

KTP(001) 晶体分光性能研究*

赵佳¹⁾ 崔明启^{2)†} 赵屹东²⁾ 周克瑾²⁾ 郑雷²⁾ 朱杰²⁾ 孙立娟²⁾ 陈凯²⁾ 马陈燕²⁾

1)(北京工商大学机械工程学院,北京 100048)

2)(中国科学院高能物理研究所,北京 100049)

(2010年9月1日收到;2010年9月28日收到修改稿)

根据同步辐射光源对软 X 射线分光晶体的性能要求,分析了软 X 射线能区常用分光晶体的性能优劣,指出对于晶格常数值大的分光晶体,KTP(KTiOPO₄)(011)是该能区比较理想的分光晶体.同时提出了一种利用同步辐射光源测量晶体衍射效率的实验方法,指出光源的发散度与晶体的衍射效率密切相关.测量了 KTP(011)晶体的晶格常数,给出了 KTP(011)晶体的实测衍射效率.

关键词: 同步辐射, KTP(011)晶体, 衍射效率, 光源发散度

PACS: 61.05.C-, 07.85.Qe

1. 引言

KTP(KTiOPO₄)晶体作为性能优良的非线性光学晶体,已有广泛的应用^[1],近些年来又将 KTP 晶体作为同步辐射软 X 射线波段新型分光晶体^[2,3].单色器晶体的衍射效率直接影响着光束线的输出效率,一些非常成熟的分光晶体,如 Si, Ge, 金刚石, InSb, 绿柱石等,其衍射效率可以直接通过应用软件或公式计算^[4].对于 KTP 和 YB₆₆等新开发的分光晶体,对其衍射效率、达尔文宽度(Darwin width) ω_D 等光学性能的研究尚未见报道.本文根据同步辐射光源对软 X 射线分光晶体的性能要求,分析了软 X 射线能区常用分光晶体的性能优劣,测量了 KTP(011)晶体的晶格常数,并提出了一种利用同步辐射光源测量晶体衍射效率的实验方法,得到了 KTP(011)晶体的实测衍射效率.

2. 同步辐射软 X 射线分光晶体的性能要求

同步辐射光源的优异性能之一是其强度高且

光谱范围宽,其亮度是常规 X 射线源的 10^3 — 10^6 倍,频谱范围覆盖了从远红外到 X 射线的连续波段.同步光的高强度和宽频谱,对软 X 射线(本文讨论 1.2—6 keV 能区)分光晶体的性能提出了苛刻的要求^[5,6]:从 X 射线衍射性能的角度分析,分光晶体必备的条件是:指定晶面的反射率高,以保证输出通量满足实验要求;摇摆曲线的半高全宽(FWHM)要窄,以保证晶体的内禀分辨率高;晶体的晶格常数要大,以满足软 X 射线分光的要求.在材料性能方面,除强调晶体具备高真空下稳定性好、热稳定性好、机械强度高、抗辐射能力强的特点之外,还要求晶体是大尺寸的完整单晶,并且自身结构和成分对光通量影响小(如不存在元素吸收边).

晶格常数大与稳定性高是一对矛盾,单色光能点越低,晶格常数越大,晶体稳定性就越差.从完整晶体的尺度看,人工生长的晶体除了 Si 或 Ge 以外,很难找到 50mm 以上的大晶体,而天然晶体由于受环境因素、热力学、动力学等的影响,生长过程极为复杂,晶体缺陷较为严重,不易得到准完美晶体.

3. 软 X 射线分光晶体的性能分析

按照分光元件的化学性质和物理结构,可以将

* 国家自然科学基金(批准号:10775150)、北京市属高等学校人才强教计划(批准号:PHR201007122)和北京市教育委员会科技发展计划(批准号:KM200910011010)资助的课题.

† 通讯联系人. E-mail: cuimq@ihep.ac.cn

它们分为^[5,6]无机晶体、有机晶体、插层复合体、LB (Langmuir-Blodgett)膜和多层膜5类. 有机晶体如KAP(001), LiF(200), PET(002)等,通常作为低通量X射线管或低强度光源(如激光等离子体光源)产生的软X射线分光晶体^[7,8],在同步光照射下,仅几分钟就受到损伤. 插层复合体在真空中不稳定. LB膜不具有真空稳定性和热稳定性. 多层膜的周期厚度很难做得很小,能量分辨率低. 所以从材料性能的角度分析,除无机晶体外,其他类型的分光元件均不满足条件,可以排除^[5].

非常有限的无机晶体可以满足上述的多项要求. 在软X射线能区常用的分光晶体有石英(10 $\bar{1}0$), Si(111), Ge(111), InSb(111), 绿柱石(10 $\bar{1}0$), YB₆₆(400)和KTP(011)等.

Si, Ge是软X射线能区首选的理想分光晶体,在二者所提供的单色光能区范围内,没有自身结构的影响. 但Ge(111)的下限约为1.980 keV,恰好低于P元素的K吸收边. 随着对原子序数Z低的元素的广延X射线吸收精细结构谱(EXAFS)研究兴

趣的增长,需要晶格常数大的晶体做单色器,使下限能达到Na元素的K吸收边(在1.0708 keV能点),能够满足这种要求的晶体有绿柱石(10 $\bar{1}0$),云母(002)和 β -Al₂O₃(002).

绿柱石晶体抗辐射能力差,只能用在低能环上,以降低硬X射线成分对它的损伤^[3]. 云母晶体的能量分辨率虽然较好,但输出的光谱通量受材料本身的吸收影响较大,并且存在严重的二次谐波问题^[6]. β -Al₂O₃虽然在美国CHESS(Cornell High Energy Synchrotron Source)光源上经过100 h,平均功率密度28 W/cm²白光的辐照后证明是稳定的^[5],但辐射剂量太小,不足以证明其热稳定性;此外 β -Al₂O₃的能量分辨率比较低,在0.930 keV能点实测值为 $\Delta E = 1.66 \times 10^{-3}$ keV^[9],也不能满足谱学研究的要求.

