

文章编号 1004-924X(2017)11-2878-11

三晶体多轴联动同步辐射 X 射线荧光光谱仪

隋国荣*, 朱泽玮, 王 颖, 贾星伟, 单新治
(上海理工大学 光电信息与计算机工程学院, 上海 200093)

摘要:针对上海光源 X 射线吸收精细结构光谱仪对灵敏度和分辨率的要求, 研制了三晶体多轴同步辐射 X 射线荧光光谱仪。其采用一台双晶单色器提供实验 X 射线, 用 3 块凹面晶体构成系统主体色散结构, 并在竖直平面内组成相交的罗兰圆实现荧光分析, 可实现 10° 范围内的布拉格角变化。光谱仪通过高精度控制驱动设备使位移平台实现了 3 块晶体的 4 轴联动和总台的 2 轴联动, 其中对位移平台的各轴精度达到了单步长移动 25nm, 可以实现高分辨率的三维扫描工作。编写了探测器的驱动软件, 提高了驱动器的测试灵敏度和分辨率。最后, 利用国际通用的实验物理控制系统——EPICS (Experiment Physics and Industrial Control System) 完成了整个系统软件的设计, 实现了系统各部分的精确控制、自动测量、数据分析和结果显示与存储等功能, 构成了一套完整的基于同步辐射光源的高精度高分辨率 X 射线荧光光谱分析系统。采用钴元素作为测试样品进行了分析实验, 结果显示: 该光谱仪单次测量时间小于 1.5 s, 测试精度达到 0.4 eV, 分辨率为 0.1 eV。光谱仪可以完成对样品荧光的采集和分析, 操作时间、精度、分辨率和重复性等性能指标均优于现有国内、外设备, 目前已成功应用于上海光源 XAFS 线站的各项科学实验中。

关键词: X 射线荧光光谱仪; 高分辨率荧光光谱仪; 三晶体; 多轴联动; EPICS 系统

中图分类号: O434.13; O722.8 **文献标识码:** A **doi:** 10.3788/OPE.20172511.2878

Synchrotron radiation X-ray fluorescence spectrometer based on three crystals and multi-axis linkage

SUI Guo-rong*, ZHU Ze-wei, WANG Ying, JIA Xing-wei, SHAN Xin-zhi

(University of Shanghai for Science and Technology,
School of Optical-Electrical and Computer Engineering, Shanghai 200093, China)

* Corresponding author, E-mail: suigr@usst.edu.cn

Abstract: To meet the requirements of the X-ray fluorescence spectrometer in Shanghai Synchrotron Radiation Facility(XAFS) for sensitivity and resolution, a synchrotron radiation X-ray fluorescence spectrometer was proposed based on three-crystal and multi-axis linkage. In experiments, the X-ray was provided by a double crystal monochromator, the dispersion structure was made of three concave crystals and these crystals formed an intersectant Rowland circle in the vertical plane to achieve the fluorescent analysis. Moreover, the dispersion structure could change in the Bragg angle ranges of 10° . Four-axis linkage of three crystal and two-axis linkage of the whole platform were implemented by high precisely controlling the driving device. Here, the displacement precision of each axis reaches

收稿日期: 2017-04-14; 修订日期: 2017-06-15.

基金项目: 国家 973 计划基金资助项目(No. 2015CB352001); 上海市重点学科资助项目(No. S30502); 国家自然科学基金资助项目(No. 61178079)

25 nm in a single step, which realizes high resolution and three-dimensional scanning work. The driver's software was programmed to improve the test sensitivity and resolution of the driver. The overall system software was designed by using the International Common Experimental Physical Control System-EPICS. By which, the spectrometer realizes the functions such as the precise control, automatic measurement, data analysis, results display and storage functions and completes a high precision and high resolution X-ray fluorescent spectrum analysis system based on Synchrotron Radiation Source. By taking the cobalt as the experimental sample, an analysis experiment was performed. The results show that the single measurement time is less than 1.5 s, the test precision is 0.4 eV and the resolution is 0.1 eV. The spectrometer can acquire and analyze the fluorescence of the sample and the operating time, precision, resolution and the repeatability are superior to those of the existing domestic and foreign equipment. It has been used in the scientific research experiments of Shanghai light source XAFS line.

Key words: X-ray fluorescence spectrometer; high resolution fluorescence spectrometer; three crystals; multi-axis linkage; EPICS system

1 引 言

针对物质组成和结构的分析,目前有传统的化学分析法、等离子体光谱分析法、红外光谱分析法、紫外光谱分析法、拉曼光谱分析法和原子荧光光谱分析法等多种方法。1948 年被首次研制成功的 X 射线荧光光谱分析方法,因其具有检测分析速度更快、非破坏性、分析范围广、精度高、制样简便且形态不受约束等特性,成为物质分析和含量测定的重要手段^[1-5]。同步辐射是速度接近光速的带电粒子在磁场中沿弧形轨道运动时放出的电磁辐射,对比其他光源,其具有从远红外到 X 光波长范围内的连续光谱,并且具有高强度、高准直度、高偏振和特性可精确控制等诸多特点,在各项实验及测量中,被用作标准光源和成像源^[4,6-10]。利用同步辐射作为 X 射线光谱仪的激发光源,可以大幅提高检测的灵敏度,实现样品的微区分析^[11-13],基于同步辐射的 X 射线荧光光谱仪也被广泛用于物质化学结构和元素化学价态的研究分析中^[14-19]。常规光栅光谱仪由于受到光栅线数和刻槽间距的限制,不能作为短波长 X 射线的分光元件,因此国内外开展了对晶体光谱仪的研究。相对而言,晶体晶面间距在纳米量级,可以很好地被用作短波长 X 射线的分光器件。目前晶体光谱仪主要有弯晶和平晶两种结构组成,

