

文章编号 1004-924X(2010)09-1930-06

大曲率弧矢弯曲复合晶体的研制

李中亮, 康 乐, 赵飞云, 程显超, 徐朝银

(中国科学技术大学 国家同步辐射实验室, 安徽 合肥 230029)

摘要: 为提升国家同步辐射实验室 X 射线吸收精细结构(NSRL-XAFS)的光束线性能, 提出将现有双平面晶单色器改造成弧矢聚焦双晶单色器的思想。采取将晶体与钛合金复合的工艺, 实现了晶体的大曲率弹性弯曲, 并将其用作弧矢聚焦晶体单色器中第二晶体的成像元件。鉴于 NSRL-XAFS 实验的光学要求, 设计制作了复合晶体试验模型, 通过有限元分析计算和长程面形仪实际测量得到了不同弯曲半径下晶体的面形精度, 并用激光模拟其聚焦性能。结果表明, 在缩放比为 1/3 时, 样品上的成像束斑水平尺度(FWHM)由 43 mm(无聚焦)缩小到 3 mm, 光子密度提高了近一个量级。这些结果满足 NSRL 在现有光源条件下提升 XAFS 数据采集质量的要求。

关键词: 复合晶体; 弧矢聚焦; 面型误差; 弯曲; 衍射

中图分类号: O733. 2; TL544 **文献标识码:** A **doi:** 10. 3788/OPE. 20101809. 1930

Development of assembly sagittal focusing crystals with large curvatures

LI Zhong-liang, KANG Le, ZHAO Fei-yun, CHENG Xian-chao, XU Chao-yin

(National Synchrotron Radiation Laboratory, University of
Science and Technology of China, Hefei 230029, China)

Abstract: To improve the performance of beamline for X-ray Absorption Fine Structure (XAFS) in National Synchrotron Radiation Laboratory (NSRL), an idea to reform the current double-crystal monochromator into a sagittal focusing crystal monochromator was proposed. An assembly crystal which cements the silicon strips with the tops of titanium stiffening ribs was developed to used as an imaging element of the second crystal of the sagittal focusing monochromator and to minimize the anti-clastic curvature and lower the breaking risk of sagittal bent crystal. Based on the parameters of the NSRL-XAFS beamline, a model of assembly crystal was designed and its focusing properties were e-valuated by finite element analysis and were measured with a long-trace-profiler. The results indicate that the Full Wave at Half Maximum(FWHM) of beam spot on the sample is decreased to 3 mm from 43 mm(without focusing) in horizon, and the photon density on the sample is increased by one order of magnitude. The results meet the requirements of data quality in current available light sources.

Key words: assembly crystal; sagittal focusing; slope error; bending; diffraction

收稿日期:2010-01-07;修订日期:2010-03-01.

基金项目:国家自然科学基金资助项目(No. 10575098)

1 引言

为提升 NSRL-XAFS 光束线的应用空间,可将现有的双平面晶单色器改造为弧矢聚焦双晶单色器,在保持原有性能的基础上,扩大水平光学接收窗口,弧矢聚焦 X 射线束斑,提高照射在样品上的光子密度。但是这样做受到 NSRL 光源空间及弧矢聚焦最佳缩放比 1:3 的限制,即要求能量在 4.1~12.4 keV^[1],所对应的弧矢聚焦单色器第二晶体弯曲半径为 2.53~0.84 m^[2]。如此大曲率的弧矢弯曲,会在与其垂直的子午面上产生大的鞍型变形,而且因过于拉伸压缩会改变晶体的晶格常数,影响衍射性能,甚至导致脆弱晶片的折断。为解决上述问题,本文提出了晶片与钛合金基底复合的方案,以使机械弯曲和光学衍射分别由基底金属和表层晶体承担,经弯曲后的晶体面形呈正多边形柱面,以此实现对衍射后的单色光束聚焦。

