

双晶单色器结构改进及稳定性研究



郭思明¹, 侯懂杰^{1,2}, 王二彦^{1,3}, 宋瑞强^{1,3}, 周鹏跃^{1,4}

1. 中国计量科学研究院, 北京 100029
2. 高能物理研究所, 北京 100049
3. 成都理工大学, 成都 610059
4. 河北科技大学, 石家庄 050018

【摘要】 基于布拉格衍射的双晶衍射结构是常用于同步辐射光束线和单能 X 射线辐射装置上的单色器的核心部件。实验考察了 T 结构双晶单色器产生的单能 X 射线的稳定性, 受 Channel-cut 单色器结构启发设计了新型的双晶单色器结构, 并实验测量了衍射产生的单能 X 射线稳定性。实验结果显示, 由于 T 结构双晶单色器结构缺陷导致其产生的单能 X 射线注量稳定性较差, 而新的双晶单色器结构产生的单能 X 射线注量稳定性好于 1.0%, 产生单能 X 射线的能量范围和注量率都得到明显的提升。

【关键词】 布拉格衍射; 单能 X 射线; 双晶单色器; 双晶一体切割结构

DOI: [10.12338/j.issn.2096-9015.2020.9024](https://doi.org/10.12338/j.issn.2096-9015.2020.9024)

【引用本文】 郭思明, 侯懂杰, 王二彦, 等. 双晶单色器结构改进及稳定性研究 [J]. 计量科学与技术, 2021, 65(5): 8-13.

Structure Improvement and Stability Research of Double Crystal Monochromator

GUO Siming¹, HOU Dongjie^{1,2}, WANG Eryan^{1,3}, SONG Ruiqiang^{1,3}, ZHOU Pengyue^{1,4}

1. National Institute of Metrology, Beijing 100029, China
2. Institute of High Energy Physics, Chinese Academy of Science, Beijing 100049, China
3. Chengdu University of Technology, Chengdu 610059, China
4. Hebei University of Science and Technology, Shijiazhuang 050018, China

【Abstract】 The double crystal diffraction structure based on Bragg diffraction is the core component of the monochromator commonly used in synchrotron radiation beamlines and monochromatic X-ray radiation devices. The stability of the monochromatic X-ray generated by the T-structure double crystal monochromator was investigated. In addition, inspired by the Channel-cut monochromator structure, a new double crystal monochromator structure was designed, and stability of the diffraction-generated monochromatic X-ray was tested. The experimental results show that the stability of the monochromatic X-ray flux generated by the T-structure double crystal monochromator is poor due to its structural defects, while the stability of the monochromatic X-ray flux generated by the new double crystal monochromator structure is better than 1.0%, and the energy range and dose rate of the monochromatic X-ray are significantly improved.

【Key words】 bragg diffraction, monochromatic X-ray, double crystal monochromator, Channel-cut

0 引言

天文学主要通过探测天体的辐射进行研究^[1]。当天体的辐射到达望远镜时与探测器相互作用, 探测器的测量信号是天体辐射量和探测器响应函数的

卷积。得到天体辐射量之前需要得到精确的仪器响应函数。探测器的标定即由单能 X 射线源确定仪器响应函数的过程。

单能 X 射线标定装置是核探测器能量线性、探测效率、能量分辨等重要参数标定工作的核心。产

基金项目: 国家重点研发计划 (2016YFF0200802); 质量技术基础能力建设 (ANL1902)。

作者简介: 郭思明 (1990-), 中国计量科学研究院副研究员, 研究方向: 电离辐射计量, 邮箱: gsm@nim.ac.cn。

生稳定的单能 X 射线束是开展精确标定的前提条件,也是国际上同类装置普遍面临的技术难题。产生单能 X 射线的方式主要有四种:放射性核素^[2]、同步辐射布拉格衍射^[3]、K 荧光^[4]和 X 光机布拉格衍射。其中基于 X 射线光机产生连续谱 X 射线,通过晶体布拉格衍射得到单能 X 射线,调节布拉格角可以获得能量连续变化的单能 X 射线,这种方法在探测器性能标定应用中方便有效、且成本低。由于其光束线出射方向与入射方向相同的结构优势,双晶单色器在国内外的单能 X 射线标定装置上得到了广泛的应用。但是在实际应用中,某些结构的原因导致双晶单色器存在一些稳定性差的问题,本文将进行稳定性的探讨与双晶单色器结构改进探究。