弯晶又有凹面和凸面两种,在上海光源同步辐射站中大部分都采用的是凹面弯晶光谱仪,且其中主要以一块晶体为主,调整平台分辨率相对较低,装置控制相对简单,外围软件多采用 Labview 软件嵌套探测器本身的驱动和其它硬件驱动软件实现系统控制,系统精度和灵敏度低、分辨率差、控制效率低,系统现状阻碍了更高要求实验的进行。因此,同步辐射光源需要设计一套更高灵敏度和分辨率,且具有更高控制精度的弯晶衍射光谱仪系统。

设计中采用一台双晶体(Si111 和 Si311)单色器,提供实验所需的 X 射线,照射样品并激发样品产生荧光。光谱仪主体由凹面晶体、电动平台和探测器组成。其中,使用了 3 块曲率半径为 1 000 mm 的凹面晶体,通过 3 块晶体构成一个弧形反射面,可实现同一位置不同角度的能量反射,进而实现更高的探测灵敏度和分辨率。晶体被分别安装在具有很好重复性和回复性的,单步长为 25 nm 的 4 轴微动电动平台上组成了晶体阵列,进而 3 块弯晶平台则安装在同一个高精度垂直移动平台上,通过系统控制电动平台的驱动器,最终实现晶体空间位置的运动控制和 3 块晶体的同动。对样品荧光信号的探测,采用硅漂移探测器(Silicon Drift Detector, SDD)来实现,探测器同样安装在高精度高速电动平台上,其包括一个直线位移平台和一个角度微动平台,由平台承载探

测器在采集范围移动捕捉荧光信号,实现系统的三维扫描。此外,系统放弃以往的软件控制方法,直接采用效率更高的实验物理和工业控制系统-EPICS 开发控制软件,直接在该系统中编写所有硬件的驱动以及软件控制界面,实现硬件设备的驱动及控制,系统扫描采集、图形化控制界面等功能,实现了线站对系统的要求。实验采用钴元素作为测试样品,结果显示单次测量时间小于 1.5 s,测试精度达到 0.4 eV,分辨率为 0.1 eV。光谱仪可以实现对样品荧光的三维采集和分析,操作时间、精度、分辨率和重复性等性能指标都优于目前现有的国内、外设备,实验数据表明仪器已达到设计要求,并已被应用于上海光源 XAFS 线站的各项科学研究实验中。

2 X 射线光谱仪的结构及其工作原理

2.1 系统的基本构成

本文所研究的波长色散型荧光光谱仪的原理图如图 1 所示,主要结构包括 X 射线光源、测试样品台、分光晶体和探测器等。

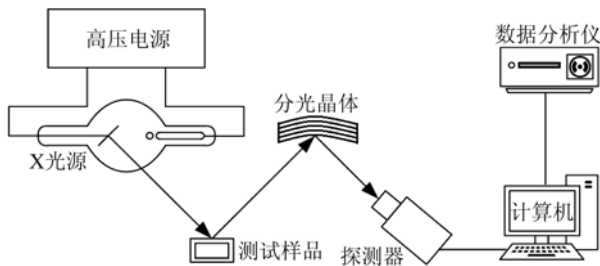


图 1 波长色散光谱仪结构图

Fig. 1 Structure of wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometer

2.2 光谱仪系统的工作原理

光谱仪利用罗兰圆原理组成检测光路以实现荧光信号采集,即将待测样品、凹面晶体及探测器摆放在以凹面晶体曲率半径为直径的圆上,该圆被称为罗兰圆。可以证明,当入射晶体的光源在罗兰圆上时,经由凹面晶体的出射光,也聚焦于罗兰圆上。采用罗兰圆结构的晶体光谱仪,结构相对简单且具有较高的分辨率和亮度。三晶体 X 射线荧光光谱仪原理图如图 2 所示。

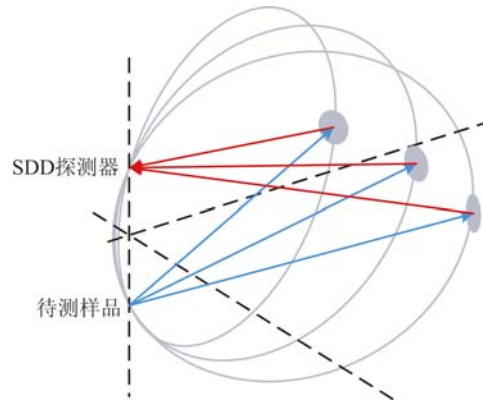


图 2 三晶体 X 射线荧光光谱仪原理图

Fig. 2 Schematic of three crystal X-ray fluorescence spectrometer

罗兰圆原理如下^[14],图 3 为凹面光栅的截面图,其中,弧 AB 为凹面光栅, G_1 到 G_N 为光栅刻线的位置,光栅球面半径为 R ,点 C 为曲率中心, S 为入射光光源, P 为衍射像。如图建立坐标系可得弧 AB 的方程如下:

$$(x-R)^2 + y^2 = R^2. \quad (1)$$

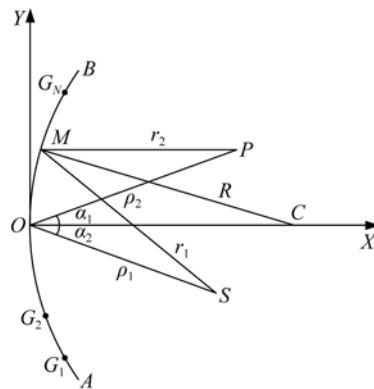


图 3 凹面光栅聚焦条件

Fig. 3 Concave grating focusing condition

在空间中任取一对点 S 和 P , 令 $SO = \rho_1$, $OP = \rho_2$, $\angle SOC = \alpha_1$, $\angle COP = \alpha_2$, 并在 AB 上任取一点 M , 令 $SM = r_1$, $PM = r_2$, 则光程 SMP 可以表示为:

$$SMP = r_1 + r_2, \quad (2)$$

点 S, P 和 M 的坐标分别表示为 $S(\rho_1 \cdot \cos \alpha_1, \rho_1 \cdot \sin \alpha_1)$, $P(\rho_2 \cdot \cos \alpha_2, \rho_2 \cdot \sin \alpha_2)$, $M(R - (R^2 - y^2)^{1/2}, y)$, 则光程 SMP 可以表示为:

$$SMP = \sqrt{[R - \sqrt{R^2 - y^2 - \rho_1 \cos \alpha_1}]^2 + [y + \rho_1 \sin \alpha_1]^2} + \sqrt{[R - \sqrt{R^2 - y^2 - \rho_2 \cos \alpha_2}]^2 + [y + \rho_2 \sin \alpha_2]^2}. \quad (3)$$

