

文章编号 1004-924X(2017)06-1472-05

椭圆石英弯晶的积分衍射效率标定

王瑞荣

(上海激光等离子体研究所, 上海 201800)

摘要:椭圆弯晶谱仪具有测谱宽度大,能谱分辨力高等特点,并在"神光 II"激光惯性约束聚变实验研究中得到了很好的应用。利用 X 射线衍射仪铜(Cu)靶 X 射线管作为 X 射线光源,选取合适厚度滤片,抑制 Cu-K β 线及韧致辐射,测量了 Cu-K α 能点处二氧化硅石英椭圆弯晶的积分衍射效率和摆动曲线半高全宽,并开展了针对上述两个重要参数随晶体弯曲曲率半径改变的测试验证,预估了能谱分辨力。结果表明,椭圆弯晶的积分衍射效率和摆动曲线半高全宽对晶体弯曲半径改变敏感,通过提高晶体弯曲度可增强晶体"镶嵌"效果。该结果可为下一步优化设计多用途性椭圆弯晶谱仪,以及完善 X 射线光谱定量测量提供了数据支撑。

关键词:激光惯性约束聚变;积分衍射效率;标定;椭圆弯晶;X 射线谱仪

中图分类号:O722;TL632.1 **文献标识码:**A **doi:**10.3788/OPE.20172506.1472

Calibration of integrated x-ray diffraction efficiency for elliptically curved quartz crystal

WANG Rui-rong

(Shanghai Institute of Laser Plasma, Shanghai 201800, China)

* Corresponding author, E-mail: wangrr59@163.com

Abstract: Elliptically curved crystal spectrometers exhibit large width of spectral measurement, high resolution of energy spectrum and other features, thus can be fully used in the experimental research on "SG II" Inertial Confinement Fusion (ICF). Taking advantage of X-ray tube of the copper (Cu) target for the X-ray diffractometer, and selecting appropriate thickness of filter disc to restrain Cu-K β ray and bremsstrahlung, parameters of integral diffraction efficiency and full width at half maximum of rocking curve for elliptically curved quartz crystal which was made from silicon dioxide at the Cu-K α energy point were measured. In addition, a verification test aiming at the changes of curvature radius for curved crystal with the two above mentioned important parameters were performed, thus estimating the resolution of energy spectrum. The result shows that the integral diffraction efficiency of the elliptically curved crystal and full width at half maximum of rocking curve are sensitive to the change of the bending radius of the crystal. Therefore, the mosaic effect of crystal can be strengthened by improving the tortuosity of the crystal. The result can provide data support for further optimization of multi-purpose elliptical curved crystal spectrometer and quantitative measurement of X-ray spectrum.

收稿日期:2017-01-19;**修订日期:**2017-02-18.

基金项目:国家自然科学基金资助项目(No. 11575168);国家自然科学基金委/中国工程物理研究院 NSAF 联合基金资助项目(No. U1430112)

Key words: Inertial Confinement Fusion(ICF); integrated diffraction efficiency; calibration; elliptically curved crystal; X-ray diffractometer

1 引言

在激光惯性约束聚变、高离化态离子谱学和等离子体物理等的实验研究中,通过测量 X 射线光谱谱线线型、强度及其空间分布和时间演变可以获得等离子体的电子温度、电子密度等状态参数以及它们的时间和空间分布的演变^[1];测量光谱线的展宽和平移可以了解等离子体的内部输运过程及流体力学不稳定性等动力学过程^[2]。激光等离子体辐射非常丰富的 X 射线,通常采用晶体谱仪定量测量 X 射线光谱谱线的线型和强度,并利用 X 射线谱线推导数值模拟中等离子体的电子温度、电子密度、离化度和离子数分布等状态参数信息^[3-4]。晶体谱仪的核心组件是晶体分光元件。积分衍射效率是晶体固有的本征参数^[5],也是 X 射线线谱定量分析的基础。

