

## 一种毛细管聚焦的微束X射线衍射仪

姜其立 段泽明 帅麒麟 李融武 潘秋丽 程琳

### A new type of micro-X-ray diffractometer focused by polycapillary optics

Jiang Qi-Li Duan Ze-Ming Shuai Qi-Lin Li Rong-Wu Pan Qiu-Li Cheng Lin

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 68, 240701 (2019) DOI: 10.7498/aps.68.20190497

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.7498/aps.68.20190497>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn>

---

## 您可能感兴趣的其他文章

### Articles you may be interested in

#### 一种聚焦型X射线探测器在轨性能标定方法

A method of calibrating effective area of focusing X-ray detector by using normal spectrum of Crab pulsar

物理学报. 2018, 67(5): 050701 <https://doi.org/10.7498/aps.67.20172352>

#### X射线聚焦望远镜光学设计

Optical design of X-ray focusing telescope

物理学报. 2019, 68(16): 160702 <https://doi.org/10.7498/aps.68.20190709>

#### 多能复合谱电子束与X射线能量沉积剖面的等效性

Equivalence of energy deposition profile in target between electron beam of multi-energy composite spectrum and X-ray

物理学报. 2017, 66(2): 025202 <https://doi.org/10.7498/aps.66.025202>

#### CsI光阴极在10100 keV X射线能区的响应灵敏度计算

Calculation of CsI photocathode spectral response in 10–100 keV X-ray energy region

物理学报. 2018, 67(8): 085203 <https://doi.org/10.7498/aps.67.20180029>

#### 基于三轴X射线衍射方法的n-GaN位错密度的测试条件分析

Analyses of determination conditions of n-GaN dislocation density by triple-axis X-ray diffraction

物理学报. 2017, 66(21): 216102 <https://doi.org/10.7498/aps.66.216102>

# 一种毛细管聚焦的微束 X 射线衍射仪\*

姜其立<sup>1)</sup> 段泽明<sup>1)</sup> 帅麒麟<sup>1)</sup> 李融武<sup>2)</sup> 潘秋丽<sup>1)</sup> 程琳<sup>1)†</sup>

1) (北京师范大学核科学与技术学院, 射线束技术教育部重点实验室, 北京 100875)

2) (北京师范大学物理系, 北京 100875)

(2019 年 4 月 3 日收到; 2019 年 10 月 13 日收到修改稿)

微区 X 射线衍射 (micro-X-ray diffraction) 分析在测量小样品或样品微区结构方面有着独特的优势. 介绍了实验室自行研发的台式毛细管聚焦的微束 X 射线衍射仪 ( $\mu$ -Hawk), 其主要由微焦斑 X 射线管、毛细管 X 光透镜、接收狭缝、SDD X 射线探测器、 $\theta$ - $\theta$  测角仪、三维样品台, 以及在 LabVIEW 语言环境下开发的计算机控制程序等部分组成. 控制程序的主界面具备微区 X 射线衍射分析和微区能量色散 X 射线荧光分析两种分析模式. 为了验证设备的可行性, 分别对一枚人民币五角硬币上“角”字第一划中央处的微区和直径为 140  $\mu\text{m}$  的铜质导线进行微区点分析; 对苹果手机主板焊锡接触点上 1.0 mm  $\times$  0.6 mm 区域内的物相分布进行二维扫描分析, 具体方式为在二维待测区域内逐点自动执行  $\theta$ - $\theta$  角度扫描, 由程序控制的 4 个电机来实现此过程. 分析结果表明,  $\mu$ -Hawk 所具备的微区能量色散 X 射线荧光分析模式, 为物相结构的识别提供了元素种类的参考信息; 与常规的 X 射线衍射仪相比较,  $\mu$ -Hawk 所采集的衍射图整体本底较低, 并且所测得的衍射峰位置基本一致;  $\mu$ -Hawk 能适应小样品或样品微区物相结构的分析和物相分布的二维扫描分析, 在材料科学、地球科学和文物保护等领域有着广泛的应用前景.

**关键词:** 微束 X 射线衍射仪, 毛细管 X 光透镜, 微区 X 射线衍射, 微区能量色散 X 射线荧光**PACS:** 07.85.Jy, 41.50.+h, 61.05.C-, 78.70.En**DOI:** 10.7498/aps.68.20190497

## 1 引言

X 射线衍射 (X-ray diffraction, XRD) 分析被广泛应用在物理化学、材料科学、地球科学以及应力测定领域<sup>[1-5]</sup>. 随着单颗粒矿物、微晶体等相关学科的发展, 针对微小样品或者较大样品的微小区域物相结构的微区 X 射线衍射 (micro-X-ray diffraction,  $\mu$ -XRD) 分析也随之展现出重要的作用<sup>[6-8]</sup>. 然而大多数商业化 X 射线衍射仪由于其 X 射线束斑在 1 mm  $\times$  10 mm 左右, 在对小样品或样品微区进行探测时, 较难达到理想的分析效果. 毛细管 X 光透镜能将入射的 X 射线束会聚成直径为几十或几百微米的焦斑, 同时使得能量在 2—12 keV 范围内的 X 射线在焦斑处的强度提高

2—3 个数量级<sup>[9,10]</sup>. 毛细管 X 光透镜和微焦斑 X 射线管等组成的系统, 为  $\mu$ -XRD 分析提供了合适的方案.

目前德国 Bruker 公司生产的 D8 系列 X 射线衍射仪可以通过附加微焦斑 X 射线源与毛细管 X 光透镜集成的模块实现  $\mu$ -XRD 分析的功能<sup>[11]</sup>; 意大利 LANDIS 实验室在 ASSING 公司生产的商业衍射仪基础上改造了集成毛细管半透镜的微束 X 射线衍射仪<sup>[12,13]</sup>, 其主要用于矿物的  $\mu$ -XRD 点探测, 但由于缺少三维自动控制平台, 探测时的微区定位不是很方便. 为了适应对小样品或样品微区进行  $\mu$ -XRD 分析的需求, 并提高实验的效率, 本实验室自行设计和开发一种台式毛细管聚焦的微束 X 射线衍射仪 ( $\mu$ -Hawk) 以及相应的计算机控制程序, 并且开展了相关分析方法学的研究.