绿柱石、石英、YB₆₆和KTP晶体所提供的单色光能区范围覆盖了Mg, Al, Si的K边和高Z元素的L, M边. 但石英晶体对热辐射很敏感^[10],且材料本身还富含Si成分,作为分光晶体它的性能不够优越.

表1 软X射线常用的分光晶体及其参数

晶体名称	晶格常数 $2d/\text{\AA}$	能区范围/keV	耐辐照性	分子式
KAP(001)	26.64	0.50—0.93	差	CO ₂ HC ₆ H ₄ CO ₂ K
β -Al ₂ O ₃ (002)	22.53	0.58—1.60	较好	Na ₂ O[Al ₂ O ₃]
云母(002)	19.84	0.67—1.25	差	KAl ₂ [Al ₂ O ₃]
绿柱石(10 $\bar{1}0$)	15.95	0.90—2.00	差	Be ₃ Al ₂ [Si ₆ O ₁₈]
石英(10 $\bar{1}0$)	8.5102	1.50—2.90	差	SiO ₂
YB ₆₆ (400)	11.72	1.20—2.50	好	YB ₆₆
KTP(011)	10.95	1.20—3.40	好	KTiOPO ₄
PET(002)	8.74	1.50—2.80	差	C(CH ₂ OH) ₄
InSb(111)	7.48	1.75—3.00	较好	InSb
Si(111)	6.271	2.10—6.00	好	Si
Ge(111)	6.532	2.00—6.00	好	Ge
LiF(200)	4.027	3.30—6.20	差	LiF

YB₆₆是近些年开发的富硼人造晶体^[11],在日本的UVSOR(Ultraviolet Synchrotron Orbital Radiation)和Spring-8(Super Photon ring-8 GeV)以及英国SRS(Synchrotron Radiation Source),美国SSRL(Stanford Synchrotron Radiation Lightsource)光源的相应的光束线上对其特性都进行了比较细致的研究^[10,12,13]. YB₆₆突出的优点如下:热稳定性好;分辨率比较高,约2000—4000,优于绿柱石和InSb晶体的分辨率;在1—2 keV能区中没有材料本身吸收边的影响,尤

其适于研究硅酸盐材料. YB₆₆的不足之一是(400)面的反射率只有3%,输出通量比较低,这使YB₆₆仅适于体效应的EXAFS研究,而不适合进行表面EXAFS研究;不足之二是存在由YB₆₆(006)在Y元素的L₃, L₂边的反常散射引起的两个异常峰,能点分别在1.3856和1.438 keV. 这两个异常峰在第三代光源上可以通过调节螺旋式波荡器来消除,而在弯铁或扭摆器光源上要加Si或SiC镜进行抑制. 所以YB₆₆更适合做第三代光源的软X射线单色器分

光晶体.

KTP 晶体与 YB_{66} 晶体相比有如下优势:首先是在 1.2—2.145 keV 能区(P 元素的吸收边前)没有自身结构的影响;其次在 1.2—2.1 keV 能区输出通量比 YB_{66} 高 10 倍;第三是热稳定性好,KTP 双晶在没有任何冷却设施的条件下,经历长时间辐照后,摇摆曲线宽度没有改变^[2,14].

综上所述,虽然软 X 射线分光晶体并不算少(见表 1),但能够作高能同步光分光元件的晶体却不多.在晶格常数大的分光晶体中,KTP(011) 晶体应是比较理想的选择.

4. KTP(011) 晶体分光性能的研究

KTP(011) 晶体为山东大学晶体所研制. KTP-2# 样品(10 mm × 10 mm × 1 mm)、KTP-3# 样品(10 mm × 10 mm × 3 mm) 均用金刚石线切割机切割,双面抛光.

4.1. 晶格常数的测定

KTP 样品晶格常数的测定是在北京同步辐射装置(BSRF)的 1W1A 光束线的漫散射实验站上进行的^[15].该光束线可输出能量为 4.933 keV, 8.072 keV, 13.968 keV 的单色光,光斑尺寸 0.5 × 0.3 mm²,在 8.0 keV 能点的光通量和分辨率分别是 10⁸ s⁻¹ 和 4.4 × 10⁻⁴.

实验主要设备是 Huber 五圆衍射仪(图 1),它由 θ 圆(样品角度扫描), 2θ 圆(探测器角度扫描圆), ϕ 圆(样品圆,可在 κ 圆上转动), κ 圆(样品圆,可在 θ 圆上转动), ε 圆(使四圆可在水平和垂直两个状态切换,为同步光的线偏振特性而设置)组成.衍射仪绝对精度 30",可重复精度 2".

实验的基本思想是:将波长为 8.072 keV 的单

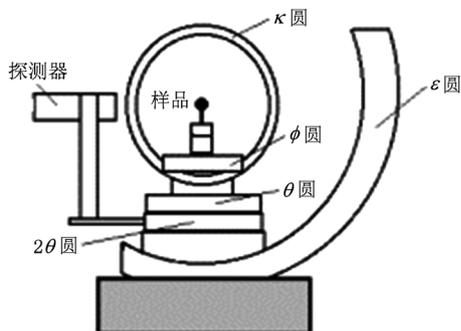


图 1 Huber 五圆衍射仪装置

色 X 射线入射 KTP-2# 样品表面,利用 Huber 五圆衍射仪对样品进行 θ - 2θ 联动扫描,测出样品衍射峰值强度对应的角度,利用布拉格(Bragg)定律计算晶体的晶格常数.衍射信号强度由 NaI 闪烁探测器测量得到.图 2 是 KTP-2# 样品的一次测量拟合结果,对此样品的多次测量数据列于表 2.