1 双晶单色器

1.1 布拉格衍射

基于 Bragg 衍射原理的完整单晶作为能量色散元件广泛应用于 X 射线分光器件中,通过改变入射光线与衍射晶面间夹角 (Bragg 角) 来选择不同波长光束,进行分光是单色器的基本原理^[5-6]。布拉格衍射定理如图 1 所示:两排周期性分布的原子,组成了两个晶面。射线 1 和射线 2 分别入射到相邻的晶面上,并向各个方向散射。散射线束中 1 和 2 在 AD 面以后的光程也相等。因此,射线 1A1' 和 2B2' 的光程差为 $CBD = CB + BD = 2AB \cdot \sin\theta = 2d\sin\theta$ 。若这两射线同相位,则光程差 CBD 等于波长的整数倍,即 $2d\sin\theta = n\lambda$ 。该式即布拉格衍射方程,式中, n 为衍射级数; λ 为波长; d 为晶体的晶面间距即晶格常数; θ 为布拉格角,即入射光线与晶面的夹角。单色化后的 X 射线能量 $E = nhc/(2d\sin\theta)$, 式中, h 为普朗克

常数; c 为光速。

如图 2 所示,单色器的核心是将光机的韧致辐射连续 X 射线谱(图 2(a))单色化到单能 X 射线谱(图 2(b))。

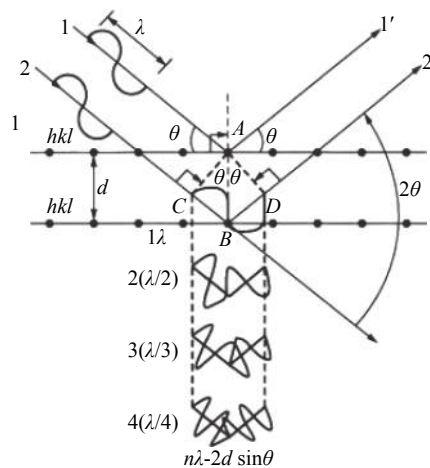


图 1 布拉格衍射示意图

Fig.1 The diagram of Bragg diffraction

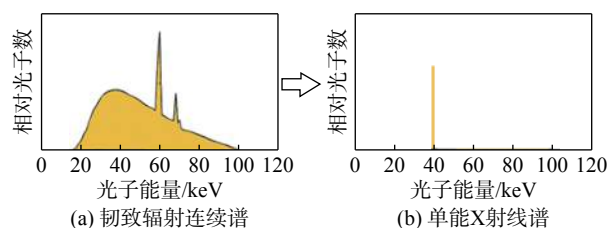


图 2 单色化示意图

Fig.2 The diagram of monochromatization

1.2 T 结构双晶单色器

双晶单色器以布拉格衍射为理论依据,由转台、升降台、T 结构和分光晶体构成^[7-8],如图 3 所示。

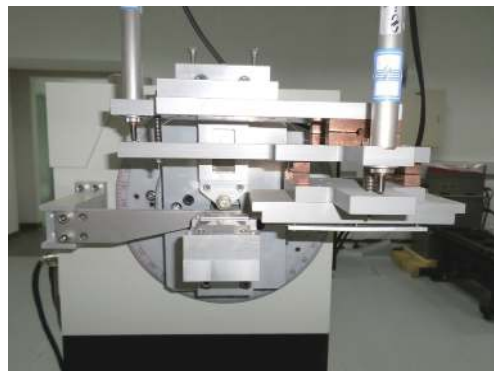
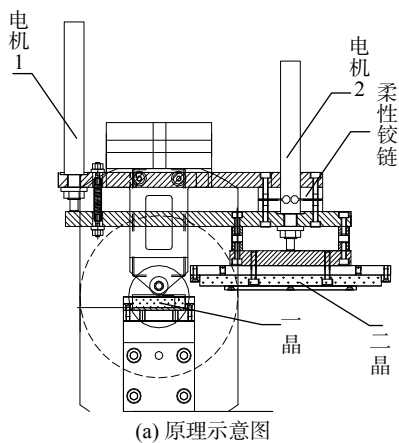