目前,国内外对于 X 射线晶体的积分衍射效率的研究报道较多^[6-10]。国内多数在同步辐射装置上对 X 光平晶开展实验标定^[8-9],这种 X 射线光源具有亮度高、单色性好、能谱范围宽且可调等优点,是标定的理想光源,但受到装置申请用光、实验成本较高等诸多因素的制约。韦敏习等人^[10]研究了基于 X 射线衍射仪的 X 射线分光晶体衍射效率的实验标定方法。该方法可以快速高效、方便灵活地完成平面季戊四醇(PET)晶体衍射效率的标定。尽管椭圆弯晶谱仪除具有无像差、背景辐射小、能谱诊断范围大、光谱分辨力高和通光量可调等优点外,还具有等光程便于时间分辨测量的特点,但始终没有得到很好地运用,究其原因主要是存在诊断谱线弯曲和杂乱现象。本课题组^[11]重点解决了椭圆弯晶测谱长期存在的谱线弯曲和杂乱等瓶颈问题,并利用新研制的椭圆弯晶谱仪在“神光 II”激光装置上进行了考核,获得了高精度结构轮廓信息^[12]。目前,椭圆弯晶谱仪已成为辐射 X 射线能谱高分辨诊断的一种关键仪器,在高温稠密等离子体研究方向具有重要的应用价值。为了进一步准确运用椭圆弯晶谱仪获得的光谱信息,必须要知道椭圆弯晶的积分衍射效率和积分衍射效率曲线的宽度,但国内尚

未见有关椭圆弯晶衍射效率标定实验的报道。

本文基于实验室 X 射线衍射仪研究了椭圆弯晶的积分衍射效率实验标定方法,并以二氧化硅石英椭圆弯晶为例,按照该方法测量了铜(Cu) $K\alpha$ 能点处椭圆石英弯晶的衍射效率。当 X 射线光束辐照椭圆弯晶位置发生变化时,利用该方法对椭圆弯晶不同位置处特定能点的积分衍射效率进行了实验标定,通过分析与测试验证了晶体弯曲的曲率半径对积分衍射效率和摆动曲线宽度的影响。

2 实验标定原理和仪器

分光晶体对 X 射线的衍射满足布拉格公式:

$$2d\sin\theta = n\lambda, n=1,2,3,\dots \quad (1)$$

式中: d 为晶面间距, θ 为布拉格角(或掠入射角), n 为衍射级次。设晶体衍射的扭摆曲线为 $f(\theta)$, 则晶体的积分衍射效率为:

$$R_c = \int_{\theta_1}^{\theta_2} f(\theta) d\theta, \quad (2)$$

式中 θ_1 和 θ_2 分别为包含衍射峰的积分起点和终点的角度值。根据扭摆曲线的定义,其标准测量方法如下:固定入射光波长,调整晶体倾斜状况使它满足所要求的入射角,测量衍射光的强度分布,再测量光源强度,将衍射峰光强度归一化,得到扭摆曲线,进而对扭摆曲线积分得到晶体的积分衍射效率。

实验标定仪器为国产 Y-2000 型 X 射线衍射仪。Y-2000 型衍射仪主要由 X 射线管、 $\theta-2\theta$ 转角仪、高压电源、水冷系统和控制系统等组成,具有 X 射线出光稳定、转角仪角度控制精度高等特点。实验采用的靶材为 Cu 靶 X 射线管,其 $K\alpha_1$ 的光子能量为 8.047 823 keV(波长 λ 为 0.154 06 nm), $K\alpha_2$ 的光子能量为 8.027 842 keV(波长 λ 为 0.154 46 nm), $K\beta$ 的光子能量为 8.905 413 keV(波长 λ 为 0.139 24 nm)。

3 标定实验

图 1 为椭圆弯晶谱仪的布局。在“神光 II”装

置上,聚焦靶源位于椭圆一个焦点上,探测器放在另一焦点的后向侧,图中黑色截面为晶体托,托面上粘贴了石英晶体。X 射线光束经晶体衍射聚焦在探测器接收面上实现能谱分辨。椭圆弯晶谱仪的光通量主要由椭圆弯晶的积分衍射效率决定,而能谱分辨力主要受到摆动曲线的限制。