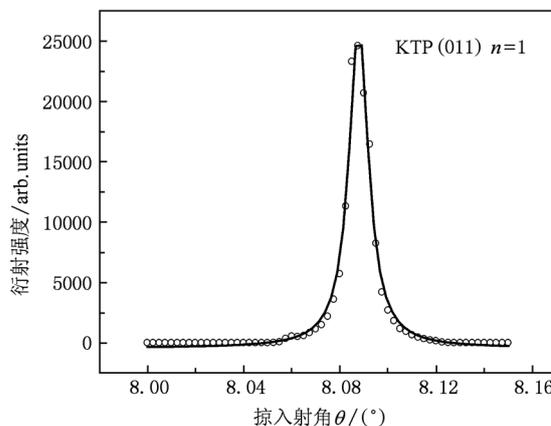


图 2 KTP-2# 样品一级衍射拟合结果

晶体对 X 射线衍射遵循布拉格公式

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

其中 d 为晶面间距,即晶格常数; θ 是掠入射角,即布拉格角; k 为衍射级次. d 值测量不确定度由衍射角 θ 和入射波长 λ 的不确定度传递.由实验站给出的能量分辨率数据,判定波长 λ 的不确定度对结果影响甚微,忽略不计,则 d 值不确定度可表示为

$$u_c(2d) = \frac{|\cos\theta|}{\sin^2\theta} u_c(\theta),$$

$$u_c(\theta) = \sqrt{u_A^2(\theta) + u_B^2(\theta)}. \quad (2)$$

其中 $u_A(\theta)$, $u_B(\theta)$, $u_c(\theta)$ 分别表示衍射角 θ 标准不确定度 A 类分量,标准不确定度 B 类分量和合成标准不确定度. $k = 1$ 时 d 值的测量结果及不确定度估计见表 2.

表 2 KTP(011)-2# 样品晶格常数的测量结果

掠入射角 $\theta / (^\circ)$	晶格常数 $2d / \text{\AA}$	测量结果 $2d \pm u_c(2d) / \text{\AA}$	晶格常数公认值 $2d / \text{\AA}$
8.0850	10.943		
8.0877	10.939	10.940 ± 0.004	10.95
8.0898	10.937		

4.2. 衍射效率的测定

4.2.1. 实验原理

在光源一定的条件下,晶体的衍射效率主要决

定于 ω_0 . ω_D 与入射波长 λ 和晶体的 $[hkl]$ 有关,还与入射角有关. 为简单起见,令(1)式中 $k = 1$ 并改写为

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

(3)式表明:对 d 值确定的晶体衍射面,在衍射角 θ 处,还可反射波长为 $\lambda/2, \lambda/3, \dots$ 的 X 射线, $\lambda/2, \lambda/3, \dots$ 的 X 射线均是基波(波长为 λ) 的高次谐波. 为测定晶体对基波(或某一谐波)的衍射效率,应使晶体处于一级衍射布拉格角位置,单色器晶体出射基波(或某一谐波)的光. 设光源的发散度为零(即入射光束为平行光)时,入射晶体的光强为 I_0 , 衍射光峰值强度为 I , 则晶体对基波或某一谐波峰值衍射效率可表示为

$$\eta = \frac{I}{I_0}. \quad (4)$$

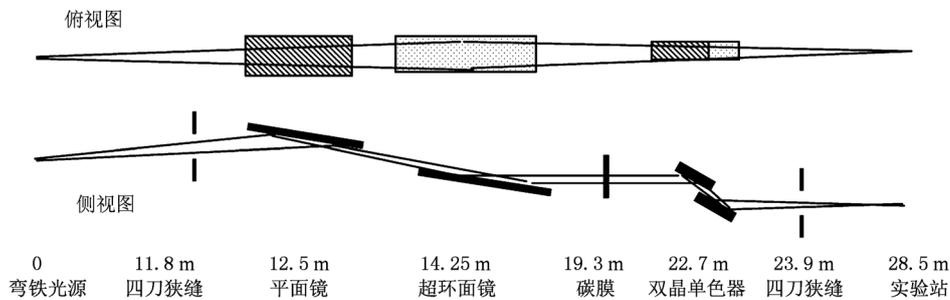


图3 3B3 光束线光路图

实验装置如图 4 所示,圆柱形腔体为测量装置真空室,它与光束线末端相连. 室内真空度优于 3×10^{-4} Pa. 通过调整腔体外部底座平台,可实现真空室整体沿 Z 轴的上下平移. 真空室内样品台、探测器由计算机控制,实现 $\theta-2\theta$ 的扫描转动. 样品台通过滑台实现沿 x 方向的平移运动,以满足样品馈入或退出光路的需要. $100 \mu\text{m}$ 厚

4. 2. 2. 实验装置简介

晶体峰值衍射效率的测量是在 BSRF-3B3 中能 X 射线光束线上进行的. 该束线是一条工作在 1.2—6.0 keV 的单色双聚焦光束线. 图 3 为 3B3 光束线光路原理图. 由弯转磁铁光源发出的同步光经前置平面镜切除 6.0 keV 以上高能成分,超环面镜采用 1:1 聚焦方式将光束汇聚在实验站样品处,单色器前 $2 \mu\text{m}$ 厚碳膜用于滤除低能成分,减少镜面反射光. 双晶单色器(本实验中分光晶体是 Si (111)),在计算机的控制下可以输出连续可调的单色光,能量范围是 2.05—6.0 keV. Si(111) 晶体偶次谐波是消光的,而 3 次以上谐波又被平面反射镜抑制,所以从 Si 双晶单色器出射的光谱中不含高次谐波成分,光谱很纯^[16,17].

Be 膜置于真空室的入光孔上,用于滤除由晶体表面反射和真空管道内的杂散光. 在 Be 膜后 10 cm 处的支架座上固定一宽约 2 mm 的竖直狭缝,用于限制光斑的水平尺寸,保证样品能完全接收到水平方向的入射光. 狭缝上粘有 Ni 网,作为光电发射入射光强监测器,其信号用于入射光强 I_0 的归一修正.