光栅上任意两条刻线间的间距为常数,对上式进行化简,略去公式中高阶小量,并对其求导,令光程差的导数为常数可得:

$$\rho_1 = \frac{R \rho_2 \cos^2 \alpha_1}{\rho_2 (\cos \alpha_1 + \cos \alpha_2) - R \cos^2 \alpha_2}. \quad (4)$$

任何满足公式(4)中 ρ_1 、 α_1 、 ρ_2 和 α_2 条件的点 S 及点 P,都可以满足光程差为常数。在该方程的多组解中,有一组最简单的解为:

$$\begin{cases} \rho_1 = R \cos \alpha_1 \\ \rho_2 = R \cos \alpha_2 \end{cases}. \quad (5)$$

同步辐射光经由双晶单色器得到实验用 X 射线并照射样品,激发样品后,产生的荧光信号以 4π 立体角向外发射,沿光谱仪光路方向的荧光信号被凹面晶体所接收^[15]。根据晶体的布拉格定律: $2d \sin \theta = n\lambda$,由晶体出射的荧光,其波长与荧光入射的角度有关,通过控制光线入射晶体的布拉格角,可以实现对荧光波长(能量)的筛选。不断改变荧光入射晶体的布拉格角,即可获得不同波长能量的出射光,将出射光记录并连接成谱,即为样品的荧光能谱。根据动力学原理计算达尔文角度宽度和相应能量宽度可得到两个规律,首先是能量分辨率 $\Delta E/E_{\text{dyn}}$ 对于一个给定的布拉格反射近似恒定,与能量和布拉格角无关;其次, $\Delta E/E_{\text{dyn}}$ 会随着高阶反射而减小,且由 $|\Delta E/E| = \Delta \theta \cot \theta$ 给出。其式显示任何角度差 $\Delta \theta$ 在布拉格角度接近于 90° 时,对能量分辨率的影响最小。因此在布拉格角度接近于 90° 时,使用高阶反射可以获得晶体单色仪的最高能量分辨率^[16-17]。

3 三晶体多轴同步辐射 X 射线荧光光谱仪的硬件与软件设计

3.1 系统的运动硬件设计

为了改变现有的单晶体同步辐射 X 射线荧光光谱仪精度低、强度弱、信噪比不理想的状态,系统设计中创新性地采用了三晶体多轴方式进行成像探测和扫描,使用了 3 块曲率半径为 1 000 mm 的凹面晶体。传统的单晶体在测量时,需要在同一个位置不断移动探测器或者晶体,测试在反射球面波不同位置的参数值,由于微动平台和反射系统的不稳定,因此经常造成测试误

差,是很多用户一直以来诟病的问题症结。通过多块晶体可以在一个位置,利用不同晶体在球面波的不同位置反射,从而快速实现更高的探测灵敏度和信噪比,比现有的单晶体具有更优越的特性,但同时也对不同晶体的三维直线度位置和一个角度位置的控制与调整提出更高的要求,而这样的四维位置调整也直接影响到系统的控制和检测精度与重复性。原理上考虑晶体的数量越多越好,欧洲光源曾有最多 20 块晶体的实例,但在实际运行时存在复杂度高、可控性差、成本非常高和系统维护极其不易等缺点。为此,本系统设计提出使用 3 块晶体,系统复杂度、难度和成本都不高,并通过算法大幅度提高系统的检测精度和分辨率。实际设计中,需要将晶体分别安装在具有很好重复性和回复性的,单步长仅为 25 nm,角度为每步长 0.000797° 的 4 轴微动电动平台上组成晶体阵列。这样的三晶体微动平台阵列可以很好地实现更高的位置分辨精度,通过编写软件驱动程序控制系统电动平台的驱动器,高分辨率地实现晶体空间位置的精确运动控制。此外为了保证系统的量程和探测的快速性,系统用一套可以快速移动的长 600 mm,分辨率为 $1 \mu\text{m}$ 的高速伺服位移平台作为三晶体的粗调平台。对样品荧光信号的探测,采用了 SDD 探测器实现,探测器同样安装在两维高精度高速电动平台上,由平台承载探测器在采集范围移动捕捉荧光信号,并自行编制了驱动程序以提高系统的探测与数据传输速度。此外,系统放弃现有的软件控制方法,因为现有的软件系统是由外方协助组装的,没有开放各种的驱动源代码,导致系统无法直接使用效率更高的控制系统,且需要利用第三方软件在虚拟操作系统下调用外方提供的封装库驱动,不能对内部的指令按照实际需求进行灵活地修改,且控制效率和传输速率都较低。为了提高控制效率,实现系统的完全自主控制,实际光谱仪中直接采用系统效率更高的 EPICS 开发控制软件,在该系统中编写所有硬件的驱动以及软件控制界面,实现硬件设备的驱动及控制、系统扫描采集和图形化控制界面等功能,充分满足了用户和线站对系统的要求。优化重构了系统的网络和总线控制结构实现硬件支持。光谱仪