\* 国家自然科学基金 (批准号: 11575026) 资助的课题.

† 通信作者. E-mail: [chenglin@bnu.edu.cn](mailto:chenglin@bnu.edu.cn)

## 2 实验部分

### 2.1 $\mu$ -Hawk 的硬件组成

所设计的台式毛细管聚焦的微束 X 射线衍射仪 ( $\mu$ -Hawk) 主要由微焦斑 X 射线管 (Cu 靶, 德国 RÖNTGEN 公司生产, 焦斑大小  $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$ )、毛细管 X 光透镜、接收狭缝、集成单/多道脉冲分析器的 SDD X 射线探测器 (美国 Amptek 公司生产, 5.9 keV 处能量分辨率为 145 eV, 铍窗有效面积为  $25\ \text{mm}^2$ )、独立转动的  $\theta$ - $\theta$  测角仪、高精度的三维样品台等硬件组成, 其主要结构见图 1. 其中, 微焦斑 X 射线管和毛细管 X 光透镜安装在测角仪一侧, X 光透镜将来自微焦斑 X 射线管的 X 射线会聚成微束 X 射线, 微束 X 射线的中心线与三维样

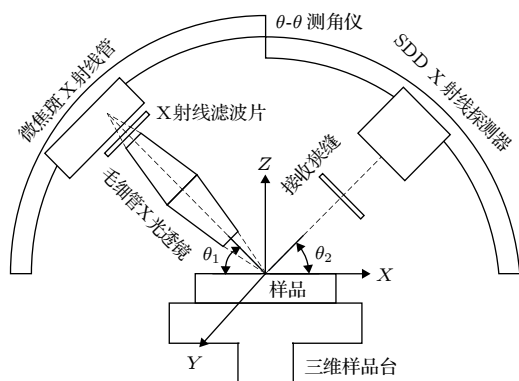


图 1 台式毛细管聚焦的微束 X 射线衍射仪 ( $\mu$ -Hawk) 结构示意图

Fig. 1. Structure of the desktop micro-X-ray diffractometer ( $\mu$ -Hawk) focused by polycapillary optics.

品台表面的夹角为  $\theta_1$ ; X 射线探测器和接收狭缝安装在测角仪另一侧, 探测器铍窗的中心线经过接收狭缝的中心与三维样品台表面的夹角为  $\theta_2$ ; X 射线束中心线、探测器铍窗中心线交汇于测角仪的圆心, 样品的待测点与 X 射线焦斑重合于测角仪的圆心.

由于样品的特性和分析目的的不同, 一般会选择配置不同参数的毛细管 X 光透镜. 实验选取焦斑在  $100\ \mu\text{m}$  左右的会聚透镜, 采用刀口扫描法<sup>[14]</sup>测定透镜在 Cu-K $\alpha$  (8.04 keV) 处焦斑直径为  $115\ \mu\text{m}$ , 后焦距为 27.60 mm.

### 2.2 $\mu$ -Hawk 的控制程序

控制  $\mu$ -Hawk 的程序界面基于 LabVIEW 语言环境开发<sup>[15]</sup>, 如图 2 和图 3 所示, 分别为程序的控制流程图和主界面示意图. 控制程序主要由主界面 (Main.vi)、探测器配置子界面 (Detector setup.vi)、高压电源配置子界面 (HV setup.vi) 以及样品台配置子界面 (Stage setup.vi) 组成.

主界面具有  $\mu$ -XRD 分析和微区能量色散 X 射线荧光分析两种分析模式. 在  $\mu$ -XRD 分析模式下, X 射线探测器中的单道脉冲分析器 (single channel analyzer, SCA) 启动, 主界面上显示采集到的 X 射线衍射图, 衍射图可以自动保存为 asc 格式的文件到预设文件夹; 在微区能量色散 X 射线荧光分析模式下, X 射线探测器中的多道脉冲分析器 (multi-channel analyzer, MCA) 启动, 主界面上显示采集到的 X 射线荧光谱, 荧光谱可以自动保存为 mca 格式的文件到预设文件夹.

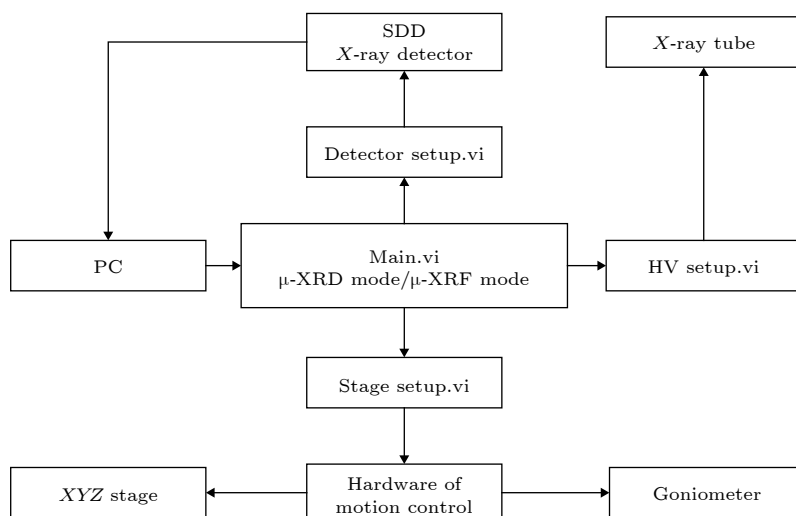


图 2  $\mu$ -Hawk 自动化控制流程图

Fig. 2. Automatic control flow chart of  $\mu$ -Hawk.