图 3 T 结构双晶单色器

Fig.3 The T-structure double crystal monochromator

T 结构是双晶单色器的核心, 将两块晶体置于一个高精度转台上, 入射 X 射线通过第一块晶体(简称“1 晶”)经布拉格衍射得到单能 X 射线, 第二块晶体(简称“2 晶”)也固定在高精度转台上, 在高差固定结构的作用下使出射单能 X 射线相对于入射 X 射线的高度差保持不变且平行于入射 X 射线, 从而在探测平面获得位置固定的光斑。根据布拉格衍射原理, 只有与布拉格角相对应的能量的射线才在第一晶体晶面上发生衍射。T 结构由二维调节系统组成, 两者是垂直关系。电机 1 用来调节第二晶体投角方向, 系统支撑点为柔性铰链的中心, 工作时, 会顶压与第二晶体的安装挡板, 即给挡板一个向下的作用力, 从而改变第二晶体的投角; 同时, 电机 1 旁边装有弹簧, 它会给挡板一个向上的力, 从而实现电机归位。由于晶体晶面变化角度很小, 纳米甚至更小的量级, 对电机精度、整体调节系统的机械精度和安装要求都很高。当两块晶体达到平行状态时在探测平面可以探测到单能 X 射线, 装置的稳定性会直接影响两块晶体的平行度, 进而影响出射单能 X 射线的稳定性。

1.3 实验测量结果

实验中对双晶单色器的稳定性进行了测量, 使用 LaBr₃ 探测器测量了经双晶单色器出射的单能 X 射线注量随时间的变化, 如图 4 所示。测得稳定性 14.8%, 从图 4 中可以看出明显的波动, 这样的稳定性是无法满足探测器标定需求的。

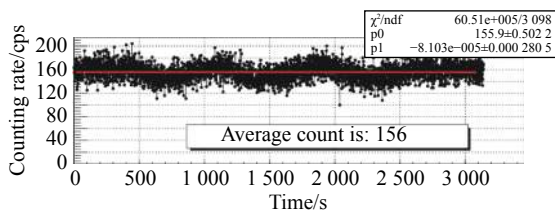


图 4 双晶单色器产生单能 X 射线稳定性测量结果
Fig.4 Monochromatic X-ray stability generated by double crystal monochromator

单能 X 射线的稳定性依赖于 X 光机和双晶单色器的稳定性。在与上述实验相同条件下测量 X 光机的稳定性, 如图 5 所示。光机选用成熟的商业产品, 有稳定的高压系统和冷却系统, 其长期稳定性一般好于 1.0%, 用于 X 射线辐射剂量学的 X 光机长期稳定性都好于 0.1%。

综上所述, 基于此种 T 结构的双晶单色器装置由于结构原因, 自身重量及铰链弹簧等因素的影响导致其出射单能 X 射线存在周期性变化, 注量稳定性较差。由布拉格衍射原理出发设计的双晶装置要求两块晶体绝对平行才能有理想的单能 X 射线束流, 在实际调节的过程中存在巨大挑战。

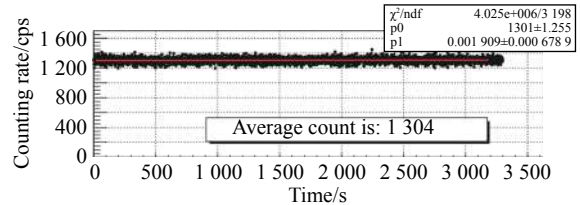


图 5 光机产生韧致辐射 X 射线稳定性
Fig.5 The stability of bremsstrahlung X-ray generated by X-ray machine

2 双晶一体切割结构(Channel-cut)

文献 [9-12] 中介绍了一种经典的双晶衍射结构——双晶一体切割结构(Channel-cut), 是指在同一块晶体上切出两个用于布拉格衍射的晶面, 得到平行的相同晶面指数的同时保证了两个衍射面的平行且稳定, 此种方案可大大提高双晶单色器的稳定性。

为了验证 Channel-cut 的稳定性, 设计了用于产生 6~20 keV 单能 X 射线 Si(111) Channel-cut 单色器, 6 keV 对应的布拉格衍射角度为 19.24°, 20 keV 对应的衍射角为 5.67°, 设计尺寸如图 6 所示, 图 6(a) 为计算得到的外观尺寸, 图 6(b) 为实际加工得到的 Channel-cut 单色器。