采用了如图 4 所示的基于 EPICS 的分布式控制系统结构,实现与光源等主要设备的对接,以便充分

利用 EPICS 软件系统结构简单、维护成本较低、系统响应快和稳定性高等优势。

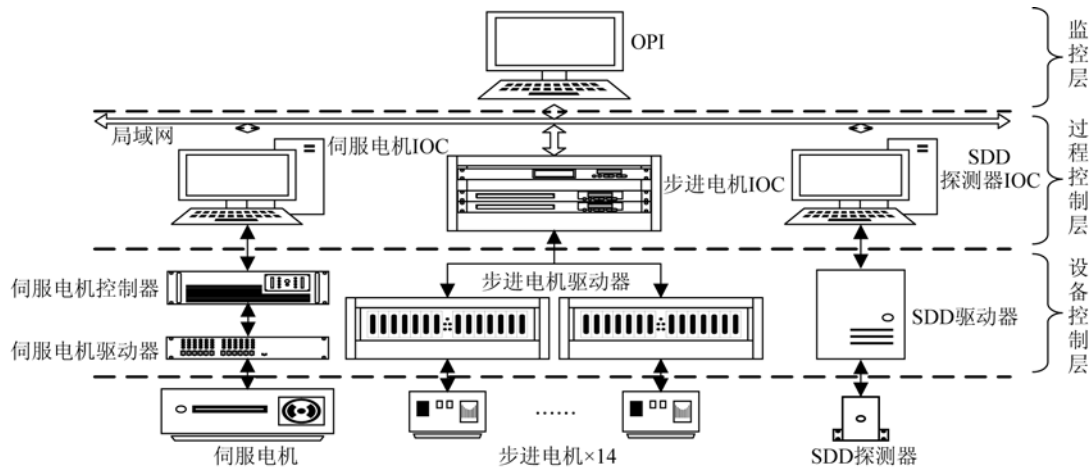


图 4 系统结构示意图

Fig. 4 Framework of system

3.1.1 运动机构平台设计与实现

为了很好地完成对系统硬件的控制,系统采用了 MC600 运动控制器,并配合 ASP-2000 驱动器实现伺服电机位移台的驱动与控制。使其能够实现 $1\ \mu\text{m}$ 的分辨率,不大于 $\pm 3\ \mu\text{m}$ 的重复精度和 $250\ \text{mm/s}$ 的最大运行速度。在微动位移台方面,采用了 MVME5500 系列的 VME 总线单板计算机,并结合 MAXv 运动控制器实现步进电机的控制。在整个系统中,MAXv 作为协同处理器与主机共同完成控制任务,控制运动机构的运动轨迹、加速度、速度和方向等参数。当接收到来自主机的控制信息时,MAXv 运动控制器会根据当前的实际情况,计算出到达指定位置最短时间和最佳速度,同时设置运动机构的加速度和速度参数,并控制驱动器完成运动。此外,MAXv 还可以提供驱动器的编码器位置、行程限位及运动完成标志等运动信息,并采用特有的总线,实现数据在 VME 和 PowerPC 间的高速传输,保障数据通信。

在控制步进电机运动时,MAXv 可以以 $0\sim 4\ 000\ 000\ \text{p/s}$ 的速度或以 $0\sim 8\ 000\ 000\ \text{p/s}^2$ 的加速度产生控制脉冲,从而保证了系统高效的控制需求。

此外微动步进移动平台使用了 SSRF SMD 5002 步进电机驱动器。作为一种基于 Melec

GDB-5F40 设计的专用五相电机驱动器,可以实现从 $0.34\sim 1.35\ \text{A}$ 总共 16 档的驱动电流调节,以适应不同驱动电流的步进电机。同时,该驱动器还可以支持最高 800 细分的步进电机细分驱动调节,以完成对高精度步进的需求。在使用时,用户还可以分 11 档自定义电机的保持电流,保证电机在没有驱动脉冲时的制动。

3.1.2 运动反馈

实验中为保证晶体在竖直方向运动的精度,在承载晶体的大平台上添加光栅尺,对平台的位置进行实时测量。光栅尺测得的大平台的运动位置与程序设定值间的差值大于系统允许的最大误差,则需要重新移动电机,进行重复定位。

光栅尺采用雷尼绍 (RENISHAW) 公司的 Ti0020 高精度光栅尺。该光栅尺的分辨率为 $1\ \mu\text{m}$,并在保证分辨率的情况下,实现最大速度 $10\ \text{m/s}$ 的实时测量。光栅尺通过 MSI8000 光栅尺转接板直接与 MAXv8000 运动控制器相连,并将实时的反馈数据回传至运动控制器,以供运动控制器参考使用。

3.2 探测器模块的设计与实现

硅漂移探测器 (Silicon Drift Detector, SDD) 是一种通过光电效应探测光信号的器件,主要用于探测射线。SDD 的结构最早是由 E. Gatti 和 P. REhak 在 1983 年提出^[19],因其输出电容较小,

并且在测量信号光时,并不依赖于探测器的面积,其电子学噪声一般远小于同样面积和厚度的 Si-PIN 探测器,只需要采用简单的半导体制冷就可以达到甚至超过需要液氮制冷的 Si 探测器的能量分辨率,因此该探测器被广泛应用于物质成分分析、医学成像和核物理等技术领域。系统还采用了德国 Bruker 公司生产的硅漂移探测器及其控制机柜,探测头的型号为 XFlash 4040,控制柜为 BD4。

XFlash 4040 探测头由 4 个独立的 $10\text{ mm} \times 10\text{ mm}$ 的硅探测头集成在一块芯片上构成,其探测效率是单个探测头计数的 4 倍,4 个探测头也可以通过程序控制单独或自由组合使用,最高可达 $3 \times 10^6\text{ c/s}$,该探测器可以用于探测硼(5)至镅(95)元素的能量。