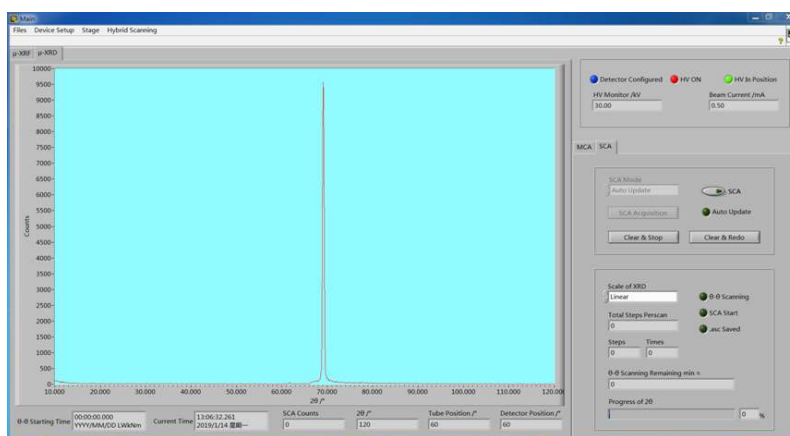


图 3  $\mu$ -Hawk 控制程序的主界面与 Si (4 0 0) 的 X 射线衍射图

Fig. 3. Main interface of controlling program of  $\mu$ -Hawk and the X-ray diffraction pattern of Si (4 0 0).

主界面还可以调取子界面, 相应子界面可完成对设备不同模块的设置和查看, 例如样品台配置子界面 (Stage setup.vi) 包含对三维样品台和测角仪的各种参数设置和信号反馈。

### 2.3 $\mu$ -Hawk 的特征

#### 2.3.1 X 射线的单色化

X 射线衍射分析需要保证照射样品的 X 射线为单色光,  $\mu$ -Hawk 采用在微焦斑 X 射线管铍窗前放置厚度为 17  $\mu\text{m}$  的 Ni 吸收片过滤掉来自 Cu 靶射线管的 Cu-K $\beta$  (8.9 keV), 以此实现 X 射线的单色化. 在 X 射线管电压 40 kV, 电流 0.6 mA, 探测活时间 10 s 的实验条件下, 利用 X 射线散射法, 分别探测在微焦斑 X 射线管铍窗前无 Ni 吸收片和放置 Ni 吸收片两种情况下的能谱<sup>[16]</sup>, 实验结果如图 4 所示. 可以看出, 微焦斑 X 射线管激发出来的 X 射线在穿过 Ni 吸收片之后, Cu-K $\beta$  几乎完全

被吸收.

#### 2.3.2 角度分辨率

衍射峰的半高宽是用来衡量衍射仪角度分辨率的基本参数<sup>[17]</sup>, 为了明确样品和探测器之间距离  $D$  以及接收狭缝宽度  $S$  与衍射峰半高宽之间的关系, 在 X 射线管电压 30 kV, 电流 0.3 mA, 测角仪步距为  $0.03^\circ$  ( $2\theta$ ), 每步探测活时间为 500 ms 等条件下进行实验. 探测器前端切换到 0.1 mm 宽接收狭缝, 在  $D = 30, 35, 40, 60, 65, 70$  mm 时依次探测了 Si (4 0 0) 衍射峰; 实验结果表明,  $D$  为 70 mm 时衍射峰的半高宽最小, 也就是角度分辨率最好, 因此在这个距离条件下, 在  $S$  分别为 0.05, 0.1, 0.2, 0.4 mm 时依次探测 Si (4 0 0) 衍射峰. 对测得的数据用 Origin 软件进行数据处理, 将衍射峰进行高斯拟合, 结果如图 5 所示. 可以看到, 每组数据中衍射峰的强度均随着衍射峰半高宽的减小而降低, 所以应根据实验需求, 从时间成本、预

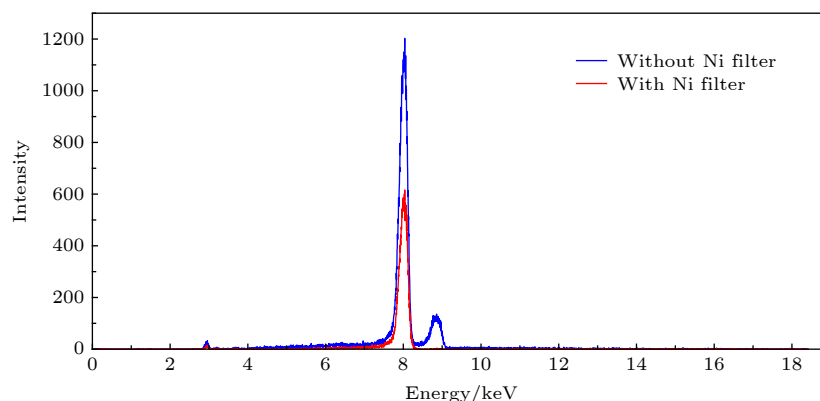


图 4 有 Ni 吸收片和无 Ni 吸收片两种条件下的 X 射线散射谱

Fig. 4. X-ray scattering spectra with and without Ni filter.