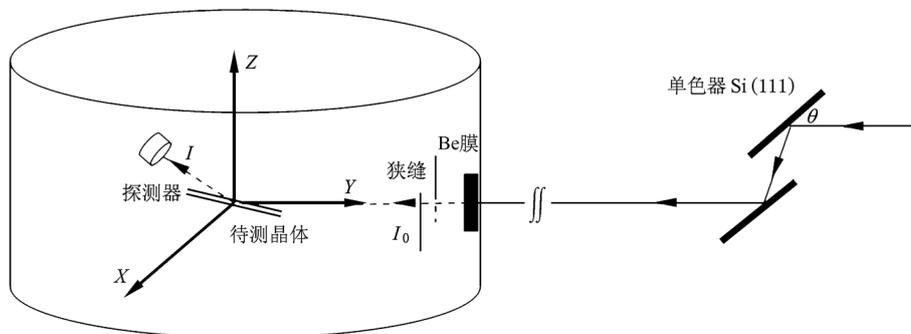


图4 衍射效率测量装置原理图

测量装置有两种工作模式:在特定的 θ 和 2θ 角度下,测量样品反射率随能量的变化曲线(能量扫描模式);样品和探测器分别以 θ 和 2θ 的同步联动角度扫描,得到特定的入射光子能量下样品反射率随角度的变化曲线(角度扫描模式).前者用于实验开始前精确确定布拉格角所对应的单色光能点,后者用于在计算机控制下连续测量不同能点的衍射效率.

4.2.3. 实验方法

1) 样品和探测器零位的确定

如图4所示,样品沿 X 方向水平退出光路,转动探测器,对入射光强进行角度扫描.由于探测器面积 $10\text{ mm} \times 10\text{ mm}$,峰值信号 I_d 会出现一个平台(宽约 2.2°),将探测器零位定在平台的中心,保证在 θ 和 2θ 联动角度扫描过程中,探测器位置有约 1° 的余量,满足 θ - 2θ 角度在机械运动过程中有微小不匹配时,探测器仍能完全接收衍射信号.然后样品馈入光路,转动样品台,对样品进行角度扫描以确定样品零位.探测器信号强度 I_s 最大时,表明样品表面与同步光传播方向平行,将其峰值位置定为样品零位.在此状态下,进一步调整真空室外底座平台,使 I_s 恰为 I_d 的一半,则样品位于光路 Z 轴方向的中心.扫描结果如图5所示.实验站探测器用 Si 光电二极管 (AXUV-100G, IRD Inc., USA),经弱电流计 (6517A, Keithley Instruments Inc., USA) 读出信号.

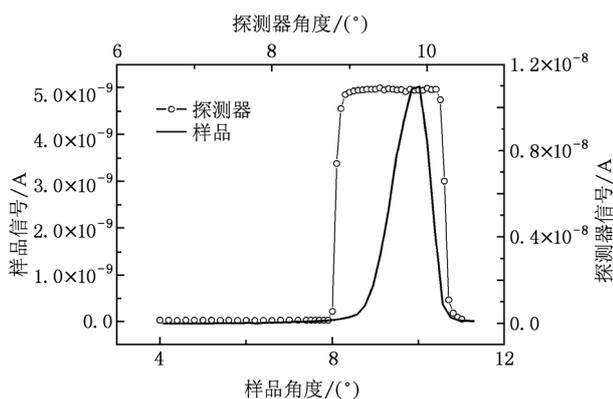


图5 样品和探测器初始零位扫描结果

2) I 和 I_0 的测量

由布拉格定律确定初始能点所对应的掠入射角 θ ,将样品、探测器置于 θ - 2θ 位置,单色器进行能量扫描,探测器记录衍射光强 I .由于样品零位定位的影响,实际峰值能点与计算值会有微小偏差.将

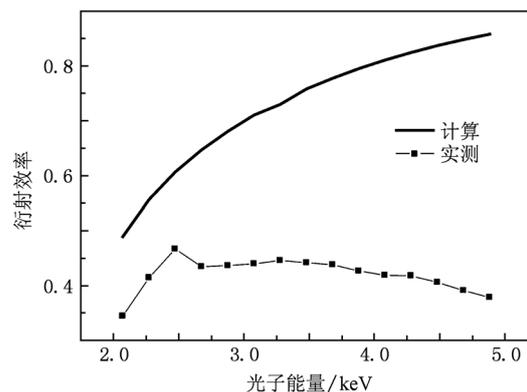


图6 Si(111)晶体的衍射效率(实线为计算结果;点线为实验结果)

单色器能点校准到实际峰值能点,此时单色器、样品、探测器位置相匹配.使用计算机中的控制和取数软件,设置参数值,包括能量扫描的起始值(即峰值能点)、步长、对应每个 θ - 2θ 位置时单色器的扫描范围等,运行程序自动进行光子能量扫描,同时把不同 θ - 2θ 位置时,扫描信号强度、峰值能点及其对应的信号强度写入指定的文件中.样品水平退出光路,探测器回到零位,将前面记录的峰值能点文件名输入测量 I_0 的控制和取数软件并运行,程序会自动指令单色器依次输出对应峰值点能量的单色光,并将测到的 I_0 信号强度写入指定的文件中.

4.2.4. Si(111) 标样基波衍射效率

待测 Si(111) 标样 ($40\text{ mm} \times 20\text{ mm}$) 置于图4中样品台上.如前所述,在 2.05 — 6.0 keV 区间,从 Si 双晶单色器出射的光谱中不含高次谐波成分,所以(3)式中 $n = 1$,即测量的是 Si(111) 标样的基波衍射效率.由于储存环中束流强度随时间衰减, I 和 I_0 也非同时测量,所以用 Ni 网信号强度进行归一修正,(4)式修改为

$$\eta = \frac{I/I_{\text{Ni}}}{I_0/I_{0-\text{Ni}}} \quad (5)$$

式中 $I_{\text{Ni}}, I_{0-\text{Ni}}$ 分别代表测量 I, I_0 时的 Ni 网信号强度.下文中涉及的 I 和 I_0 信号均指归一化强度.取若干能点的测量结果及用 XOP 软件的计算结果如图6所示.二者存在较大出入的主要原因在于理论计算是在平行光入射(光源发散度为零)、完美晶体的前提下进行的,但实际光源发散度不为零,且人工晶体并非完美无缺.