BD4 控制机柜是配合探测头使用的数据采集及处理系统,它驱动并控制四元硅漂移探测器采集数据,并将数据以 32 位的格式存放于 4 096 个通道进行处理。在数据通信方面,BD4 上配备了 Bruker 公司专用的 Bruker MegaLink 数据采集卡接口,通过该接口可以连接 Bruker 公司的数据采集卡,方便通过上位机软件读取采集数据。同时,BD4 还配备了标准 RS232 串口,控制指令和数据也可以通过串口与上位机进行交互。

3.3 系统的软件设计

控制软件开发采用 EPICS 作为主要开发工具,利用 EPICS 建立设备的输入输出控制器(Input Output Controller, IOC),开发主要设备的驱动,完成控制功能,绘制图形化控制界面,实现系统的设计功能。在开发过程中用 JavaScript 及 Python 语言编写脚本程序,提高软件的易用性,扩展系统功能。软件开发主要在 CentOS 6.4 操作系统下进行。软件系统主要包括两大部分,第一部分是应用层的界面与控制实现;第二部分是底层的微动平台及探测器的驱动代码编写。

第一部分软件主要包括 4 大部分:基本操作和界面,零位扫描,能量扫描和 RIXS 扫描。其中基本操作和界面负责整个系统的基本操作和调试;零位扫描是光谱仪的基本功能模式。其主要功能是对整套设备进行校准,通过扫描寻找探测器最佳的测量位置以及各弯晶的最佳位置,为之后的测量确定零点。为了提高对焦调节效率减小

误差设计了相应算法对各个电机自动调节最佳位置并标定,使物质发出的荧光经过凹面光栅之后,能以最大的能量计数值被探测器收集;能量扫描是该光谱仪用户使用的核心部分,是在各个维度最佳位置的基础上建立坐标系,利用弯晶的衍射原理和罗兰圆的原理,将物质的衍射能量与平台的空间坐标相对应,确定不同能量的荧光在空间的位置,并通过电机和探测器的位移,得到完整的物质荧光光谱;为了实现多维数据的分析和使用,在能量扫描的基础上添加了 RIXS 扫描功能。RIXS 扫描多次改变入射光的能量,在不同入射光能量的条件下,分别进行能量扫描,最终得到在不同入射光能量的条件下,样品产生的荧光光谱。

第二部分是所有轴微动平台控制器以及进口 SDD 探测器基于 EPICS 软件平台的驱动代码,由于 SDD 探测器是 Bruker 公司提供的探测器,其给出的驱动代码不适用本系统,功能也有欠缺且不对国内单位开源,因此需要重新研究编写基于 EPICS 的驱动代码。

3.4 探测扫描软件设计

零位扫描作为整套光谱仪中最基本的扫描模式,其主要功能是确定各个电机采集图谱的最佳位置,为此后的扫描确定零点。主要包括 motor、parameters 和 scan。motor 一栏是用于用户选择扫描使用的电机,在 motor 中设置了 more 按键,该按键是用于打开用户所选电机的详细配置界面,方便用户在扫描之前对电机做各种初始化设置;Parameter 一栏用于配置扫描过程中的各个参数,其中包括扫描的起始位置、终止位置、扫描采集数据点数、扫描延时及探测器的积分时间等;Scan 一栏用于显示整个扫描的电机、探测器、扫描点数及当前的扫描进度等参数,方便用户检查及追踪扫描进度。

在各轴电机零点位置搜索与确定的过程中,采用了改进的螺旋扫描算法和中心积分算法相结合的算法来获取比以往技术更高精度和准确度的零点位置以及每个峰值位置,以确保后期光谱测量的准确性。由于初始状态并不知道电机位置距离标准零位的情况,因此首先采用改进的螺旋扫描算法进行快速粗扫,以便能够快速进入能量较大的区域,然后在该区域内进行中心积分算法的精扫,从而快速准确地获得零位,且不受外界和扫

描抖动的干扰。图 5 显示了改进的螺旋扫描算法的基本原理,通过理论推导和实验验证,证明电机初始位于任何一个象限,都可以顺时针或者逆时针快速进入设定的能量范围区域,并根据系统实验,确定本应用中的初始步长和递进值。

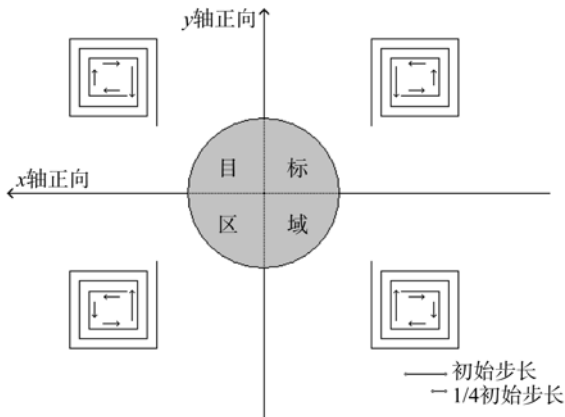


图 5 改进螺旋扫描进程

Fig. 5 Progress figure of improved spiral scanning

当系统进入设定的能量范围后,开始启动中心积分扫描算法,快速实现最佳位置点的定位。能量扫描分布如图 6 所示。

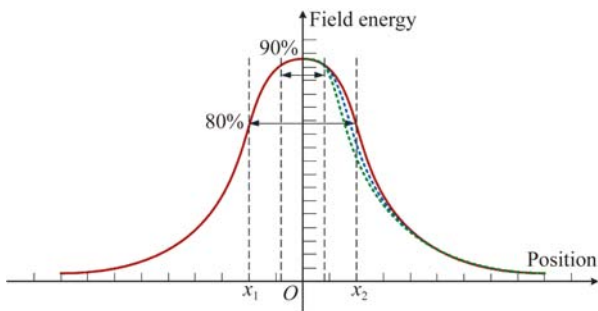


图 6 能量扫描分布图

Fig. 6 Distribution figure of energy scanning

中心积分扫描法分两步完成,第一步是粗走扫描大致确定输出曲线的形状和峰值点的位置。通过粗扫,可以发现虽然理论上能量值是一个对称的高斯分布图,此时算法以峰值点大致位置为中心,在其两边以峰值能量 80% 对应的位置,确定积分区间 $[x_1, x_2]$ 。但是有时由于光学设备和偏振特性等问题使得整个场能量并非完全对称的高斯分布,这时就不能用 80% 的能量所对应的位置坐标来进行计算,实际实验中发现,即便不是完