2 晶体复合方案

在能量较高的第三代同步辐射光源上,晶体的弧矢弯曲半径一般在数米左右,这种小曲率晶体弯曲的主要弊端是与弧矢弯曲垂直的子午面上易产生鞍型变形。但在能量较低的第二代同步辐射光源上,受光源参数及光学传输结构的约束,弧矢聚焦晶体单色器第二晶体的弯曲半径常要求在 1 m 以下,这样大曲率的晶体弯曲,不仅会严重受到鞍型变形的影响,还存在晶格变形和晶体横向折断的危险。图 1 所示曲线是用有限元法分别对 Si(111)薄晶片和在其背面刻有加强肋条的两种模型进行计算得到的弧矢弯曲半径与所承受最大应力之间的关系。对照 NSRL-XAFS 弧矢聚焦双晶单色器光学参数可知,在 12.4 keV 能量时,第二晶体的弯曲半径为 0.84 m,最大应力为 160 MPa,只要在晶体加工中稍有不慎导致局部应力集中,即可使晶体断裂应力达到 200 MPa^[3]。因此,目前常用的几种晶体弧矢弯曲方法不能用于大曲率动态晶体弯曲,必须另辟蹊径。本文建立了新的弯曲理念,提出了衍射晶体与弹性金属材料复合的方案,使弧矢弯曲力学行为和光学衍射物理特性分别由基底金属和表层晶体承担。

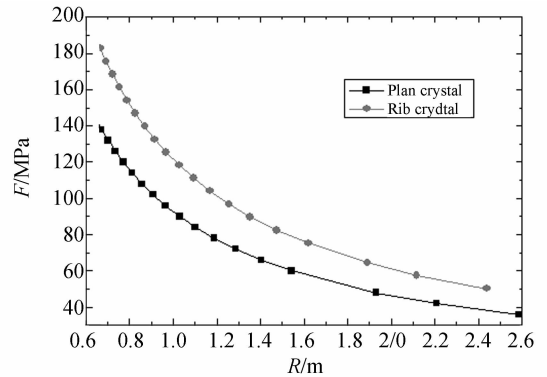


图 1 晶体弧弯曲应力与弯曲半径的关系

Fig. 1 Relation of stress and radius of crystal bending

复合晶体的结构基于先前在整块厚晶体衍射面一侧切等分变形深槽弯曲^[4]的办法,所不同的是在钛合金基底上切了等分变形深槽,晶片附着在变形深槽顶部,粘接后按基底的切槽周期将晶片分割成若干独立的晶条,上层晶体作衍射,下层钛合金基底作弹性弯曲,弯曲后各晶条表面围成正多边形柱面^[3]。图 2 给出了复合晶体的结构,其优点是:弯曲变形分布于钛合金基底的槽间,肋条顶部晶体的晶面结构不受弯曲影响,保持原有的衍射物性。钛合金基底的弹性变形足以产生较大的曲率,在其弹性限度以内弯曲半径与外加力矩之间有着稳定的函数关系,易于通过计算机软件控制,实现能量扫描过程中晶体所对应的动态弯曲。

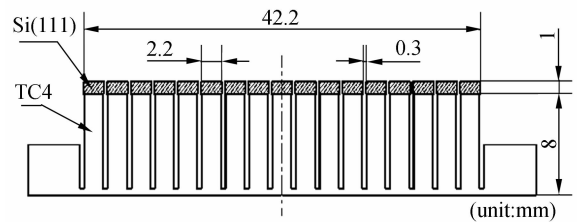


图 2 复合晶体结构

Fig. 2 Schematic of assembly crystal

在弧矢聚焦双晶单色器中,第一块平面晶体对接受的同步辐射光束衍射分光,第二块弧矢弯曲晶体则将分离出的单色光束水平聚焦,成像在样品上^[5]。复合晶体的成像原理不同于均匀圆弧柱面聚焦,而是组成正多边形柱面的各个晶条以不同的弧矢倾角反射光束,形同入射的水平宽光束分成若干窄子束,经每个相应晶条反射后叠加汇聚在样品上,以增加单位面积上的光子数,其光

学结构如图 3 所示。因为一块完整晶片分成了若干独立晶条对同一光束进行组合衍射,其任何晶条的变形和损坏都会引起衍射效率下降和 Darwin 角度的宽化,影响衍射效率和成像效果,为此复合晶体在投入使用之前,必须对其可行性做深入研究。

