和光阑组合系统来提取聚束 X 光束中最强的部分,不仅可以获得更小束径的 X 光,同时进一步提高了微束的 X 光功率密度^[6]。

2.4 等效距离

如果无透镜时离 X 光源较近的某一点处 X 光功率密度等于在透镜右焦点处获得的 X 光微束的 X 光功率密度,则把该点到 X 光源的距离定义为等效距离^[3],它与透镜两焦点间的距离和透镜的放大倍数有关^[5]。整体 X

* 国家自然科学基金和北京市自然科学基金资助课题,课题编号 69138010 和 19010010。

光透镜的等效距离一般在几个 mm 量级,而最小等效距离可小到 2~3 mm. 在通常情况下,要将光阑、同时又将样品放得如此靠近 X 光管是不可能的. 因此使用透镜收集 X 光源在较大立体角内的 X 光, 依此获得了较大的工作距离(离 X 光源), 而又避免了在使用光阑限束时强度随距离平方反比的减小.

表 1 给出了使用几个整体 X 光透镜得到的 X 光微束的主要参数, 最后一列给出的是采用透镜与光阑组合系统获得 50 μm 微束相应的等效距离.

表 1 使用 X 光透镜得到的 X 光微束主要参数

透镜	束斑大小 μm	放大倍数 k	全束斑的 等效距离 L _{eq} /mm	50 μm 束斑 的等效距离 L _{eq} /mm
F9	157	780	4.5	2.5
F13	204	650	6.7	3.3
F15	110	1 200	6.0	3.9
FA10	80	2 150	5.2	

3 μ-XRF 分析结果

1994 年前使用外径为 400 μm 和 200 μm 的复合管组装的 X 光聚束透镜分别获得了 500 μm 和 250 μm 束径的 X 光束. 与 1.5 W 功率的细聚焦 X 光机配合使用, 对过渡元素的探测极限达 10⁻⁹~10⁻¹⁰g. 与采用光源-样品-探测器紧密耦合几何条件和不带 X 光透镜的美国产 Omicron 微束荧光分析谱仪比

较表明, 其对过渡元素的探测灵敏度提高了近 10 倍^[4].

1995 年, 低能所 X 光学室率先推出了最小束径达 50 μm 的整体 X 光透镜. 整体 X 光透镜用于 μ-XRF 分析系统立即显示了其小巧、坚实、便于安装的特点, 同时取得了惊人的结果. 已对几种微束 X 光源的产额(Counts · s⁻¹ · μg⁻¹ · cm⁻²)进行了比较. 所用的微束 X 光源是: 单孔直管与同步辐射源(SRXRF, Grenoble 和 France), 单孔直管与旋转阳极 X 光管(S15, Siemens M18XHF, 45 kV, 400 mA) 以及本室研制的三个整体 X 光透镜(F18, P21 和 HB01)与旋转阳极 X 光管(Siemans M18XHF, 45 kV, 20 mA). 结果表明在相同管压(45 kV)而管流低 20 倍的情况下, 使用整体 X 光透镜获得的产额要比使用单导管的高一个量级. 如果使用整体 X 光透镜时的 X 光管管流也是 400 mA, 那么这样获得的微束 X 光源的产额甚至比同步辐射时还要高.

表 2 给出了最近研制的整体 X 光透镜 96FA-3, 二焦距分别为 41 mm 和 26 mm, 透镜长 41 mm, 聚焦束束斑为 50 μm, 用于 μ-XRF 分析时得到的元素的最小探测极限. 表中 1[#] 样品是低能所 X 光学室用单元素标准溶液配制的混合溶液滴在 Mylar 膜上制得的标准薄样品, 2[#] 样品是国家同步辐射实验室用酸溶的不锈钢溶质滴在 Mylar 膜上制得的标准薄样品. 从表中可见, 对 Mn 元素的最小探测极限为 1.89 × 10⁻¹³g.

表 3 列出了几年来使用各种聚束 X 光透

表 2 使用整体聚焦 X 光透镜的 μ-XRF 系统测得的最小探测极限(MDL)

样品	元素	含量 C _i /ng	峰面积 N _A /计数	本底面积 B _A /计数	MDL [*] /pg
1 [#]	Cr	0.471	62 317	6 876	2.062
	Fe	0.547	105 171	5 764	1.299
	Mn	0.258	359 084	6 387	0.189
2 [#]	Cr	0.0422	8 682	2 923	0.865
	Fe	0.145	34 198	2 677	0.772

* MDL = 3.2C_i√B_A/N_A Cu 阳极靶 40 kV 40 μA 1 000 s.