全对称的高斯分布,但其在 90% 能量值以上仍呈现出优秀的对称性,因此需要将中心积分范围缩短到 90% 能量所对应的位置坐标处来进行中心积分运算。其中方向判断和连续扫描均采用了连续 5 次耦合损耗增大为准,为了减少系统运行时间,通常选取 20 个最小步长作为扫描步长;第二步是在积分区间上用最小步长做精走扫描,并完成对输出功率的数值坐标积分,坐标积分得到的面积代表了扫描过程中输出功率的累积值,该面积的积分中心线位置反映了经过平均处理后得到的、可获得最大耦合效率的坐标位置,最终可以得到理论精确度高达电机物理最小步长三分之一的峰值位置,为精确获得初始点和峰值点提供了有力地算法保障。

能量扫描的主要过程和方法与零位扫描方法近似,相较于零位扫描,能量扫描多了一个实时计算电机平台位置的步骤。该功能是在当前各项扫描参数下,根据出射荧光的能量参数和样品的坐标位置,确定样品荧光入射晶体的布拉格角,从而计算晶体的空间位置坐标及荧光聚焦的位置坐标,并完成晶体和探测器的空间位置移动,其算法和零位扫描相似。

共振非弹性 X 射线散射 (Resonant Inelastic X-ray Scattering, RIXS) 扫描与能量扫描的最大区别是,能量扫描是在单一入射光能量下采集物质的荧光光谱,而 RIXS 扫描需要多次改变入射光的能量,在不同入射光能量的条件下,再分别运行能量扫描功能,最终得到在不同入射光能量的条件下,样品产生的荧光光谱,图 7 为 RIXS 扫描的程序流程图。相较于前两种扫描,RIXS 扫描不再是简单的一维扫描,而是由两个扫描嵌套而成的二维扫描。其中,外扫描是用于控制单色器,改变入射样品的 X 射线能量;内扫描仍然为能量扫描,采集单一能量入射光条件下激发出的样品荧光光谱。

使用 RIXS 扫描时,首先需要针对不同维度的扫描,分别配置其扫描参数,配置完成后便可以开始扫描。整个扫描过程主要是在软件的控制下,根据操作员的设置,在每改变一次入射光能量后,对样品完成一次完整的能量扫描。最后得到多个能量扫描的数据供实验分析。

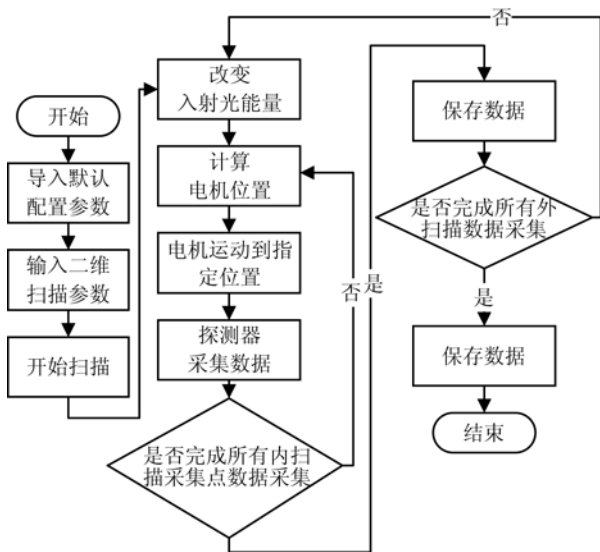


图 7 RIXS 扫描分布图

Fig. 7 Distribution figure of RIXS scanning

实现 RIXS 扫描不仅需要调节系统中不同电机的位置,而且需要控制单色器设备改变入射光能量。在开发过程中,充分利用了 EPICS 软件分布式控制系统的特点,将所有设备通过控制网络连接。在控制单色器时只需要知道单色器的控制接口,便可通过局域网调用现有的控制程序,实现对设备的控制,而不需要再单独开发设备驱动。

4 测量实验与结果

4.1 测量实验

光谱仪控制软件主体完成后,对系统进行试采样,检验系统软硬件配合情况,查看系统各项功能能否正常使用。整个系统在图 8 所示的屋棚现场中运行。实验阶段采用钴元素制作测试样品,完成对光谱仪系统功能的测试。实验前首先通过软件对光谱仪各个运动机构进行校准,完成后即可通过光谱仪控制程序,对测试样品进行探测。



图 8 光学屋棚现场

Fig. 8 Field of X-ray optical radiation shed

4.2 零位扫描

编制的系统软件如图 9 所示。实验过程中设置采集能量区间为 7 640~7 660 eV,在能量区间范围内,一共采集 21 个数据点,采集步进量为 0.4 eV,探测器积分时间为 1 s,采集完成后获得如表 1 的数据和如图 10 所示的零位扫描图。



图 9 系统界面

Fig. 9 System interface

表 1 零位扫描结果

Tab. 1 Results of zero position scanning

序号	位置	能量
0	-200.167	5
1	-170.159	8
2	-140.151	3
3	-110.143	8
4	-80.135	2
5	-50.127	6
6	-20.119	4
7	9.889	3
8	39.897	18
9	69.905	13
10	99.913	82
11	129.921	153
12	159.929	5
13	189.937	8
14	219.945	2
15	249.953	8
16	279.961	7
17	309.969	4
18	339.977	8
19	369.985	2
20	399.993	2
21	399.993	2