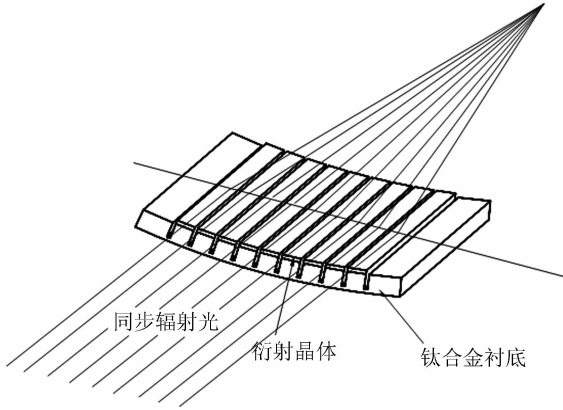


图 3 复合晶体的聚焦原理

Fig. 3 Focusing principle of assembly crystal

3 晶体模型设计与制作

依据合肥光源上 XAFS 的实验要求设计与制作了复合晶体模型,选择 Si(111) 衍射晶体,钛合金 $\alpha+\beta$ 相型 TC4 作基底材料^[3],光源到样品的极限距离为 14 m,光学接收窗口为 0.1 mrad \times 3 mrad,晶体上的最大照射面积为 6.6 mm \times 32 mm,以 1 : 3 最佳缩放比水平聚焦单色光束,在能量为 4.1~12.4 keV 时,由下列公式^[6]计算了所对应的晶体弧矢弯曲半径

$$R_s = \frac{2pq\sin\theta}{(p+q)}, \quad (1)$$

式中 θ 为晶体衍射的布拉格角, p 和 q 分别为光源到晶体和晶体到样品的距离。根据最小弯曲半径和切割工艺所能达到的极限尺度,确定晶条衍射面宽度与变形槽间距占空比约为 7 : 1,即晶面宽度为 2.2 mm,晶条槽间距为 0.3 mm,以此计算出复合晶体弯曲所需要的力矩^[7]

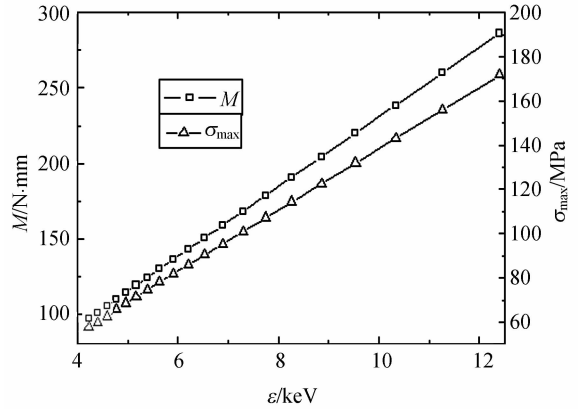
$$M = \frac{EI}{R_s} = \frac{EI(p+q)}{2pq\sin\theta}, \quad (2)$$

及变形槽根部的最大应力

$$\sigma_{\max} = \frac{My_{\max}}{I} = \frac{Ey_{\max}}{\rho}, \quad (3)$$

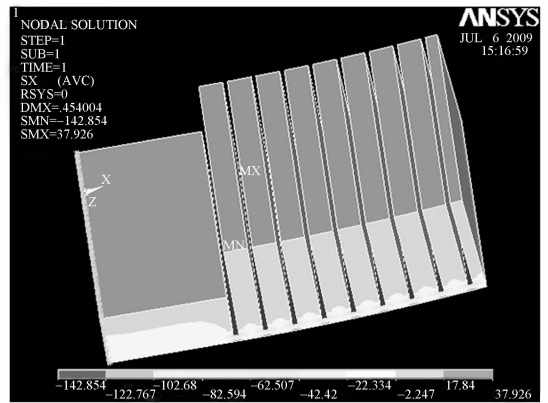
如图 4 中的曲线所示。式中 E 为基底材料的弹

性模量, I 为变形槽根部对中性轴的惯性矩, y_{\max} 为变形槽截面距离中性层最大距离(0.25 mm), ρ 为变形槽弯曲半径。从图 4 看出,复合晶体在高端大曲率弧矢弯曲时所需要的力矩是 280 N \cdot mm,变形槽根部产生的最大应力为 190 MPa,远小于钛合金 TC4 的屈服强度(630 MPa),保持在弹性限度以内,不仅易于实现大曲率弯曲,也能在频繁交变作用下保持弯曲半径与所加力矩的对应关系。



(a) 晶体弯曲力矩与槽间最大应力

(a) Bending torque and max-stress on the slots



(b) 应力分布云图

(b) Stress distribution on the slots

图 4 基底变形槽受力分析

Fig. 4 Mechanical analysis of the base by FEA

$\alpha+\beta$ 型钛合金基底有很好的耐热和可加工性能,基底胚胎的成形加工经铣削、平磨、精研、数控线切割,各工序与对应的热处理工艺交错进行,确保了与晶片相结合的各槽顶面的组合平面度在 2 μ m 以内。Si 晶片沿(111)面方向切割,定向精度为 2'。晶片与基底的物理复合采用特殊的粘