镜的 μ -XRF分析系统得到的元素的最小探测极限,它清楚地显示了随着X光透镜性能的提高,最小探测极限的改善。

表3 使用各种聚束X光透镜得到的元素最小探测极限

Cr	Mn	Fe	透镜型号	文献
1.33×10^{-9}	7.71×10^{-11}	2.98×10^{-10}	T3-1b1 组装透镜	[1]
2.86×10^{-10}	1.97×10^{-11}	1.27×10^{-10}	T5-1b1 组装透镜	[4]
4.30×10^{-10}	3.10×10^{-11}	2.01×10^{-10}	T5-1b2 组装透镜	[4]
8.42×10^{-11}	9.90×10^{-12}	5.66×10^{-11}	F8 整体透镜	[3]
1.52×10^{-11}	1.31×10^{-12}	7.72×10^{-12}	F15 整体透镜与 $\phi 50 \mu$ 光阑组合系统	[5]
2.06×10^{-12}	1.89×10^{-13}	1.30×10^{-12}	96FA-3 整体透镜	本文

4 结 论

使用X光透镜可以获得足够强度的X光微束,使得一般实验室用小功率常规X光管就可实现 μ -XRF的分析.与目前一般实验室采用的光阑限束及近几年一些实验室正在采用的单导管或复合导管(直管或锥管)相比可获得更高的强度,并且为样品和探测器的放置提供了可观的工作距离(样品-X光源).目前低能所X光学室研制的整体X光透镜最小束斑已达 $50 \mu\text{m}$,用于样品中元素的微区分布分析,在许多场合已有实际应用价值.采用X光透镜与光阑组合系统不难建立束径小于 $50 \mu\text{m}$ 的微束荧光分析系统.整体X光透镜体积小、结构紧凑、坚固实用、可以方便地安装在新的及老的X光谱仪中,与大功率的聚焦X光管配合使用甚至可以获得可与同步辐射相比的高强度微束.可以预言,这种使用X光透镜的微束X荧光分析系统,在本世纪末或下世纪初将在微束分析领域发挥重大的作用.

作者感谢地矿院岩矿测试所安庆骧、国

家同步辐射实验室姜晓明、吴应荣最近一起合作测试了可聚束得到 $50 \mu\text{m}$ 微束的整体X光透镜,这一透镜可用于 μ -XRF分析的最小可探测极限,并提供了样品.

参 考 文 献

- 1 Yan Yimin, Ding Xunliang. An Investigation of X-ray Fluorescence Analysis with an X-ray Focusing System (X-ray lens). Nucl Instr & Meth, 1993, B82: 121~124
- 2 Ding Xunliang, Liang Wei, Yan Yiming. The Polycapillary X-ray Lens and Its Application to XRF Analysis. Jour of BNU (Natural Science), 1995, 31: 40~50
- 3 Ding Xunliang, He Yejun, Yan Yiming. Monolithic X-ray Focusing Lens for XRF Analysis. Jour of BNU (Natural Science), 1995, 31: 75~79
- 4 丁训良, 梁 炜, 颜一鸣. 使用X光透镜的XRF谱仪的研究进展. 核技术, 1996, 19(3): 164~169
- 5 Ding Xunliang, He Yejun, Yan Yiming. X-Ray Source for X-ray Microfluorescence Using a Monolithic X-ray Focusing Lens Combined with Aperture Optics. X-Ray Spectrometry, 1997, 126: (in printing)

Application of X-ray Lens in μ -XRF Analysis

DING Xunling HE Yejun YAN Yiming

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

Abstract The brief review for the characteristics of X-ray

(下转第176页)

Applications of Multicomponent Ion Beam Enhanced Deposition in New Film Material

ZHANG Tao ZHANG Tonghe ZHANG Huixing MA Benkun
(*Institute of Low Energy Nuclear Physics, Beijing Normal University,
Radiation Beam & Materials Engineering Laboratory of State Education
Committee of China, Beijing 100875*)

LI Guoqing GONG Zexiang
(*Three Beam Laboratory, Dalian University of Technology, Dalian 116023*)

Abstract Multicomponent ion beam enhanced deposition was used to synthesize (TiCr)N films. The films were characterized by AES, TEM and XRD methods. The electrochemical property and mechanics property of the films were measured. The experimental results show that the multicomponent ion beam enhanced deposition has stronger potential of new material development than physical vapour deposition.

Key Words ion beam film (TiCr)N

(上接第157页)

micro-beam obtained by using X-ray focusing lens and its application in μ is given.

Key Words X-rays microbeam X-ray fluorescence analysis X-ray lens monolithic X-ray lens

4 结 论

整体 X 光透镜的研制和生产是一项难度很大又有良好市场前景的高新技术. 整体 X 光透镜在基础科学研究(物理、化学、天文学、生命科学、地球科学、环境科学及材料科学等)和有关的国民经济诸领域(医疗器械、微电子学、微机械制造、工业探伤、冶金、地质及纺织业等)有很好的应用前景. 整体 X 光透镜

生产的产业化必将带来巨大的经济效益和社会效益.

参 考 文 献

- 1 Kumakhov K M, Komarov F F. Multiple Reflection from Surface X-ray Optics. *Phys Rep*, 1991, 191(5): 289~350
- 2 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): 1~14

Monolithic Capillary X-ray Lens and Their Application in X-ray Diffraction Technology

YAN Yiming HE Yejun CHEN Baozhen LI Yude DING Xunliang WANG Dachun
LIU Andong WEI Fuzhong CHEN Jun LUO Ping

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

Abstract The basic physical properties and applications in X-ray diffraction technology for the monolithic capillary lens are described. The new designed diffraction facility and its measurement results are also introduced.

Key Words X-ray capillary X-ray lens X-ray diffraction

(上接第 147 页)

of experiment and data analysis made at a pulsed neutron generator in Beijing Normal University during recent years is introduced.

Key Words combination buncher fast neutron reaction γ radiation energy spectrum and cross section Doppler effect