4.2.5. Si(111) 标样测量结果的修正

单一光学元件的输出效率是其反射(或透射)

效率与垂直接收效率的乘积. 在实验之前, 已利用单色器后的四刀狭缝限制光斑尺寸, 保证晶体的垂直接收效率为 1, 所以晶体的传输效率就是其衍射效率. 衍射效率的计算方法如下^[18]: 将从单色器第二晶体出射的光视为入射晶体的新光源, $\Delta\theta$ 为新光源垂直发射均方根 (RMS) 半角宽度

$$\Delta\theta = \sqrt{\omega_D^2 + \sigma_{ph}'^2}. \quad (6)$$

其中 σ_{ph}' 为同步光的垂直发射 RMS 半角宽度, 晶体的衍射效率 ε_{cryst} 可用误差函数表示为

$$\varepsilon_{cryst} = \text{erf}\left(\frac{\omega_D}{\sqrt{2}\Delta\theta}\right). \quad (7)$$

1) 由衍射光强 I 修正

设 η_0 为平行光入射、完美晶体的条件下的衍射效率. 由于光源发散度的影响以及晶体 ω_D 的限制, 入射晶体的光子未能全部衍射, 所以衍射光强 I 修正为

$$I_{corrected} = I \times \varepsilon_{cryst}. \quad (8)$$

将上式代入(4)式并考虑到 ω_D 的数值在计算时一般取摇摆曲线的 FWHM 值, 即占摇摆曲线下面积的 76%, 所以晶体的实际衍射效率 η_{real-1} 为

$$\eta_{real-1} = \eta_0 \times \varepsilon_{cryst} / 0.76. \quad (9)$$

2) 由光源发散度修正

由弯转磁铁光源发出的同步光经平晶单色器后出射的光子通量表达式^[19]为

$$N_T(E) = N(E) \eta_0 \frac{(\Delta E/E)_{intr}}{(\Delta E/E)_{src}}. \quad (10)$$

其中 $N(E)$ 是光源发出的 ΔE 能量范围内入射单色器的光子总数, $N_T(E)$ 是从单色器出射的光子总数, $(\Delta E/E)_{intr}$ 是单色器的内禀分辨率, $(\Delta E/E)_{src}$ 是入射光子的带宽. 由于已将从第二晶体出射的光视为新光源, 由(1)式求微分可得

$$\begin{aligned} \left(\frac{\Delta E}{E}\right)_{intr} &= \cot\theta(E) \times \Delta\theta_B(E), \\ \left(\frac{\Delta E}{E}\right)_{src} &= \cot\theta(E) \times \Delta\theta(E). \end{aligned} \quad (11)$$

所以, 晶体的实际衍射效率 η_{real-2} 还可由光源的发

散度修正如下:

$$\eta_{real-2} = \frac{N_T(E)}{N(E)} = \frac{I}{I_0} = \eta_0 \frac{\Delta\theta_B}{\Delta\theta}. \quad (12)$$

3) 光束追迹

利用 SHADOW-VUI 应用软件对光束追迹的方法是最准确的^[19,20]. 首先在 SHADOW-VUI 界面设置参数: 光源参数设为点光源且呈高斯分布; 某一能点下, 单色光的发散度取(6)式的计算结果; 其带宽可由(1), (6)和(11)式得到; 光学系统设置为单一元件的平面反射模式; 单一元件为 Si(111) 块状完美晶体; 衍射方式是考虑吸收的布拉格衍射. 然后运行程序, 得到追迹方法下的晶体实际衍射效率 η_{real-3} .

3 种方法得到的对理论值 η_0 修正后的晶体衍射效率 η_{real-1} 、 η_{real-2} 、 η_{real-3} 如图 7 所示.

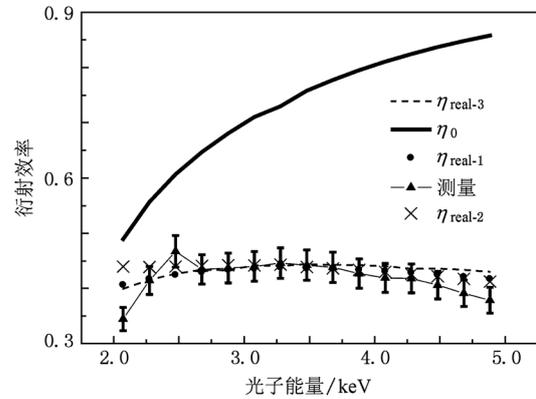


图 7 Si(111) 晶体峰值衍射效率的修正结果

4.2.6. 测量结果的不确定度估计

设 $u_A(x)$, $u_B(x)$, $u_C(x)$ 分别表示标准不确定度 A 类分量, 标准不确定度 B 类分量和合成标准不确定度, x 代表式(5)中 I, I_0, I_{Ni}, I_{0-Ni} 任意一物理量; Δ_i 和 Δ_e 分别代表仪器的最大允差和测量者的估算误差. 则有

$$\begin{aligned} u_C^2(x) &= u_A^2(\bar{x}) + u_B^2(x), \\ u_B^2(x) &= \Delta_i^2 + \Delta_e^2. \end{aligned} \quad (13)$$

由(5)式得到衍射效率的相对测量不确定度表示为:

$$\frac{u_C(\eta)}{\eta} = \sqrt{\left(\frac{u_C(I)}{I}\right)^2 + \left(\frac{u_C(I_0)}{I_0}\right)^2 + \left(\frac{u_C(I_{Ni})}{I_{Ni}}\right)^2 + \left(\frac{u_C(I_{0-Ni})}{I_{0-Ni}}\right)^2}. \quad (14)$$

已知弱电流放大器读数的相对测量不确定度 $\frac{u_B(x)}{x}$ 约为 1%^[21]; 由于光源稳定性欠佳, 使 I_{Ni}, I_{0-Ni}

对 I_0 修正的相对不确定度估计约 5% (图 8 是同一次注入期间不同时刻以及不同次注入对 I_0 修正的结果); 实验时, 在取数软件中已将 I, I_0 及 I_{Ni}, I_{0-Ni} 的测

量设置为采集 50 次记录一个数据,并同时计算标准不确定度 A 类分量. 则由(5),(13),(14)式得到衍射效率的合成标准不确定度 $u_c(\eta)$, 结果见图 7 中误差棒.