接工艺,在 80 °C 下,靠粘接液体的毛细渗透力,使结合面达 90% 以上,固化后粘接层厚度约为 5 μm 。晶条分割加工是用 0.2 mm 金刚石轮切割,为防止崩边和与基底分离现象,保证各独立晶条的晶面定向与面形精度在允许的范围内,晶体表面采用腊封保护,并在专用数控机床上采取慢切割工艺。最后光学表面经化学刻蚀处理,去除表层晶格损坏层。图 5 为复合晶体模型照片。



图 5 复合晶体模型

Fig. 5 Model of assembly crystal

4 面形精度测量与聚焦性能试验

4.1 晶体衍射表面的面形精度

对晶体衍射表面面形精度的影响主要源于弧矢弯曲时产生的鞍型变形,复合晶体的弯曲行为由钛合金基底完成,因此各晶条的表面面形误差是由基底槽顶鞍型变形引起的,利用厚晶体在衍射面上切等分变形深槽弧矢弯曲时产生的反向鞍型弯曲半径计算公式^[8]:

$$R_a/R_s = -\frac{1}{v} \left[1 + \frac{w}{s} \left(\frac{h}{t} \right)^3 (1-v^2) \right], \quad (4)$$

可计算钛合金基底鞍型变形,评判与它固结的各晶条的面形精度。将图 2 提供的复合晶体的结构参数, $s=2.5$ mm, $w=2.2$ mm, $h=7.5$ mm, $t=0.5$ mm, 钛合金泊松比 $v=0.36$, 代入公式(3), 计算得到的弧矢半径在 $R_s=1$ m 时, 基底肋条顶面沿子午方向的鞍型变形的有限元计算结果如图 6 的黑点线所示。将复合晶体试件夹持在双摇杆行星弯曲机构(专为弧矢聚焦晶体单色器动态扫描研制的压弯机构, 另有文章描述)上, 按照理论计算数据逐步施加力矩使其弯曲, 用光学长程面形仪(LTP)测量晶条表面围成的正多边形柱面体内切圆半径为 1 m 时的晶条表面子午方向的鞍型变形, 记录外加力矩、弯曲半径与鞍型变形之间

的关系如图 6 中灰点线所示。实际测量值显然优于理论计算值, 这是因为有限元计算的基底槽顶与实际测量的晶条之间夹有粘接层, 部分缓解了鞍型变形应力。

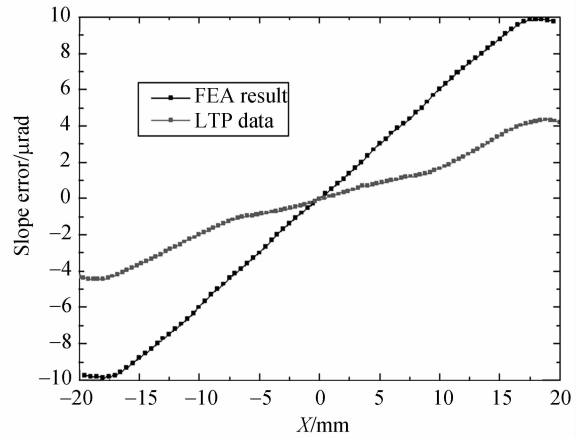


图 6 理论计算与实际测量子午中心线上的面型误差

Fig. 6 Anticlastic slope error calculated by FEA and measured by LTP($R_s=1$ m)

对照 XAFS 实验要求, 光束在晶体上最大子午照射长度为 6.58 mm^[9], 即图 6 所示横座标 $x=\pm 3$ mm, 考虑到光线准直误差取 $x=\pm 5$ mm, 在此范围内无论是理论计算还是实际测量, 其结果均在 ± 3 μrad 以内, 远小于在要求的能量扫描范围内晶体 Si(111) 对 X 射线衍射的 Darwin 宽度。