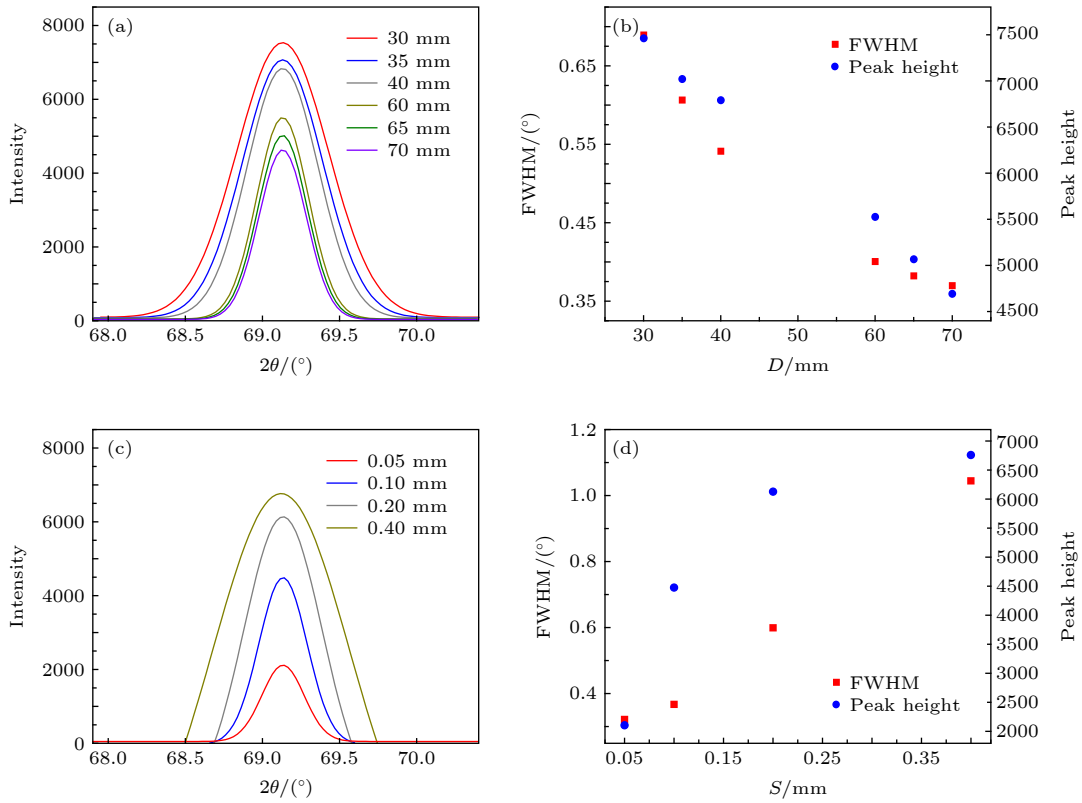


图 5 在接收狭缝宽度为 0.1 mm, 样品和探测器之间不同距离条件下测得 Si (4 0 0) 衍射峰的 (a) 高斯拟合峰和 (b) 数据散点图; 在样品和探测器之间距离为 70 mm, 不同接收狭缝宽度条件下测得 Si (4 0 0) 衍射峰的 (c) 高斯拟合峰和 (d) 数据散点图

Fig. 5. (a) Gaussian fitting peak and (b) data scatter diagram of measured Si (4 0 0) diffraction peak when the receiving slit size is 0.1 mm, and the distances between the sample and the detector are varied; (c) gaussian fitting peak and (d) data scatter diagram of measured Si (4 0 0) diffraction peak when the distance between the sample and the detector is 70 mm, receiving slit sizes are varied.

期分辨率和衍射峰强度等方面考虑, 选取合适的样品和探测器之间的距离  $D$  与接收狭缝宽度  $S$ .

### 2.3.3 测量精度

X 射线衍射分析法鉴定物相的主要依据是衍射图的一套特征量——衍射面的面间距  $d$  和相应衍射线的强度  $I$ . 通常一种物相的  $d$  值不易受与其共存的其他物相的影响, 因此  $d$  值的精确度对物相的识别有着关键的作用 [18].

由布拉格方程:

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

式中,  $n$  为衍射级数,  $\lambda$  为入射 X 射线波长,  $\theta$  为衍射角度.

(1) 式两边微分得

$$\Delta\lambda = 2\Delta d \sin \theta + 2d \cos \theta \Delta\theta. \quad (2)$$

上述 (1) 和 (2) 式相除得到

$$\Delta d/d = \Delta\lambda/\lambda - \cot \theta \Delta\theta. \quad (3)$$

当不考虑波长的变化时, 则有

$$\Delta d/d = -\cot \theta \Delta\theta. \quad (4)$$

采用  $|\Delta d/d|$  表征衍射仪在不同角度位置的测量精度, 衍射仪的固有角度误差会致使各衍射峰的角度与理论值存在一定的差异 [19], 照射样品的 X 射线与样品平面夹角  $\theta$  的测量值便是统计误差的数据来源. 在  $2\theta$  位于  $10^\circ$ — $120^\circ$  范围内选取 3 个相互距离较远的衍射峰用以计算误差值, 所以其  $\theta$  分别取自低角度、中角度、高角度 3 个位置.

在测定  $\mu$ -Hawk 的精度时, 为了满足在低角度、中角度、高角度三种情况下分别存在用来计算误差的衍射峰, 测试采用的标准物质分别为  $\text{SiO}_2$  粉末、Si 片和  $\text{CuO}$  粉末. 测角仪步距为  $0.03^\circ$  ( $2\theta$ ), 每步探测活时间以衍射峰成型为准. 每个样品均测试 10 个点取平均值. 标准物质的参考数据和实验结果如表 1 所列.

由  $\mu$ -Hawk 实测数据所得到的晶面间距  $d$ , 其精确度受照射样品的 X 射线与样品平面夹角  $\theta$  所影响, 在高角度处得到的  $d$  值误差略大.

表 1 测定衍射仪精确度的参考数据与不同角度位置的 $|\Delta d/d|$   
Table 1. Reference data for the determination of diffractometer accuracy and $|\Delta d/d|$  at different angles.

| PDF                              | Reference data    |               |             | Measured data $ \Delta d/d $ |
|----------------------------------|-------------------|---------------|-------------|------------------------------|
|                                  | $2\theta/(\circ)$ | $d/\text{nm}$ | $(h\ k\ l)$ |                              |
| SiO <sub>2</sub> (JCPDS 52-0784) | 18.0510           | 0.4910        | (0 0 3)     | 0.0111                       |
| Si (JCPDS 27-1402)               | 69.1300           | 0.1358        | (4 0 0)     | 0.0003                       |
| CuO (JCPDS 48-1548)              | 113.4850          | 0.0921        | (1 1 5)     | 0.2596                       |

## 2.4 样品的分析

### 2.4.1 人民币五角硬币的分析

为了使 $\mu$ -Hawk 探测的样品微区物相结构便于与常规 X 射线衍射仪的测试结果进行对比, 实验样品选取一枚人民币五角硬币, 待测点如图 6 红框处所示. 在微区能量色散 X 射线荧光分析模式下, X 射线束与样品表面的夹角  $\theta_1$  为  $45^\circ$ , X 射线探测器铍窗的中心线与样品表面的夹角  $\theta_2$  也为  $45^\circ$ . 在 X 射线管电压为 30 kV, 电流为 0.5 mA, 探测活时间为 600 s 的条件下, 测量得到的 X 射线荧光谱如图 7 所示. 除了主要组成元素 Cu 外, 样品还含有 Sn 和 Fe.