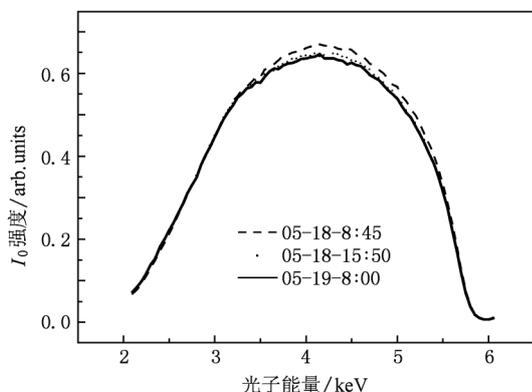


图 8 不同时刻 I_0 的修正结果

4.2.7. 修正结果分析

光束追迹的结果与对 η_0 的两种修正结果符合,且测量结果在误差范围内也基本上与 $\eta_{real-1}, \eta_{real-2}, \eta_{real-3}$ 的结果一致,这说明无论是采用哪种修正方法, η 与 η_0 存在差异的根本原因是因为光源发散度不为零.

由于数据处理时都是基于 ω_D 的理论值,但人工生长的 Si(111) 晶体,其 ω_D 的测量结果与理论值有一定偏差^[22],使得对 Si(111) 晶体衍射效率的估计出现偏差,由此引起对 η_0 的修正出现偏差. 此外,图 7 显示修正结果与测量结果在高端(大于 2.67 keV)符合得比较好,而在低能端前者高于后者,主要原因是样品台转轴与探测器转轴的同轴性不好. 在联动扫描过程中, θ 角较小(高能点)时,探测器能够全部接收衍射光斑,随着 θ 值增大(低能点),探测器逐渐产生横向偏移,衍射光斑有一部分漂移出探测器的接收范围,使测量的 I 值比实际值小.

通过对 Si(111) 标样峰值衍射效率的测量,表明光源的发散度与晶体的衍射效率密切相关,验证了上述实验测量方法是可行的,也证明了数据处理方法是合理可靠的.

4.2.8. KTP(011) 晶体的峰值衍射效率

1) 测量结果

测量 KTP(011) 晶体峰值衍射效率的实验方法基本与 Si(111) 标样的测量方法一致,光路布局仍如图 4 所示. 唯一不同的是在测量某能点的高次谐波衍射效率时,待测 KTP-3#样品仍处于该能点的一

级衍射布拉格角位置,单色器晶体处于该能点的高次谐波能量对应的布拉格角位置. 图 9 是 KTP(011) 晶体的峰值衍射效率的测量结果. 由于 KTP 含有 P, K, Ti 成分,3 种元素的 K 吸收边分别在 2.1455, 3.6084 和 4.9664 keV,所以图中信号强度的显著突变分别是由这 3 种元素的吸收边所引起.

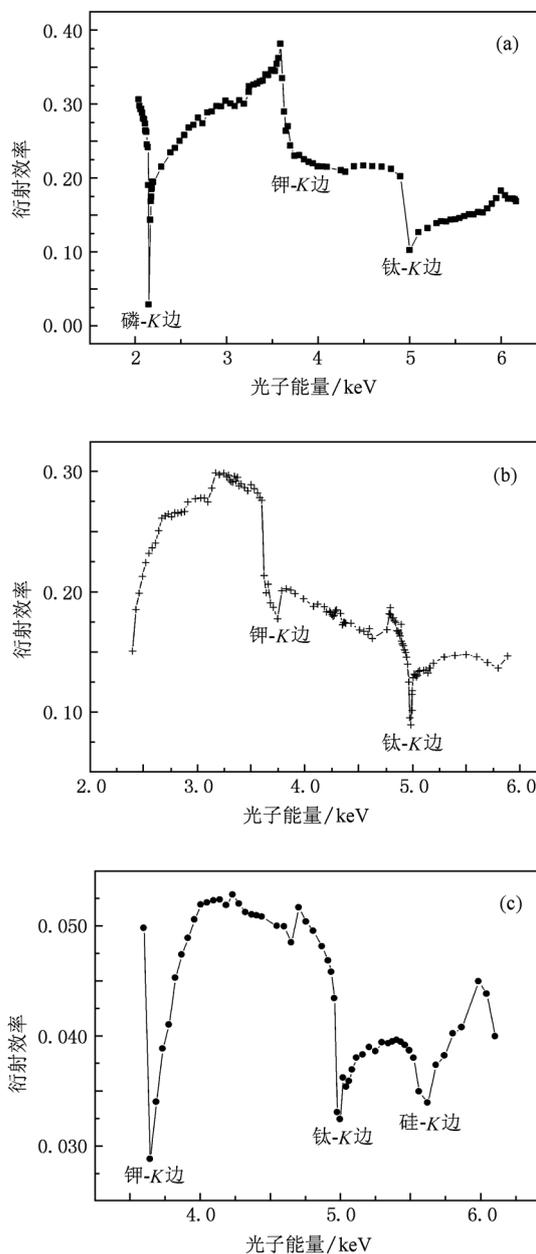


图 9 KTP(011) 晶体的峰值衍射效率 (a) 基波, (b) 二次谐波, (c) 三次谐波

2) ω_D 的测量

晶体的衍射效率由光源的发散度与晶体的 ω_D 之间的关系决定,所以对 KTP 晶体 ω_D 的测量也是非常必要的. 将单色器分光晶体换成一对 KTP

(011)晶体,真空室中的样品架退出光路,探测器回到零位.转动二晶投角,步长 $3.6''$,测量 $E = 2.600$ keV时的摇摆曲线,并将摇摆曲线的FWHM值作为相应能点的 ω_D ,如图10中实线所示.可以发现,虽然FWHM并不大,约为 $36''$,但曲线底部很宽.为了排除本底信号对测量结果的影响,在真空室前插入Be膜,再重复测量,两种情况下结果基本一样,如图10中点线所示.