4.2 晶体聚焦性能试验

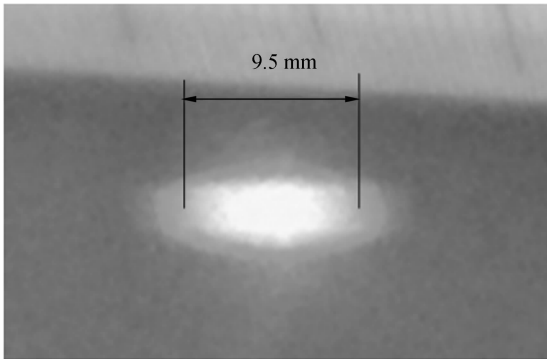
正多边形柱面晶体的聚焦原理等同于将入射的水平发散宽光束分成若干条子光束, 经每个独立晶条以均匀变化的弧矢倾角反射子光束叠加在样品上, 叠加后的束斑宽度可用下列公式计算

$$F_h(\text{FWHM}) = \sqrt{[(1+M)w]^2 + (M\sigma_x)^2}, \quad (4)$$

得到焦点(样品)处束斑水平尺度 $F_h=2.98$ mm, 与理想圆弧柱面和无聚焦功能的平面晶体在焦点处的束斑分别为 0.55 mm 和 40.5 mm 相比, 效果虽不如圆弧柱面, 但相对平面晶体来说光斑缩小了 13 倍。式中 $M=q/p=1/3$, 为弧矢聚焦缩放比; $\sigma_x=1.6505$ mm, 为光源水平尺寸。

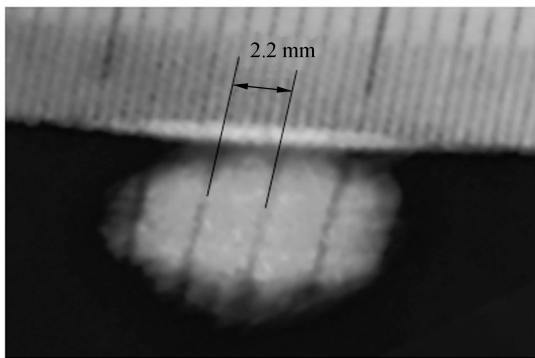
利用激光模拟了复合晶体的聚焦功能。一束激光经过扩束镜后, 由光阑规范成矩形束斑照射安装在能量扫描装置上的两块晶体上, 光束被平面晶体反射, 经第二弧矢弯曲晶体聚焦成像在焦面上。图 7 分别给出了光束入射在第一晶体前的

束斑、刚离开第二弧矢弯曲晶体后的束斑和成像在焦面上的最终束斑。与理论计算结果相比,成像束斑略小,这主要是晶体对模拟激光的接收窗口(10 mm)小于对同步辐射的实际接收窗口所致。转动能量扫描机构,改变晶体的入射角(Bragg 角),测量焦面上束斑的漂移约为 0.26 mm,占束斑尺度的 9%,满足 XAFS 实验要求的漂移不能超过束斑尺寸的 10%^[10]。



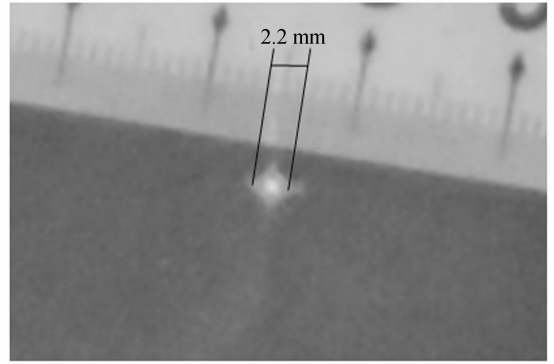
(a) 光束入射晶体前的束斑

(a) Beam spot on crystal before beam enters



(b) 光束刚离开晶体后的束斑

(b) Beam spot on crystal after beam leaves



(c) 焦面上的束斑

(c) Focused spot on the sample

图 7 复合晶体弧矢聚焦模拟试验

Fig. 7 Results of focusing test with laser beam

5 结 论

为提升 NSRL-XAFS 光束线性能,提出将现有的双平面晶单色器改造为弧矢聚焦双晶单色器的思想。采取晶体与钛合金复合工艺,实现了晶体的大曲率弯曲,并将其用作弧矢聚焦晶体单色器中第二晶体的成像元件。在优化光学结构的基础上,模拟实际使用状态,制作了复合晶体模型,从理论计算和试验测量两方面进行分析比较,得到缩放比为 1/3,样品上的成像束斑水平 FWHM 尺度为 2.98 mm;在能量所要求的弧矢弯曲半径范围内面形误差(鞍型变形) $< \pm 3 \mu\text{rad}$;全能量动态扫描时焦面上束斑的漂移为 0.26 mm,占束斑尺度的 9%的实验结果。这一结果表明复合晶体完全可以满足 NSRL-XAFS 实验要求。下步工作将根据研究得到的信息,对晶体模型做必要的修改和优化,使之工程化,用于弧矢聚焦晶体单色器和光束线中,直接对同步辐射光束衍射和成像,并进一步实现衍射效率、衍射角宽、聚焦束斑及位置稳定性等参量的在线测量。