图 6 人民币 5 角硬币以及待测点示意图  
Fig. 6. The RMB 5 Jiao coin and the detected point.

对待测点的 X 射线衍射分析分别在 $\mu$ -Hawk 和荷兰帕纳科生产的 X-pert-pro-MPD X 射线粉末衍射仪上进行, 两种衍射仪的实验条件如表 2 所列, 所得到衍射图的对比如图 8 所示.

从图 8 可以看到, 两种衍射仪在相同的探测范围内 ( $10^\circ$ — $90^\circ$ ) 所获得的衍射峰位置是一致的. 利用 X 射线衍射数据分析软件 MDI Jade 分析图 8, 并与标准 PDF 卡片进行比对 [20], 从中识别出一种铜锡合金 (Cu<sub>10</sub>Sn<sub>3</sub>, JCPDS 26-0564) 的衍射峰 1, 金属锡 (Sn, JCPDS 19-1365) 的衍射峰 2 和氧化铜 (CuO, JCPDS 48-1548) 的衍射峰 3—6.

表 2 两种衍射仪的实验条件  
Table 2. Measurement conditions of two diffractometers.

| Item                 | $\mu$ -Hawk          | X-pert-pro-MPD |
|----------------------|----------------------|----------------|
| Anode material       | Cu                   | Cu             |
| XRD monochromator    | Ni filter            | Ni filter      |
| Focal size/mm        | $0.115 \times 0.115$ | $1 \times 10$  |
| HV/kV                | 30                   | 40             |
| Current/mA           | 0.5                  | 40             |
| $2\theta/(\circ)$    | 10—120               | 10—90          |
| Step size/ $(\circ)$ | 0.1                  | 0.03           |
| Step time/s          | 11                   | 20             |

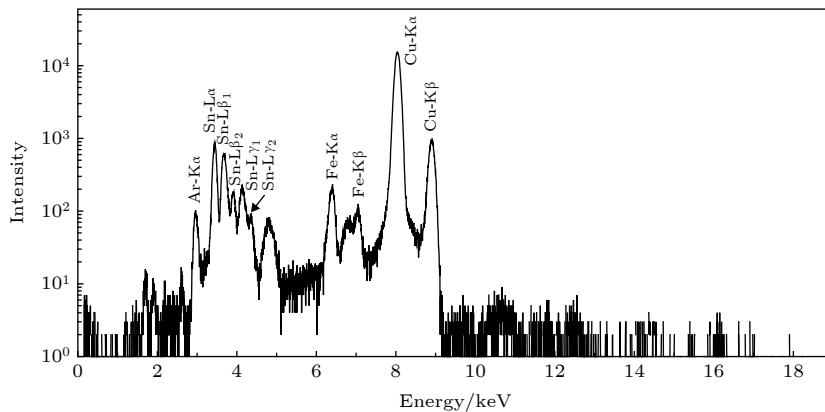


图 7 硬币的微区 X 射线荧光谱  
Fig. 7. Micro-X-ray fluorescence spectrum of the coin.

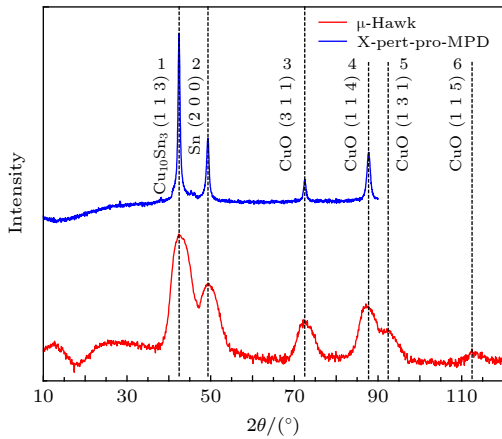


图 8  $\mu$ -Hawk 和 X-pert-pro-MPD 两种衍射仪测量硬币的衍射图

Fig. 8. Diffraction patterns measured by  $\mu$ -Hawk and X-pert-pro-MPD diffractometer of the coin.

### 2.4.2 140 $\mu$ m 铜导线的分析

为了验证 $\mu$ -Hawk对微小样品物相结构的探测能力,实验样品选取一段铜质细导线,直径为140  $\mu$ m,待测点如图9红框处所示.在 $\mu$ -XRD分析模式下,  $2\theta$ 范围为 $30^\circ$ — $120^\circ$ ,每步的探测活时间为5 s,其他实验条件依照表2,测量结果如图10所示.

利用X射线衍射数据分析软件MDI Jade对图10进行分析,与标准PDF卡片比对可识别出金属铜(Cu, JCPDS 04-0836)编号为1—6的衍射峰.

### 2.4.3 苹果手机主板焊锡接触点的分析

为了利用 $\mu$ -Hawk分析物相的二维分布,选取苹果手机主板微电路上的焊锡接触点作为样品,如图11所示,探测区域为红框内1.0 mm  $\times$  0.6 mm的二维区域.在微区能量色散X射线荧光分析模式下(实验条件同硬币实验),测得焊锡接触点的

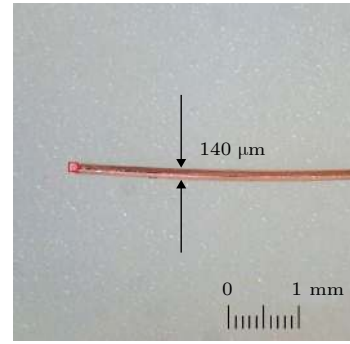


图 9 直径为 140  $\mu$ m 的铜导线以及待测点示意图

Fig. 9. Copper wire with a diameter of 140  $\mu$ m and the detected point.