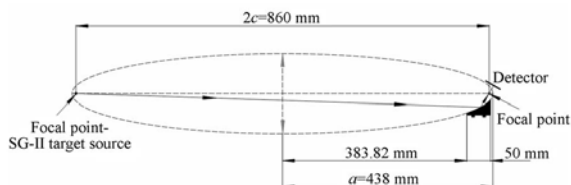


图 1 椭圆弯晶谱仪示意图

Fig. 1 Schematic diagram of elliptical spectrometer

实验选用的样品为石英二氧化硅(Quartz SiO_2 , 1011)椭圆弯晶(图 1 中所示的黑色部分), X 射线光束沿晶体衍射方向选取 3 个不同位置辐照晶体进行 X 射线衍射效率的实验标定。这 3 个位置分别为椭圆弯晶谱仪系统既定设计的布拉格衍射角 22° , 45° 和 60° 位置,对应的曲率半径分别为 2 438, 594 和 259 mm。图 2 为 X 射线衍射仪对椭圆弯晶衍射效率的标定实验布局。将椭圆弯晶安装在样品架上,采用小型激光器准直标定光路,精准获取实验标定所要求的晶托倾斜度和椭圆弯晶衍射面满足的掠入射角。X 射线管与晶体间的限光狭缝宽 0.4 mm,用空间分辨为 $25 \mu\text{m}$ 的成像板(Imaging plate, IP)记录光通量强度,晶体到 IP 的距离为 30 mm。铜(Cu)的 $K\alpha$ 线用于实验标定。但 Cu 靶 X 射线管发出的射线除了 $K\alpha$ 线外,还有 $K\beta$ 线和韧致辐射。晶体 R_c 是随能量变化的函数,光源必须单能化,但 $R_c(E)$ 在能量范围变化不大时,扭摆曲线的半高全宽几乎不变。当能量间隔很小时,如 $\text{Cu-K}\alpha_1$ 和 $\text{K}\alpha_2$ 间差了 20 eV,可以近似地认为 R_c 是一个常数。对于 $K\beta$ 线采用厚度为 $40 \mu\text{m}$ 的镍滤片,用 CXRO 数据库^[13] 计算出 $K\beta$ 线的透射率为 4.8×10^{-5} ,可见其光强度几乎衰减殆尽。韧致辐射主要由 X 射线管所加的高压决定,但 $\text{Cu-K}\alpha$ 线的强度也与高压相关,因此在实验标定时,为了进一步提高信噪比,要注意调整合适的高压。

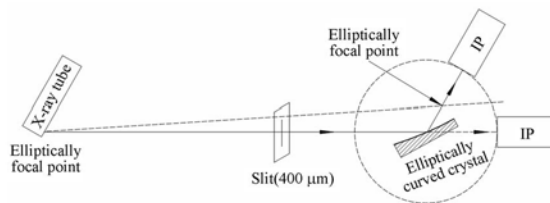
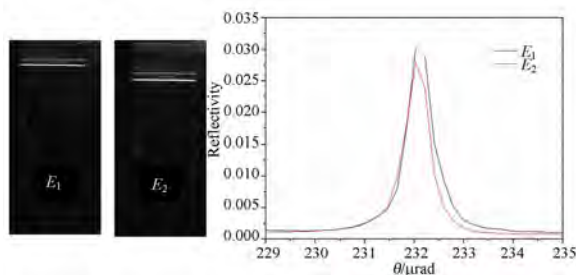


图 2 椭圆弯晶实验标定排布示意图

Fig. 2 Experimental arrangement of elliptically curved crystal sample calibration

4 实验结果及分析

图 3(a)为两组椭圆参数的石英弯晶,图 3(b)为用能点为 8.05 keV 的 X 射线光束辐照在椭圆弯晶谱仪设定的布拉格衍射角 30° 相应位置获得的椭圆弯晶衍射效率分布曲线。其中,一组参数中长轴 $a=438 \text{ mm}$,短轴 $b=65.38 \text{ mm}$,用 E_1 标识;另一组参数中长轴 $a=438 \text{ mm}$,短轴 $b=83.331 \text{ mm}$,用 E_2 标识。图 4 为 E_1 椭圆弯晶在曲率半径分别为 2438, 594 和 259 mm 时,光源为 $\text{Cu-K}\alpha$ 8.05 keV 测量得到的椭圆弯晶衍射效率分布曲线。这里采用去卷积技术,但没有选择谱线线型函数和背景函数,构造一函数按最小二乘法进行拟合求解扭摆曲线,获得扭摆曲线的精细结构,去除实验排布中其它加宽的影响,预估了积分衍射效率宽度,得到了 8.05 keV 能点的能谱分辨能力。表 1 列出的是 8.05 keV 能点 X 射线光束分别辐照在 E_1 椭圆石英(1011)面 3 个不同位置上获得的积分反射率结果。

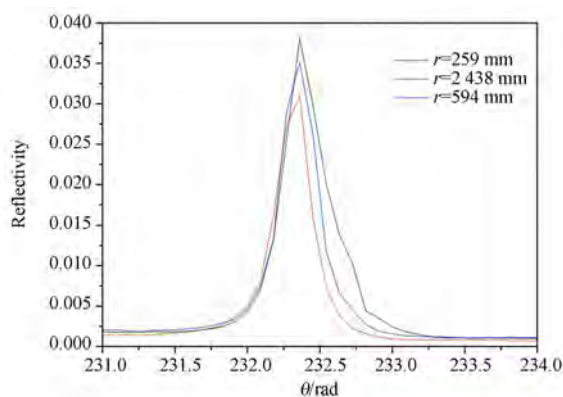


(a)IP 记录 $\text{CuK}\alpha$ 线原始谱图 (b) $\text{CuK}\alpha$ 标定的扭摆曲线
(a) $\text{CuK}\alpha$ photographs (b) Reflectivity curves of $\text{CuK}\alpha$ calibration recorded by IP