在北京同步辐射装置成像站上进行了测试实验, 测量了 10 keV 的能谱和单能 X 射线的注量稳定性, 能谱测量结果如图 7 所示。稳定性好于 0.5%@1 h, 测量的波动主要来源为转台装置自身的震动、探测器的漂移等。

由于同步辐射具有极高注量率的特点, 使得实验可以顺利进行, 在注量相对较低的 X 光机上进行实验结果并不理想, 因为测得的单能 X 射线计数率太低。由于机械加工精度的问题导致 Channel-cut 的两块晶体不可能完全平行, 必然存在二晶衍射失谐的问题, 而且这种缺陷是在 X 光机上实验时无法弥补的。如果能够在 Channel-cut 结果的基础上进

行微调,必然能够提高单能 X 射线的注量。

3 双晶单色器结构改进设计

设计了一种类似于 Channel-cut 的双晶单色器机械结构,如图 8 所示,两块晶体固定于该结构的两

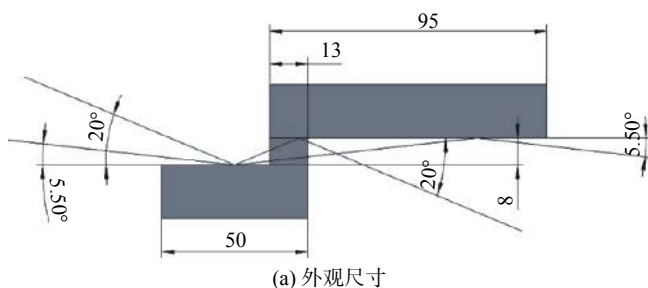


图 6 Si(111) Channel-cut 单色器

Fig.6 Channel-cut monochromator of Si(111)

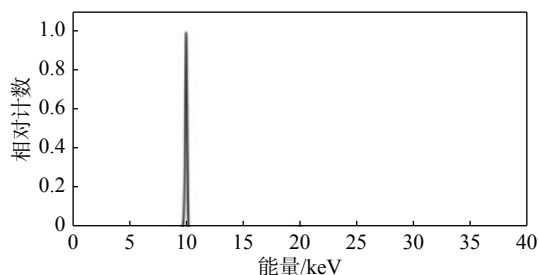


图 7 10 keV 单能 X 射线能谱

Fig.7 Monochromatic X-ray spectra of 10 keV

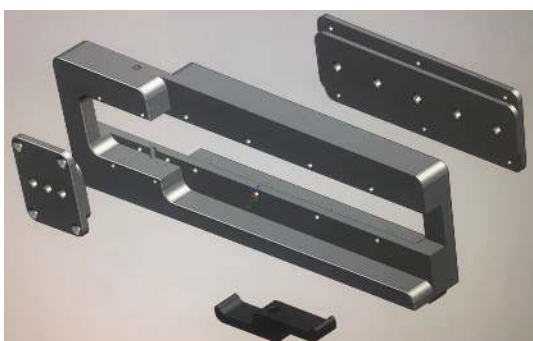


图 8 类似于 Channel-cut 的双晶结构

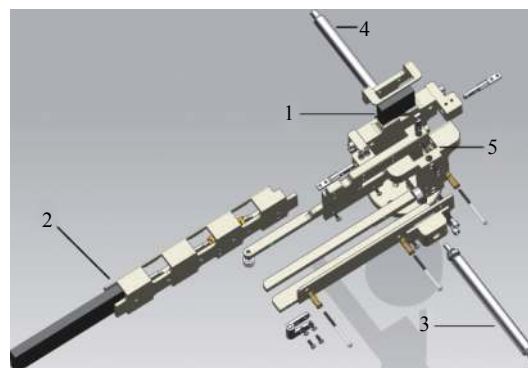
Fig.8 The double crystal structure similar to Channel-cut

改进后装置结构如图 9 所示,2 晶一端作为铰链,通过调节电机触动器控制省力杠杆推动 2 晶另一端调整晶体角度,实现 2 晶晶面与 1 晶平行。

改进装置主要优点在于可在 X 射线实验前使用十字激光器调节精密电机,使装置在可见光范围条件下达到肉眼可见的平行,虽然与理论上的绝对平行尚有差距,可认为已接近 Channel-cut 的平行