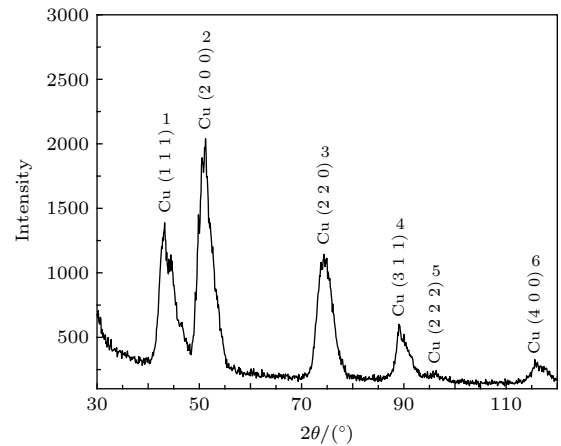


图 10 直径 140  $\mu$ m 铜导线的 X 射线衍射图

Fig. 10. Micro-X-ray diffraction pattern of copper wire with a diameter of 140  $\mu$ m.

X射线荧光光谱如图12所示.根据图12中的实验结果,得出焊锡接触点的组成元素主要为Sn,还有少量的其他痕迹元素.

在 $\mu$ -XRD分析模式下,  $2\theta$ 范围为 $10^\circ$ — $120^\circ$ ,每步的探测活时间为2 s,其他实验条件依照表2,得到的结果如图13所示.

图13中除了所呈现的弥散峰之外,在 $2\theta$ 为

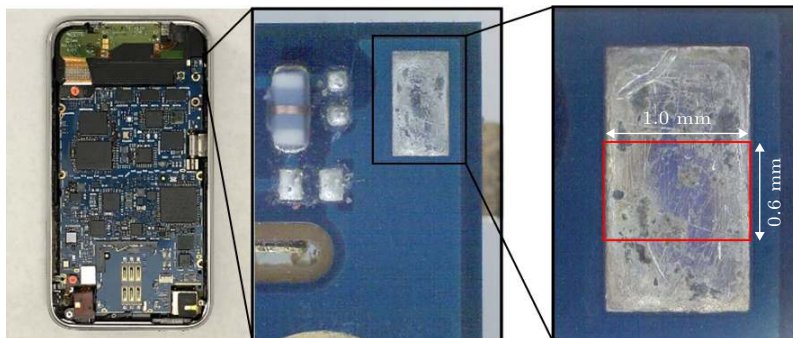


图 11 苹果手机主板上某焊锡接触点以及探测区域示意图

Fig. 11. Picture of one welding joint on the motherboard of an iPhone and the detected area.

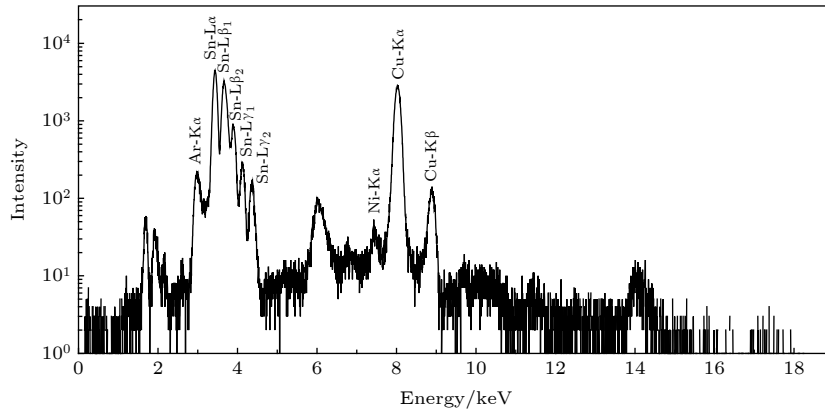


图 12 焊锡接触点的微区 X 射线荧光光谱  
Fig. 12. Micro-X-ray fluorescence spectrum of the welding joint.

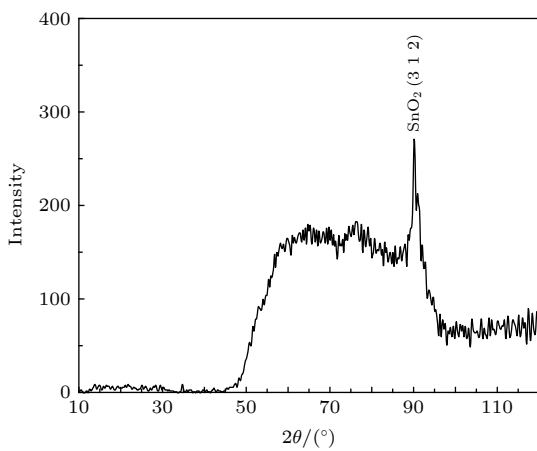


图 13 焊锡接触点的微区 X 射线衍射图  
Fig. 13. Micro-X-ray diffraction pattern of the welding joint.

90°附近存在明显的衍射峰, 利用 X 射线衍射分析软件 MDI Jade, 根据 PDF 卡片将图中的数据和含 Sn 的化合物进行比对, 图中位于 90.108°的衍射峰很好地匹配了 SnO<sub>2</sub> (3 1 2) 晶面的位置 (SnO<sub>2</sub>, JCPDS 41-1445).

在图 11 所示的焊锡接触点示意图红框中的 1.0 mm × 0.6 mm 范围内, 以 0.1 mm 为扫描步长, 将该区域划分为 10 × 6 个点进行 μ-XRD 二维扫描, 每个点 2θ 范围均为 88°—94°, 测角仪步距角为 0.5°, 每步探测活时间为 1 s, 此过程由计算机全自动控制, 在二维区域内每个待测点处逐点执行 θ-θ 角度扫描, 由 4 个电机分别驱动三维样品台的 X, Y 轴和测角仪的 θ<sub>1</sub>, θ<sub>2</sub> 轴来实现上述过程. 扫描得到 60 个衍射图, 利用 MATLAB 软件将其中 SnO<sub>2</sub> (3 1 2) 衍射峰的积分面积进行二维排列, 由此分析焊锡接触点上物相结构的分布情况, 物相

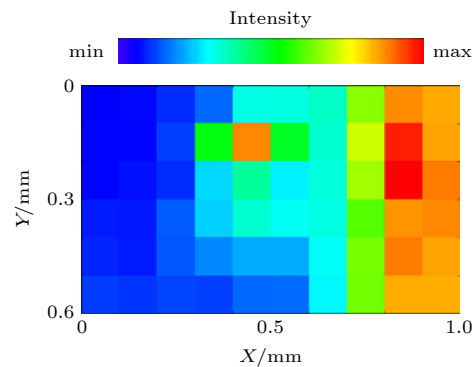


图 14 焊锡接触点中 SnO<sub>2</sub> (3 1 2) 在 1.0 mm × 0.6 mm 区域内的物相分布图  
Fig. 14. Phase mapping in 1.0 mm × 0.6 mm area of SnO<sub>2</sub> (3 1 2) in the welding joint.