图 3 E_1 和 E_2 椭圆石英弯晶的衍射效率曲线实验标定
Fig. 3 Calibrated reflectivity curves for E_1 and E_2 quartz SiO_2 elliptically bent crystals at 8.05 keV

表 1 E_1 椭圆弯晶衍射效率的标定数据Tab. 1 Reflectivity data for E_1 elliptically bent crystal at 8.05 keV

E_1 曲率半径 /mm	曲线半高全宽 / μrad	积分衍射效率 / $\mu\text{rad} \times 10^{-3}$	能谱分辨能力 ($E/\Delta E$)
2438	0.263	4.38	847
594	0.294	10.51	764
259	0.309	18.26	497

(a) IP 记录 $\text{CuK}\alpha$ 线原始谱图(a) $\text{CuK}\alpha$ photographs recorded by IP(b) $\text{CuK}\alpha$ 标定 E_1 的扭摆曲线(b) Reflectivity curve of E_1 calibrated with $\text{CuK}\alpha$ 图 4 E_1 椭圆石英弯晶在 3 个不同位置上的衍射效率曲线实验标定Fig. 4 Calibrated diffraction efficiency curves at three locations for E_1 elliptically bent crystal at 8.05 keV

从图 3、图 4 和表 1 中发现,晶体弯曲度会影响晶体的积分衍射效率和摆动曲线的半高全宽(W)。粗略估计可以看出, $R_c \approx W \times P_m$ 这个关系基本上是满足的,其中 P_m 为晶体的峰值反射率。对于给定能点,晶体的积分反射率对弯曲半径敏感,是曲率半径的强函数。图 4 中 E_1 各位置的标定曲线基本都给出了完整的衍射峰,各峰值对应的 Bragg 角基本一致,在偏离布拉格角以后衍射

效率都迅速下降到本底量级,但扭摆曲线出现了不同程度的畸变,不是一个基本对称性的峰。这种现象估计是由于晶体本身缺陷或椭圆弯晶制作时晶体粘贴在晶托上弯曲成形使晶体表面的微结构不可能是均匀有序且对称等原因造成的。本次实验的效率曲线还有一些需要修正的地方,诸如探测器上接收到的信号,它是光源展宽(包括光源空间大小、X 光角发散和光源谱宽度)与晶体扭摆曲线卷积的结果。光源展宽会影响实验标定的晶体扭摆曲线,使测到的扭摆曲线的半高全宽结果偏大。其次,实际上光源并不只有单一频率的辐射,而是含有相当部分的 $K\beta$ 等线谱以及韧致辐射。若要进行精确计算,则这些污染源因素与实际应用到的特征谱线的光强度比应该在线测量给出,而实验未能给出。另外,X 射线衍射仪最初的设想是用于物相分析,所以它的成像系统和记录系统基本上是以定性实验的要求设计,因此在定量测量时,不同狭缝系统得到的标定结果会有一些偏差。这些问题将在后续研究工作中想办法解决。除了要解决上述问题外,还要购置多种不同特征谱线波长的 X 射线管,在衍射仪上实验检测椭圆弯晶的积分衍射效率,描出椭圆弯晶衍射效率与光子能量曲线,进一步明确椭圆弯晶的实际衍射效率,并拟出一套椭圆弯晶衍射效率的标定方法。

5 结 论

本文在实验室条件下,采用 X 射线衍射仪对椭圆弯晶积分衍射效率进行了标定。通过选取合适的滤片和调整 X 射线管的管电压,改造了标定光源单色化。以椭圆石英弯晶为样品,对 Cu 靶 $K\alpha$ 能点处的积分衍射率进行了标定,并对实验数据进行了分析。通过更换 X 射线光束辐照椭圆弯晶位置,利用该方法实现了晶体多个曲率半径条件下的实验标定,进而开展了晶体弯曲半径对积分衍射效率和摆动曲线宽度影响的验证研究。结果表明,椭圆弯晶的积分衍射效率和摆动曲线的半高全宽对晶体弯曲半径的改变敏感。不过,本文只是对曲率半径的影响衍射效率进行了分析与测试,未对光子能量对衍射效率曲线的影响进行研究。