端,平行度主要依赖于确定两块晶体间距的铝条的加工精度。实验测量发现加工精度难以实现理论上的绝对平行,所以无法出射单能 X 射线,在此基础上进行了改进设计,将装置整体拆分加两个精密电机使 2 晶摆动和转动成为可调节部件。

度。使用 X 射线进行实验时只需在该范围内进行微调即可实现单能 X 射线产生。同时,通过提高摆动精度的加长臂杠杆推动晶体摆动,使调整步幅更小,调整角度精度更高,更容易达到单能 X 射线注量最大值。2 晶作为铰链的一端采用阻尼轴,减小轴向位移,可认为无间隙,保证了双晶的平行度。该双晶单色器采用竖直放置,角度调整的力矩和重力垂直,平行度调整不受重力干扰,排除了装置自身重力带来的影响,有助于提高稳定性。2 晶卡槽框架设计保证晶体反射面与外结构平行,更换晶体后不需要大量时间重新调整平行度;整个结构为铝制结构,质量更小且更易于控制。为了使 2 晶可调节,卡槽是一个独立的部件,双晶晶面间距可以调节,单色器可产生单能 X 射线的能量范围相较于 Channel-cut 得到大大的改善。



1.1 卡槽; 2.2 晶卡槽; 3.控制摆动的精密电机; 4.控制转动的精密电机; 5.提高摆动精度的加长臂杠杆。

图 9 优化设计

Fig.9 The optimization of design

双晶单色器结构测试实验装置如图 10 所示, X 光机产生的韧致辐射 X 射线经屏蔽准直后穿过光阑入射到 1 晶上, 在单色器后放置探测器测量能谱。测量结果显示改单色器可产生 20 ~ 180keV 单能 X 射线, 单能 X 射线注量和稳定性得到大大提升。测量结果如图 11 所示。

双晶单色器改进设计后, 首先在调试上更加容易, 大大提高了探测器标定效率。其次, 单能 X 射线注量率约提高了一个量级, 最高可达 10^5 cps, 这对于提高探测效率标定准确性具有重要意义。最重要的是提高了单能 X 射线的注量稳定性, 稳定性由改进之前的 14.8% 下降到 1.0% 以下, 稳定性测量结果如图 12 所示, 在该测量能量点得到的单能 X 射线计数率是 4601 cps, 调节光机管电流即可使单能 X 射线计数率达到 10^5 cps。