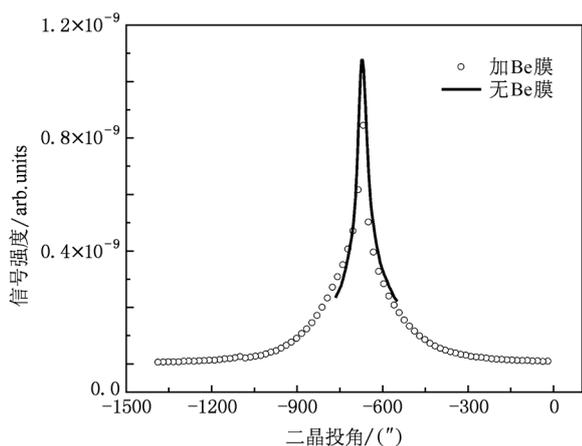


图10 KTP(011)摇摆曲线($E = 2.600$ keV)

3) 测量结果分析

由图9可知,KTP(011)晶体作为单色器的分光元件时,选择的能量范围应尽可能避开吸收边的影响.文献[2]指出在 $1.2-2.145$ keV(P的吸收边前)没有自身结构的影响,这一结论是不完全正确的.在该能区,晶体的一级衍射不受自身结构的影响,但若高次谐波抑制效果不理想,还会存在K和Ti元素K边的高次谐波衍射的影响.如果按照单色器的 θ 角的有效运动范围确定KTP晶体的能区范围,那么光通量曲线是不光滑的.所以根据图9的测量结果,KTP晶体的理想能区范围是 $1.2-1.75$ keV.

比较图9(a)和9(b)可见KTP(011)晶体的二次谐波衍射效率与基波的衍射效率不相上下.对高次谐波的有效抑制是影响光束线性能的关键因素之一.实验中尝试用二晶失谐的方式降低高次谐波的影响,但由于摇摆曲线底部太宽,失谐 $250''$ 都不能使信号降到本底,所以如果光束线上使用KTP(011)做分光晶体,需配备高次谐波抑制镜.

通过图10可以看出,插入Be膜后,底部度宽并未改变,说明不是低能杂散信号的影响,而是KTP(011)晶体固有的性质,这与Si(111)晶体的摇摆曲线特点有很大差别.所以,尽管KTP晶体的FWHM值较小,但摇摆曲线的总宽度(几百角秒)已远远大于光源(从二晶发出的光)的发散度,真空靶室中KTP分析晶体能将入射光束完全衍射.故在现有实验条件下,不必对衍射效率进行修正.

理论分析指出 $\omega_D \propto \frac{\lambda^2}{\sin 2\theta_B} \propto \text{tg}\theta^{[23]}$,但测量曲线并不光滑且不是单调递减.

可能的原因是由于摇摆曲线的底部太宽,由高斯或洛伦兹函数拟合的曲线与测量结果偏差较大;另外在有些能点,二晶投角的扫描范围偏窄,测量结果没有显示完整的摇摆曲线,也使这些点的FWHM计算有偏差.

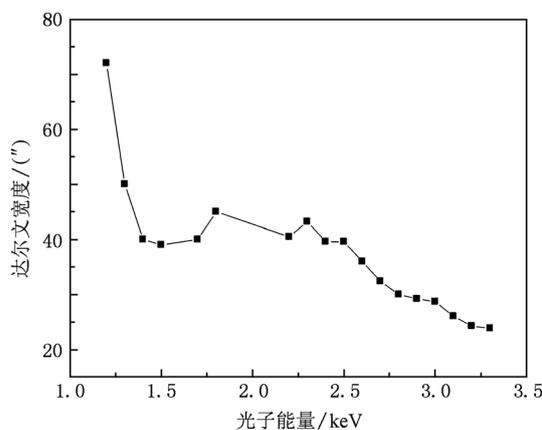


图11 KTP(011)晶体 ω_D 随能量变化曲线

5. 结 论

综合考虑软X射线能区常用分光晶体的性能和特点,对于大 d 值的分光晶体来说,KTP(011)晶体提供的单色光能区范围覆盖了Mg, Al, Si的K边和高Z元素的L, M边,具有反射率高、热稳定性强、无自身结构影响的优势,是该能区比较理想的分光晶体.但KTP(011)晶体的二次谐波衍射效率很高,使用KTP(011)晶体分光时,光束线需配备高次谐波抑制镜.

通过对Si(111)标样峰值衍射效率的测量与数据修正,验证了本文提出的测量晶体衍射效率的实验方法的可靠性.