未来对积分衍射效率的工作就是要拟出一套适合椭圆弯晶衍射效率的标定方法,对测量结果中的不确定因素进行拟合,开发出多能点椭圆弯

晶积分衍射效率和晶体弯曲半径互为制约的定量

关系表达式。

参考文献:

- [1] DE MICHELIS C, MATTIOLI M. Soft-X-ray spectroscopic diagnostics of laboratory plasmas[J]. *Nuclear Fusion*, 1981, 21(6): 677-754.
- [2] BASOV N G, GOETZ K, KALASHNIKOV M P, *et al.*. Investigation of laser plasma dynamics using the X-ray spectra of multicharged ions[J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 1985, 9(4): 773-780.
- [3] 陈金忠, 马瑞玲, 陈振玉, 等. 碳室约束对激光等离子体辐射的增强效应[J]. *光学精密工程*, 2013, 21(8): 1942-1948.
CHEN J ZH, MA R L, CHEN ZH Y, *et al.*. Enhancement effect of carbon chamber confinement on laser plasma radiation[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2013, 21(8): 1942-1948. (in Chinese)
- [4] 郭凯敏, 高勋, 郝作强, 等. 空气中飞秒激光等离子体荧光辐射光谱研究[J]. *物理学报*, 2012, 61(7): 075212.
GUO K M, GAO X, HAO Z Q, *et al.*. The fluorescence feature of plasma induced by femtosecond laser pulses in air[J]. *Acta Physica Sinica*, 2012, 61(7): 075212. (in Chinese)
- [5] EVANS K D, LEIGH B. The absolute calibration of the reflection integral of Bragg X-ray analyser crystals-single reflection methods[J]. *Space Science Instrumentation*, 1976, 2: 105-123.
- [6] GILFRICH J V, BROWN D B, BURKHALTER P G, *et al.*. Integral reflection coefficient of X-ray spectrometer crystal[J]. *Applied Spectroscopy*, 1975, 29(4): 322-326.
- [7] MARRS R E, BROWN G V, EMIG J A, *et al.*. System for calibrating the energy-dependent response of an elliptical Bragg-crystal spectrometer[J]. *Review of Scientific Instruments*, 2014, 85(11): 11D626.
- [8] 韦敏习, 杨家敏, 杨国洪. 平面晶积分衍射效率实验标定[J]. *强激光与粒子束*, 2006, 18(2): 219-222.
WEI M X, YANG J M, YANG G H. Calibration of integral diffraction coefficient of flat crystal[J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2006, 18(2): 219-222. (in Chinese)
- [9] 甘新式, 杨家敏, 易荣清, 等. RAP 晶积分衍射效率的实验研究[J]. *光子学报*, 2009, 38(4): 947-950.
GAN X SH, YANG J M, YI R Q, *et al.*. Experimental research on integral diffraction coefficient of RAP crystal[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2009, 38(4): 947-950. (in Chinese)
- [10] 韦敏习, 杨国洪, 易涛, 等. 实验室晶积分衍射效率标定方法研究[J]. *光学学报*, 2012, 32(7): 0730002.
WEI M X, YANG G H, YI T, *et al.*. Calibration research of integral diffraction efficiency of crystal in laboratory[J]. *Acta Optica Sinica*, 2012, 32(7): 0730002. (in Chinese)
- [11] 王瑞荣, 陈伟民, 王伟. 椭圆弯晶谱仪波长分辨能力的改进[J]. *光学精密工程*, 2010, 18(6): 1303-1308.
WANG R R, CHEN W M, WANG W. Improvement of spectral resolution power for an elliptically curved crystal spectrometer[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2010, 18(6): 1303-1308. (in Chinese)
- [12] 王瑞荣, 王伟. 激光等离子体 X 射线特征谱轮廓诊断[J]. *光学精密工程*, 2014, 22(7): 1737-1742.
WANG R R, WANG W. X-ray line profile measurements in laser produced plasma[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2014, 22(7): 1737-1742. (in Chinese)
- [13] X-ray Database. The center for X-ray optics[EB/OL]. <http://www.cxro.lbl.gov>.

作者简介:



王瑞荣(1964—),男,江西吉安人,博士,副研究员,1999年于核工业西南物理研究院获得硕士学位,2009年于重庆大学获得博士学位,主要从事高能 X 射线诊断及诊断技术方面的研究。E-mail: wangrr59@163.com

(本栏目编辑:曹金)