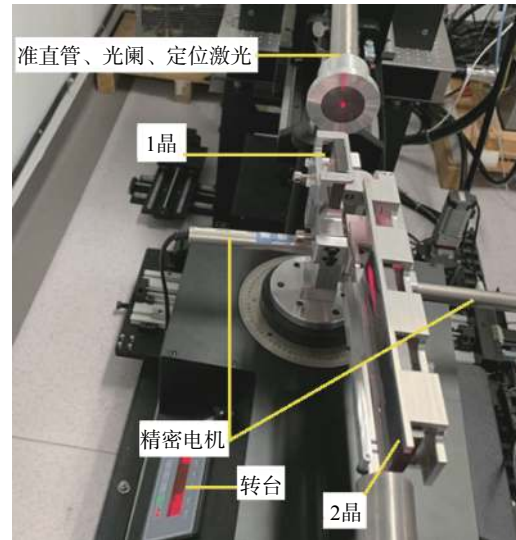


图 10 实验装置示意图
Fig.10 The diagram of experimental device

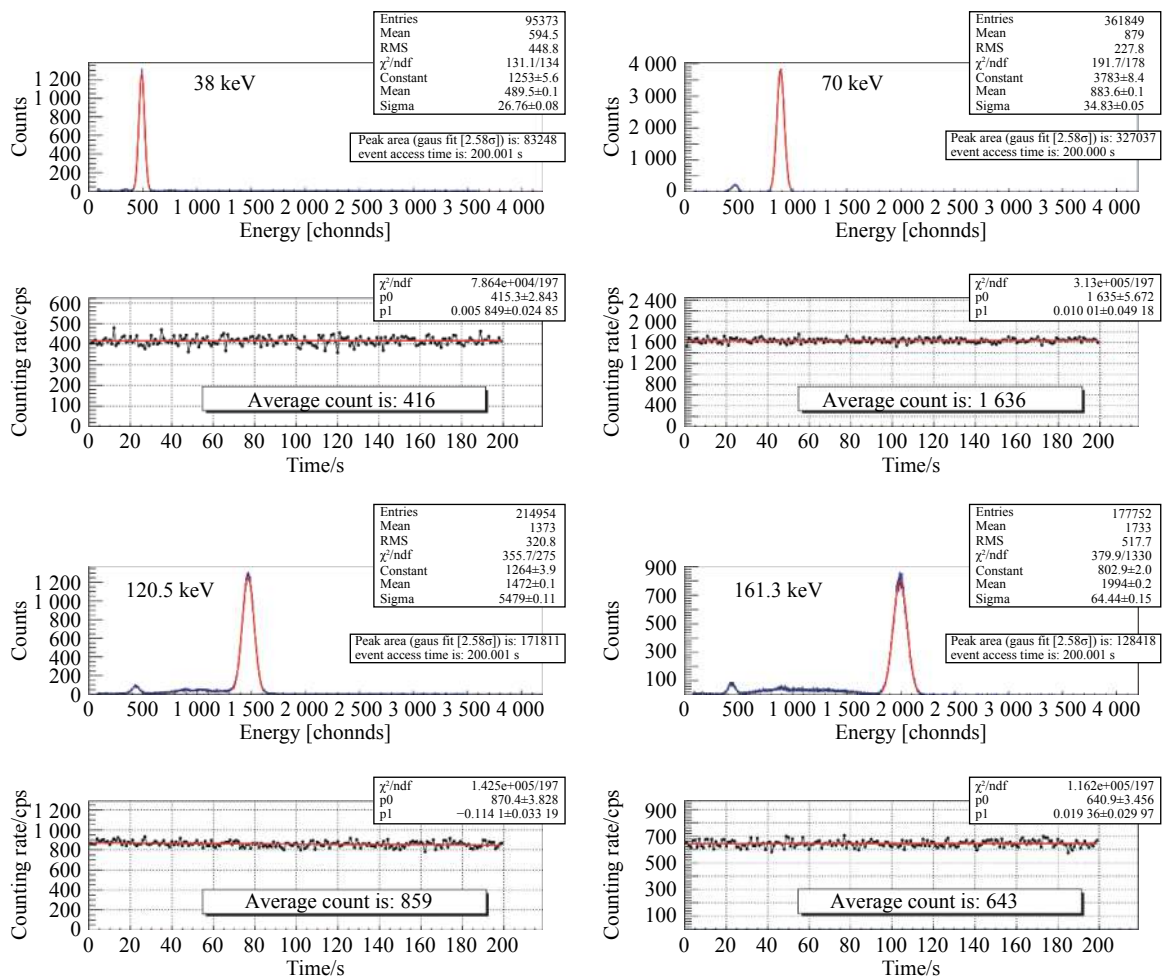


图 11 单能 X 射线测量结果及稳定性

Fig.11 Measurement results and stability of monochromatic X-ray

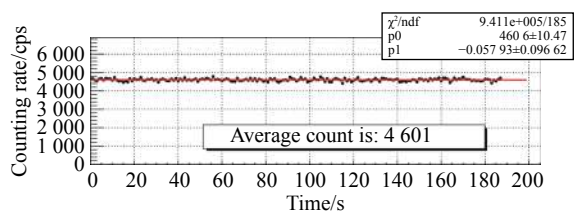


图 12 改进后稳定性测量结果

Fig.12 Measurement results of the improved stability

4 结论

实验研究了双晶单色器的注量稳定性,发现原双晶单色器存在结构缺陷,自身重力、连接铰链等因素会影响单能 X 射线的稳定性。基于 Channel-cut 结构的启发设计了新型的双晶单色器结构并进行了细致的实验测试,测量结果显示新的双晶单色器在单能 X 射线能量范围、注量率以及注量稳定性等方面较之前的结构都有明显的提升。研究成果直接应用于探测器标定装置,对提高能谱型电离辐射探测器的标定准确性具有重要意义。