- [1] Sang M, Xue T, Yu J, Ni W J, Yu Y X, Li S C 2003 *Acta Photon. Sin.* **32** 1286 (in Chinese) [桑梅、薛挺、于建、倪文俊、于云翔、李世忱 2003 光子学报 **32** 1286]
- [2] Takata Y, Shigemasa E, Kosugi N 2001 *J. Synchrotron Rad.* **8** 351
- [3] Hiraya A, Horigome T, Okada N, Mizutani N, Sakai K, Matsudo O, Hasumoto M 1992 *Rev. Sci. Instrum.* **63** 1264
- [4] Yang P, Zhao J Y, Jiang J H 1993 *Acta Phys. Sin.* **42** 437 (in Chinese) [杨平、赵际勇、蒋建华 1993 物理学报 **42** 437]
- [5] Wong J, Roth W L, Batterman B W, Berman L E, Pease D M, Heald S, Barbee T 1982 *Nucl. Instrum. Methods* **195** 133
- [6] van der Laan G, Goedkoop J B, Fuggle J C, Bruijn M P, Verhoeven J, van der Wiel M J, MacDowell A A, West J B, Munro I H 1987 *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A* **255** 592
- [7] Xiong X C, Zhong X X, Duan S G, Xiao S L, Yang G H, Gao J 2004 *Acta Photon. Sin.* **33** 73 (in Chinese) [熊先才、钟先信、段绍光、肖沙里、杨国洪、高洁 2004 光子学报 **33** 73]
- [8] Pikuz T A, Faenov A Y, Foerster E, Wolf J, Wehrhan O, Heinisch J, Hoelzer G, Vollbrecht M, Pikuz S A, Romanova V M, Shelkovenko T A 1995 *SPIE* **2515** 46 8
- [9] Hiraya A, Matsuda K, Yang H, Watanabe M 1995 *Rev. Sci. Instrum.* **66** 2102
- [10] Wong J, Tanaka T, Rowen M, Schäfers F, Müller B R, Rek Z U 1999 *J. Synchrotron Rad.* **6** 1086
- [11] Tanaka T, Otani S, Ishizawa Y 1985 *J. Cryst. Growth* **73** 31
- [12] Kitamura M, Yoshikawa H, Mochizuki T, Vlaicu A M, Nisawa A, Yagi N, Okui M, Kimura M, Tanaka T, Fukushima S 2003 *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A* **497** 550
- [13] Kitamura M, Yoshikawa H, Tanaka T, Mochizuki T, Vlaicu A M, Nisawa A, Yagi N, Okui M, Kimura M, Fukushima S 2003 *J. Synchrotron Rad.* **10** 310
- [14] Rogalev A, Goulon J 2001 *Lecture Notes in Physics* **565** 60
- [15] Dong S Q, Li L Q, Liu P, Dong Y H, Chen X M 2008 *Chin. Phys. B* **17** 4574
- [16] Zhao J, Cui M Q, Zhao Y D, Tian Y L, Zhao K J, Zheng L, Zhu J, Ma C Y, Sun L J, Han Y 2005 *High Energy Phys. Nucl. Phys.* **29** 1205 (in Chinese) [赵佳、崔明启、赵屹东、田玉莲、周克瑾、郑雷、朱杰、马陈燕、陈凯、孙立娟、韩勇 2005 高能物理与核物理 **29** 1205]
- [17] Yi R Q, Yang G H, Cui Y L, Du H B, Wei M X, Dong J J, Zhao Y D, Cui M Q, Zheng L 2006 *Acta Phys. Sin.* **55** 6287 (in Chinese) [易荣清、杨国洪、崔延莉、杜华冰、韦敏习、董建军、赵屹东、崔明启、郑雷 2006 物理学报 **55** 6287]
- [18] Zhao J, Cui M Q, Zhao Y D 2006 *High Energy Phys. Nucl. Phys.* **30** 359 (in Chinese) [赵佳、崔明启、赵屹东 2006 高能物理与核物理 **30** 359]
- [19] Sanchez del Rio M, Mathon O 2004 *SPIE* **5536** 157
- [20] Lin X Y, Li Y D, Sun T X, Pan Q L 2010 *Chin. Phys. B* **19** 070205
- [21] Cui C W, Cui M Q, Yi R Q 1998 *High Energy Phys. Nucl. Phys.* **22** 180 (in Chinese) [崔聪悟、崔明启、易荣清 1998 高能物理与核物理 **22** 180]
- [22] Zhao J, Cui M Q, Zhao Y D, Zhao K J, Zheng L, Zhu J, Sun L J, Chen K, Ma C Y 2005 *Nuclear Techniques* **28** 583 (in Chinese) [赵佳、崔明启、赵屹东、周克瑾、郑雷、朱杰、孙立娟、陈凯、马陈燕 2005 核技术 **28** 583]
- [23] Zachariasen W H 1945 *The Theory of X-ray Diffraction in Crystal* (New York: Wiley) p140

Dispersing performance of KTP(011) crystal*

Zhao Jia¹⁾ Cui Ming-Qi^{2)†} Zhao Yi-Dong²⁾ Zhou Ke-Jin²⁾ Zheng Lei²⁾
Zhu Jie²⁾ Sun Li-Juan²⁾ Chen Kai²⁾ Ma Chen-Yan²⁾

1) (College of Mechanical Engineering, Beijing Technology and Business University, Beijing 100048, China)

2) (Institute of High Energy Physics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

(Received 1 September 2010; revised manuscript received 28 September 2010)

Abstract

According to the requirements for the performance of analyzers in soft x-ray regime of synchrotron radiation, the qualities of various crystals often used in soft x-ray range are investigated. We find that crystals KTP (KTiOPO_4)(011) crystal is an ideal one among large d-spacing crystals. We propose an experimental method to measure diffraction efficiencies of crystals with synchrotron radiation source. In particular, we find that the diffraction efficiency is closely related to the source emittance. The lattice constant and diffraction efficiencies of KTP(011) crystal are also presented in this paper.

Keywords: synchrotron radiation, KTP(011) crystal, diffraction efficiency, source emittance

PACS: 61.05.C – , 07.85.Qe

* Project supported by the Natural Science Foundation of China (Grant No. 10775150), the Program for Academic Human Resources Development in Institutions of Higher Learning Under the Jurisdiction of Beijing Municipality, China (Grant No. PHR201007122), and the Science and Technology Development Program of the Education Committee of Beijing, China (Grant No. KM200910011010).

† Corresponding author. E-mail: cuimq@ihep.ac.cn