分布如图 14 所示.

由图 14 可以看出, 从扫描区域内的左侧到右侧, SnO<sub>2</sub> (3 1 2) 的分布具有明显的变化, 其原因可能与散热情况不同所引起的温度差异有关, 因为右侧相对于左侧更靠近主板的边界, 由此造成扫描区域两端由于温度不同而导致的物相差异.

### 3 结果与讨论

对两种 X 射线衍射仪探测人民币五角硬币的结果 (图 8) 进行对比, 发现两种衍射仪在相同的探测范围内 (10°—90°) 获得的衍射峰位置一致, 说明 μ-Hawk 探测结果的可靠性. 相比于 X-pert-pro-MPD, μ-Hawk 在保证衍射峰成型的同时缩短了探测时间, X 射线管的功率也要小很多, 所采集的衍射图整体本底较低, 并针对待测的样品微区, μ-Hawk 的 X 射线照射区域的直径为 115 μm, 而 X-pert-pro-MPD 照射区域为 1 mm × 10 mm, 已经



包括了样品微区以外的区域, 所以 X-pert-pro-MPD 探测的结果并不能准确反映样品微区所独有的物相结构; 对铜质导线的衍射图 (图 10) 进行研究表明,  $\mu$ -Hawk 有效探测出样品的 6 个衍射峰, 即金属铜在  $30^\circ$ — $120^\circ$  范围内的主要衍射峰均呈现在图中, 实现了对直径  $140\ \mu\text{m}$  铜质导线物相结构的识别; 对苹果手机主板上焊锡接触点的物相分布图 (图 14) 进行研究, 结果显示扫描区域存在  $\text{SnO}_2$ , 表明焊锡接触点中有氧化物包裹锡料的现象, 对于电路密集、长时间工作的微电路而言, 这会直接影响电子产品的电气可靠性能<sup>[21]</sup>, 由此可以看出  $\mu$ -Hawk 能够在相关领域的生产活动中为分析物相的二维分布提供合适的技术方案. 此外,  $\mu$ -Hawk 也展现出微区能量色散 X 射线荧光分析的功能, 可为 X 射线衍射分析模式下物相的识别提供元素种类的参考信息.

研究表明, 毛细管 X 光透镜与由小孔或狭缝组成的 X 射线准直器相比, 虽然会增加衍射峰的半高宽, 但是 X 射线束在焦斑处强度的提高, 能为实验节省数十倍的探测时间, 在相同时间内, 应用毛细管 X 光透镜之后衍射峰成形更快, 可以提高衍射图的峰背比; 此外, 衍射强度的增加对衍射峰位置的准确度是有利的. 在 XRD 分析中  $d$  值的测量结果主要取决于衍射峰的位置, 衍射强度的增加有助于拟合平滑的高斯峰, 从而减小衍射峰位置的不确定性<sup>[22]</sup>. 结合上述讨论, 再对比两种 X 射线衍射仪的测量结果 (图 8) 可以看出, 虽然  $\mu$ -Hawk 所测得的衍射峰半高宽略宽, 但是探测结果包含更多的信息, 使实验更高效、数据更完善. 因此, 在本文所讨论的实验中, 相比于衍射峰的半高宽, 衍射峰的位置和强度对分析的结果更具有决定性.

## 4 结 论

本实验室研发的台式毛细管聚焦的微束 X 射线衍射仪  $\mu$ -Hawk, 将 X 射线衍射技术与毛细管 X 光透镜技术相结合, 在 LabVIEW 编程软件的辅助下, 提供了测量微小样品或样品微小区域的 XRD 分析方案.  $\mu$ -Hawk 可以适应小样品或样品微区物相结构的分析和物相分布的二维扫描分析,

具有实现精确的  $\mu$ -XRD 测量、软件操作便捷、运行能耗低、探测速度快、设备体积小等优势, 在材料科学、地球科学和文物保护等领域有着广泛的应用前景, 弥补了现有 X 射线衍射仪在此方面的不足.