参考文献

[1] Zhou X, Li X Q, Xie Y N, *et al.* Introduction to a calibration facility for hard X-ray detectors[J]. *Experimental Astronomy*, 2014, 38(3): 433-441.
 [2] 刘运祥. 常用放射性核素衰变纲图 [M]. 北京: 原子能出版社, 1982.
 [3] Lamberti C. The use of synchrotron radiation techniques in the

characterization of strained semiconductor heterostructures and thin films[J]. *Surface Science Reports*, 2004, 53(1): 1-197.
 [4] Obert L. A Study of K Fluorescent X-Ray Lines of Chemical Compounds[J]. *Transactions of the American Ophthalmological Society*, 1938, 49(6): 351-363.
 [5] Gerdau E, Rüffer R, Winkler H, *et al.* Nuclear Bragg diffraction of synchrotron radiation in yttrium iron garnet[J]. *Physical Review Letters*, 1985, 54(8): 835-838.
 [6] Golovchenko J A, Batterman B W, Brown W L. Observation of internal x-ray wave fields during Bragg diffraction with an application to impurity lattice location[J]. *Physical Review B Condensed Matter*, 1974, 10(10): 4239-4243.
 [7] Ohta T, Stefan P M, Nomura M, *et al.* Design and performance of a UHV compatible soft X-ray double crystal monochromator at the proton factory[J]. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research*, 1986, 246(1-3): 373-376.
 [8] Kitajima, Y, Takata, *et al.* Improvements and recent performance of a double-crystal monochromator for a soft x-ray undulator at the Photon Factory[J]. *Rev. Sci. Instrum*, 1992, 63(1): 886-886.
 [9] Treimer W, Strobl M, Hilger A. Development of a tuneable channel cut crystal[J]. *Physics Letters A*, 2001, 289(3): 151-154.
 [10] Bellmann D, Staron P, Becker P. Performance of a double crystal diffractometer with different channel-cut perfect Si crystals[J]. *Physica B Physics of Condensed Matter*, 2000, 276(276): 124-125.
 [11] Végs K, Jergel M, Siffalovic P, *et al.* Towards high-flux X-ray beam compressing channel-cut monochromators[J]. *Journal of Applied Crystallography*, 2016, 49(6): 1885-1892.
 [12] Khachatryan R , Tkachuk A , Chu Y S , *et al.* Open-faced Z-shaped channel-cut X-ray monochromator[J]. *Proceedings of Spie the International Society for Optical Engineering*, 2004(5537): 171-176.

本文编辑: 李润芝

(上接第 29 页)

[54] POZEBON D, SCHEFFLER G, DRESSLER V. Recent applications of laser ablation inductively coupled plasma mass spectrometry (LA-ICP-MS) for biological sample analysis: a follow-up review[J]. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 2017, 32(5): 890-919.
 [55] ZHANG C, WU F, ZHANG X. ICP-MS-based competitive immunoassay for the determination of total thyroxin in human serum[J]. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 2002, 17(10): 1304-1307.
 [56] BENDALL S C, SIMONDS E F, QIU P, *et al.* Single-cell mass cytometry of differential immune and drug responses across a human hematopoietic continuum[J]. *Science*, 2011, 332(6030): 687-696.
 [57] YAO H, ZHAO H, ZHAO X, *et al.* Label-free Mass Cytometry for Unveiling Cellular Metabolic Heterogeneity[J]. *Analytical Chemistry*, 2019, 91(15): 9777-9783.
 [58] GOOD Z, BORGES L, GONZALEZ N V, *et al.* Proliferation

tracing with single-cell mass cytometry optimizes generation of stem cell memory-like T cells[J]. *Nature Biotechnology*, 2019, 37(3): 259-266.
 [59] ZHANG X, LIU R, SHU Q, *et al.* Quantitative analysis of multiple proteins of different invasive tumor cell lines at the same single - cell level[J]. *Small*, 2018, 14(17): 1703684.
 [60] XU S, LIU M, BAI Y, *et al.* Multi - Dimensional Organic Mass Cytometry: Simultaneous Analysis of Proteins and Metabolites on Single Cells[J]. *Angewandte Chemie*, 2021, 133(4): 1834-1840.
 [61] XU S, XUE J, BAI Y, *et al.* High-Throughput Single-Cell Immunoassay in the Cellular Native Environment Using Online Desalting Dual-Spray Mass Spectrometry[J]. *Analytical Chemistry*, 2020, 92(24): 15854-15861.
 [62] FANG X, XIE J, CHU S, *et al.* Quadrupole-linear ion trap tandem mass spectrometry system for clinical biomarker analysis[J]. *Engineering*, 2021.

本文编辑: 石亚楠