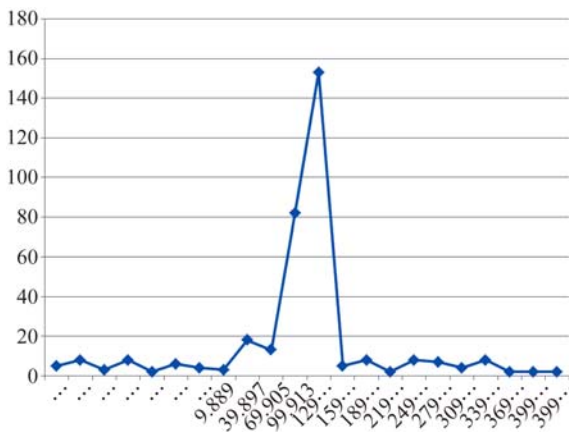


图 10 零位扫描

Fig. 10 Result of zero position scanning

4.3 能量扫描

在使用零位扫描确定各个平台的最佳位置,并将参与扫描的电机调整到最佳位置后,便可以开始能量扫描。

本次能量扫描采用钴元素作为测试样品,采集样品的 X 射线发射谱。根据钴的元素特性,在能量扫描中,所选的能量扫描区间为 7 640 ~ 7 660 eV,所以在零位扫描中确定的探测器计数最大的电机位置,应该设置为能量扫描中 7 650 eV 对应的坐标位置。本次能量扫描一共采集 51 个数据点,设置罗兰圆半径 R 为 1 000 000 μm ,晶体间距 d 为 0.816 6 \AA ,设置完成后,便可开始扫描。扫描结果截图如图 11 所示。

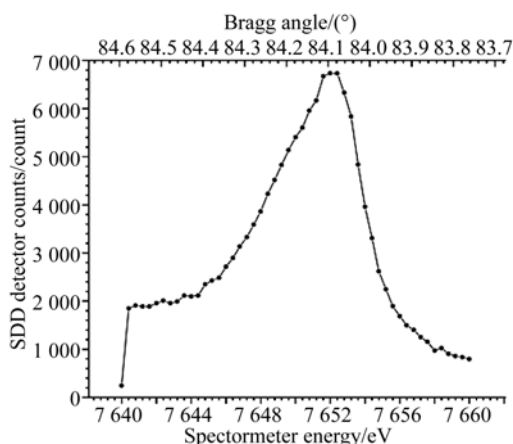


图 11 能量扫描结果

Fig. 11 Result of energy scanning

4.4 RIXS 扫描

RIXS 扫描本质是在不同入射光条件下进行

多次能量扫描,因此在实验过程中需要采集大量数据,实验时间较长,在测试期间由于机时的限制,因此 RIXS 扫描并未在线实测,而采用离线测试代替。在完成能量扫描测试之后,离线测试主要检测系统软件逻辑及系统运行情况,保证软件可以控制单色器后,完成能量扫描。经过离线检测,RIXS 扫描功能完整,可以完成单色器驱动及控制,结果如图 12 所示。



图 12 RIXS 扫描结果

Fig. 12 Result of RIXS scanning

5 结 论

本文的三晶体多轴同步辐射 X 射线荧光光谱仪采用一台双晶体(Si111 和 Si311)单色器做辐射源,提供实验所需的 X 射线,照射并激发样品产生荧光。利用 3 个曲率半径为 1 000 mm 的凹面晶体、电动平台和探测器组成光谱仪主体。可实现同一位置不同角度的能量反射,进而实现更高的探测灵敏度和分辨率,且将晶体分别安装在具有很好重复性和回复性的,单步长为 25 nm 的 4 轴微动电动平台上组成晶体阵列,3 块弯晶平台安装在一个高精度垂直移动平台上,通过系统控制电动平台的驱动器,高精度地实现对每块晶体空间位置的运动控制和 3 块晶体的同动。使用 SDD 实现对样品荧光信号的探测,探测器同样安装在高精度高速电动平台上,其包括 1 个直线位移平台和 1 个角度微动平台,由平台承载探测器在采集范围移动捕捉荧光信号,实现系统的三维扫描。系统通过两种算法,并在 EPICS 系统中直接编程,从而实现更高效、实时性更好地系统控制。实验采用钴元素作为测试样品,结果分析显示单次测量时间小于 1.5 s,测试精度达到 0.4 eV,分辨率为 0.1 eV。光谱仪可以实现对样品荧光的三维

采集和分析,操作时间、精度、分辨率和重复性等性能指标都优于现有的国内、外设备,实验数据表

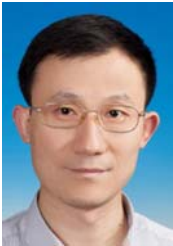
明仪器已达到设计要求,并已被用于上海光源 XAFS 线站的各项科学研究实验中。

参考文献:

- [1] 胡波,武晓梅,余韬,等. X 射线荧光光谱仪的发展及应用[J]. 核电子学与探测技术, 2015, 35(7): 695-702, 706.
HU B, WU X M, YU T, *et al.*. The development and application of X-ray fluorescence spectrometer [J]. *Nuclear Electronics & Detection Technology*, 2015, 35(7): 695-702, 706. (in Chinese)
- [2] 巩岩,尼启良,陈波,等. 掠出射 X 射线荧光光谱仪研制[J]. 光学精密工程, 2002, 10(6): 597-601.
GONG Y, NI Q L, CHEN B, *et al.*. Grazing exit X-ray fluorescence spectrometer [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2002, 10(6): 597-601. (in Chinese)
- [3] 罗立强,詹秀春,李国会. X 射线荧光光谱仪[M]. 北京: 化学工业出版社, 2008.
LUO L Q, ZHAN X CH, LI G H. *X-Ray Fluorescence Spectrometer* [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2008. (in Chinese)
- [4] 杨红霞,李岑,杜玉枝,等. 同步辐射 X 射线荧光法分析藏药材和藏药制剂中金属元素[J]. 光谱学与光谱分析, 2015, 35(6): 1730-1734.
YANG H X, LI C, DU Y ZH, *et al.*. Metallic elemental analysis of Tibetan herbal medicines and Tibetan medicine preparations by synchrotron radiation X-ray fluorescence [J]. *Spectroscopy and Spectral Analysis*, 2015, 35(6): 1730-1734. (in Chinese)
- [5] 李小莉,安树清,徐铁民,等. 超细粉末压片制样 X 射线荧光光谱测定碳酸岩样品中多种元素及 CO₂ [J]. 光谱学与光谱分析, 2015, 35(6): 1741-1745.
LI X L, AN SH Q, XU T M, *et al.*. Ultra-fine pressed powder pellet sample preparation XRF determination of multi-elements and carbon dioxide in carbonate [J]. *Spectroscopy and Spectral Analysis*, 2015, 35(6): 1741-1745. (in Chinese)
- [6] 冼鼎昌. 同步辐射的现状和发展[J]. 中国科学基金, 2005, 19(6): 321-325.
XIAN D CH. Present status and development of synchrotron radiation [J]. *Bulletin of National Natural Science Foundation of China*, 2005, 19(6): 321-325. (in Chinese)
- [7] MARTÍNEZ-CRIADO G, TUCOULOU R, CL-OETENS P, *et al.*. Status of the hard X-ray microprobe beamline ID22 of the European synchrotron radiation facility [J]. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2012, 19(1): 10-18.
- [8] 刘正坤,刘颖,邱克强,等. 软 X 射线双频光栅设计及制作[J]. 光学精密工程, 2013, 21(7): 1780-1785.
LIU ZH K, LIU Y, QIU K Q, *et al.*. Design and fabrication of soft X-ray double frequency grating [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2013, 21(7): 1780-1785. (in Chinese)
- [9] 朱京涛,岳帅鹏,涂昱淳,等. 氮气反应溅射制备软 X 射线 Co/Ti 多层膜[J]. 光学精密工程, 2015, 23(1): 10-14.
ZHU J T, YUE SH P, TU Y CH, *et al.*. Preparation of Co/Ti multilayer in soft X-ray region by nitrogen reactive sputtering [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2015, 23(1): 10-14. (in Chinese)
- [10] 张健,栗孟娟,阴刚华,等. 用于太空望远镜的大口径薄膜菲涅尔衍射元件[J]. 光学精密工程, 2016, 24(6): 1289-1296.
ZHANG J, LI M J, YIN G H, *et al.*. Large-diameter membrane Fresnel diffraction elements for space telescope [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2016, 24(6): 1289-1296. (in Chinese)
- [11] 章连香,符斌. X 射线荧光光谱分析技术的发展[J]. 中国无机分析化学, 2013, 3(3): 1-7.
ZHANG L X, FU B. Advances in X-ray fluorescence spectrometry [J]. *Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*, 2013, 3(3): 1-7. (in Chinese)
- [12] 杨明太. X 射线荧光光谱仪的现状[J]. 核电子学与探测技术, 2006, 26(6): 1025-1029.
YANG M T. The present status of X-ray fluorescence spectrometry [J]. *Nuclear Electronics & Detection Technology*, 2006, 26(6): 1025-1029. (in Chinese)
- [13] 王峰,徐朝银,潘国强,等. 同步辐射 X 射线双晶单色仪能量扫描[J]. 光学精密工程, 2001, 9(4): 401-404.
WANG F, XU CH Y, PAN G Q, *et al.*. Energy scanning of the double crystal monochromator at X-ray beamlines [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2001, 9(4): 401-404. (in Chinese)
- [14] KLEIMENOV E, BERGAMASCHI A, VAN BOKHOVEN J, *et al.*. High-resolution hard-X-ray fluorescence spectrometer [J]. *Journal of Physics: Con-*

- ference Series*, 2009, 190(1): 012035.
- [15] KLEYMENOV E, VAN BOKHOVEN J A, DAVID C, *et al.*. Five-element Johann-type X-ray emission spectrometer with a single-photon-counting pixel detector [J]. *Review of Scientific Instruments*, 2011, 82(6): 065107.
- [16] SOKARAS D, WENG T C, NORDLUND D, *et al.*. A seven-crystal Johann-type hard X-ray spectrometer at the Stanford Synchrotron Radiation Lightsource [J]. *Review of Scientific Instruments*, 2013, 84(5): 053102.
- [17] BERGMANNU, CRAMER S P. High-resolution large-acceptance analyzer for X-ray fluorescence and Raman spectroscopy [J]. *Proceedings of SPIE*, 1998, 3448: 198-209.
- [18] 熊先才. 双通道椭圆弯晶谱仪的基础理论与实验研究[D]. 重庆: 重庆大学, 2004.
XIONG X C. *Research on Fundamental Theories and Experiments of Double-channel Elliptically-curved Crystal Spectrograph* [D]. Chongqing: Chongqing University, 2004. (in Chinese)
- [19] REHAKP, WALTON J, GATTI E, *et al.*. Progress in semiconductor drift detectors [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 1986, 248 (2-3): 367-378.

作者简介:



隋国荣(1974—),男,陕西宝鸡人,博士,副教授,2008年于上海理工大学获得博士学位,主要从事机器视觉及光学成像方面的研究。E-mail:suigr@usst.edu.cn



朱泽玮(1992—),男,甘肃酒泉人,硕士研究生,2014年于上海理工大学获得学士学位,主要从事光电检测的研究。Email:zhuzwusst@gmail.com

(本栏目编辑:曹 金)