## 参考文献

- [1] Dikmen G, Alver Ö, Parlak C 2018 *Chem. Phys. Lett.* **698** 114
- [2] Thota S, Kashyap S C, Sharma S K, Reddy V R 2016 *Mater. Sci. Eng. B* **206** 69
- [3] Zhou X, Liu D, Bu H, Deng L, Liu H, Yuan P, Du P, Song H 2018 *Solid Earth* **3** 16
- [4] Wang W Q, Ji L, Li H X, Liu X H, Zhou H D, Chen J M 2019 *Chin. Phys. B* **28** 036802
- [5] Biberger J, Füller H J, Klaus M, Genzel C 2017 *Wear* **376–377** 1502
- [6] Dappe V, Uzu G, Schreck E, Wu L, Li X, Dumat C, Moreau M, Hanoune B, Ro C, Sobanska S 2018 *Atmos. Pollut. Res.* **9** 697
- [7] Myoung J H, Lee D R, Sung H I, Jeong A Y, Chang Y S, Kim H J, Sun W J, Young W C, Young T H, Myung J K 2018 *Eur. J. Pharm. Biopharm.* **130** 143
- [8] Shen Y Y, Zhang Y X, Qi T, Qiao Y, Jia Y X, Hei H J, He Z Y, Yu S W 2016 *Chin. Phys. Lett.* **33** 088101
- [9] Hampai D, Dabagov S B, Cappuccio G 2015 *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., Sect. B* **355** 264
- [10] Duan Z M, Liu J, Jiang Q L, Pan Q L, Cheng L 2019 *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B* **442** 13
- [11] Berthold C, Bjeoumikhov A, Brügemann L 2009 *Part. Part. Syst. Charact.* **26** 107
- [12] Romano F P, Pappalardo L, Masini N, Pappalardo G, Rizzo F 2011 *Microchem. J.* **99** 449
- [13] Nakai I, Abe Y 2012 *Appl. Phys. A* **106** 279
- [14] Duan Z M, Liu J, Jiang Q L, Pan Q L, Li R W, Cheng L 2019 *Spectroscopy and Spectral Analysis* **39** 303 (in Chinese) [段泽明, 刘俊, 姜其立, 潘秋雨, 李融武, 程琳 2019 *光谱学与光谱分析* **39** 303]
- [15] Wrobel P, Czyzycki M, Furman L, Kolasinski K, Lankosz M, Mrenca A, Samek L, Wegrzynek D 2012 *Talanta* **93** 186
- [16] Hodoroaba V D, Radtke M, Reinholz U, Riesemeier H, Vincze L, Reuter D 2011 *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B* **269** 1493
- [17] Décobert J, Guillet R, Mocuta C, Carbone G, Guerault H 2013 *J. Cryst. Growth* **370** 154
- [18] Jiang C H 2014 *The Technique and Application of Polycrystalline X-ray Diffraction* (Beijing: Chemical Industry Press) p169 (in Chinese) [江超华 2014 *多晶X射线衍射技术与应用* (北京: 化学工业出版社) 第169页]
- [19] Xu X M, Miao W, Tao K 2014 *Acta Phys. Sin.* **63** 136001 (in Chinese) [徐晓明, 苗伟, 陶琨 2014 *物理学报* **63** 136001]
- [20] Pradell T, Molera J, Salvadó N, Labrador A 2010 *Appl. Phys. A* **99** 407
- [21] Baated A, Hamasaki K, Kim S S, Kim K S, Suganuma K 2011 *J. Electron. Mater.* **40** 2278
- [22] Zhou W, Mahato D N, Macdonald C A 2010 *Thin Solid Films* **518** 5047

# A new type of micro-X-ray diffractometer focused by polycapillary optics\*

Jiang Qi-Li<sup>1)</sup> Duan Ze-Ming<sup>1)</sup> Shuai Qi-Lin<sup>1)</sup> Li Rong-Wu<sup>2)</sup>  
Pan Qiu-Li<sup>1)</sup> Cheng Lin<sup>1)†</sup>

1) (*Key Laboratory of Beam Technology Ministry of Education, College of Nuclear Science and Technology,  
Beijing Normal University, Beijing 100875, China*)

2) (*Department of Physics, Beijing Normal University, Beijing 100875, China*)

( Received 3 April 2019; revised manuscript received 13 October 2019 )

## Abstract

Micro-X-ray diffraction ( $\mu$ -XRD) plays a significant role in measuring the phase structures of small samples or micro areas of larger samples. In this article, we propose a new type of desktop micro-X-ray diffractometer named  $\mu$ -Hawk focused by polycapillary optics. It consists mainly of a microfocus X-ray tube, polycapillary optics, receiving slits, a silicon drift diode (SDD) X-ray detector integrated with single/multi-channel pulse analyzer, independently rotating  $\theta$ - $\theta$  goniometer, high precision XYZ sample stage, computer programs developed by LabVIEW codes, etc. The main interface of the program has micro-X-ray diffraction analysis mode and micro energy dispersive X-ray fluorescence analysis mode. In addition, the monochromatization of X-ray, the angular resolution and the accuracy of the results of  $\mu$ -Hawk are discussed. In order to demonstrate the feasibility of the instrument, the phase of micro area in the middle of the first stroke on the Chinese character “Jiao” from a 5-Jiao coin (Chinese currency) is measured by the  $\mu$ -Hawk, and the phase of a copper wire 140  $\mu\text{m}$  in diameter is also detected by it. After that, the phase of 1.0 mm  $\times$  0.6 mm area on the welding joint of the motherboard from an iPhone is two-dimensionally scanned by  $\mu$ -Hawk. The  $\theta$ - $\theta$  scanning is performed at each detected point inside the two-dimensional area. Four motors drive the X and Y axis of the sample stage as well as the  $\theta_1$  and  $\theta_2$  axis of the goniometer to accomplish the above functions. The results show that the micro energy dispersive X-ray fluorescence analysis mode of  $\mu$ -Hawk can provide elementary reference information for the analysis of phase structure. Compared with conventional X-ray diffractometer, the  $\mu$ -Hawk can detect the same diffraction peaks on the coin with lower background. Furthermore, the accurate diffraction peaks can be measured with a lower power and shorter time. The measured results can better reflect the true phase structure of the micro area. Six diffraction peaks and their phases can be clearly identified from the diffraction pattern of the copper wire. For the welding joint, the phase mapping of  $\text{SnO}_2$  (3 1 2) is acquired through data processing. Therefore, the  $\mu$ -Hawk can adapt to the micro-X-ray diffraction analysis of small samples or micro areas of samples as well as the two-dimensional scanning analysis of phase mapping. The  $\mu$ -Hawk exhibits the unique advantages of accomplishing accurate micro-X-ray diffraction analysis, convenient software, low working power, time saving, and small in size. It indicates a wide application prospect in the fields of materials, geosciences and heritage protection.

**Keywords:** micro-X-ray diffractometer, polycapillary X-ray optics, micro-X-ray diffraction, micro energy dispersive X-ray fluorescence

**PACS:** 07.85.Jy, 41.50.+h, 61.05.C-, 78.70.En

**DOI:** 10.7498/aps.68.20190497

\* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 11575026).

† Corresponding author. E-mail: [chenglin@bnu.edu.cn](mailto:chenglin@bnu.edu.cn)