参考文献:

- [1] 凤良杰,董晓浩,康乐,等. 弧矢压弯晶体的力学性能与形位误差分析[J]. 光学精密工程, 2007, 15(3):362-367.

FENG L J, DONG X H, KANG L, *et al.*. Mechanical property of sagittal focusing crystal and

effect of slope error on incidence angle[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2007, 15(3):362-367. (in Chinese)

- [2] 李中亮,康乐,凤良杰,等. 晶体弧矢弯曲鞍型变形抑制技术的研究[J]. 核技术, 2008, 31(10):731-735.

LI Z L, KANG L, FENG L J, *et al.*. Study of minimizing the anticlastic distortion of sagittally bent crystal[J]. *Nuclear Techniques*, 2008, 13

- (10):731-735. (in Chinese)
- [3] KHEIKER D M, SHISHKOV V A, SHILIN YU N, *et al.*. Crystal monochromator with a large curvature of the sagittal bending [J]. *Instruments and Equipment*, 2007, 52(4):767-769.
- [4] BATTERMAN B W, BERM-AN L. Sagittal focusing of synchrotron radiation [J]. *Nucl. Instrum. Methods*, 1983, 208:327-331.
- [5] 付翮, 周仁魁, 周泗忠, 等. 弧矢聚焦双晶单色器聚焦误差分析 [J]. *光学精密工程*, 2001, 9(3):230-233.
FU X, ZHOU R K, ZHOU S Z, *et al.*. Analysis of the focusing error of sagittally focusing double-crystal monochromator [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2001, 9(3):230-233. (in Chinese)
- [6] SPARKS C J, JR & G E Ice. Sagittal focusing of synchrotron X-radiation with curved crystals [J]. *Nucl. Instrum. Methods*, 1982, 194:73-78.
- [7] 刘鸿文. 材料力学 [M]. 高等教育出版社 (第三版上册), 171-174.
LIU H W. *Materials Mechanics* [M]. Third edition, First Volume, 171-174. (in Chinese)
- [8] SPARKS C J, JR & BORIE B S. X-ray monochromator geometry for focusing synchrotron radiation above 10 keV [J]. *Nucl. Instrum. Methods*, 1980, 172:237-242.
- [9] FENG L J, KANG L, LI Z L, *et al.*. Evaluation of two methods to minimize the anticlastic curvature of cylindrical bent cryditals [J]. *J. Synchrotron Rad.* 2008, 15:140-143.
- [10] 汤琦, 马健康, 周泗忠, 等. 弧矢聚焦双晶单色器的设计 [J]. *光学精密工程*, 2002, 10(4):411-415.
TANG Q, MA J K, ZHOU S Z, *et al.*. Design of a sagittally focusing double-crystal monochromator in synchrotron radiation [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2002, 10(4):411-415. (in Chinese)

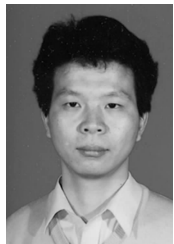
作者简介:



李中亮(1982—),男,山东聊城人,博士研究生,主要研究方向为同步辐射光束线仪器设备的研制。E-mail: zlee@mail.ustc.edu.cn



康乐(1983—),男,河南漯河人,博士研究生,主要研究方向为同步辐射光束线仪器设备的研制。E-mail: kiler@mail.ustc.edu.cn



赵飞云(1969—),男,湖南邵阳人,工程师,工学硕士,主要从事真空技术及设备的研究和研制。E-mail: zhaofy@ustc.edu.cn



程显超(1987—),男,内蒙古呼伦贝尔人,硕士研究生,研究方向为同步辐射光学工程。E-mail: chengxc@mail.ustc.edu.cn

通讯作者:



徐朝银(1946—),男,安徽马鞍山,教授,博士生导师,1970年毕业于哈尔滨工业大学,主要研究方向为同步辐射光学工程。E-mail: xucy@ustc.edu.cn