

X 射线荧光分析用全聚焦分光晶体的磨制*

郝秀荣 高新华 帅仁杰 张信钰

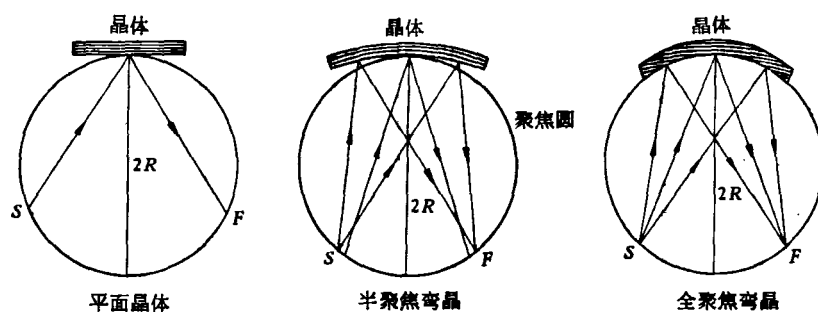
(北京钢铁研究院)

目前X射线光谱仪中常用的晶体有:平面反射晶体,柱面弯曲反射晶体,柱面弯曲透射晶体,边缘晶体和双曲晶体,其中以平面反射和柱面弯曲反射晶体的应用最为普遍。

由于平面反射晶体分光计是非聚焦的,衍射的X射线不能为探测器全部接收,因此,X射线强度损失较大。

柱面弯曲反射晶体,就其聚焦方式而言,有半聚焦和全聚焦之分。所谓半聚焦(Johan式)即将平面晶体弯成半径为 $2R$ 的柱面(R 为聚焦圆半径),此时,晶体点阵面的曲率为 $1/2R$,晶面与表面平行,在此情况下,仅仅与聚焦圆相切的那部分晶体能产生真正的聚焦作用。而全聚焦(Johanson式)晶体除晶面曲率为 $1/2R$ 外,其表面曲率为 $1/R$,与聚焦圆重合,故整个晶体都有聚焦作用。

由此可见,无论是衍射强度还是分辨本领均以全聚焦为最佳。一方面由于弯晶的几何聚焦作用,使衍射线会聚到探测器中,从而提高X射线衍射强度,而且这种会聚作用也使衍射线变细,提高了分辨本领。另一方面,晶体经过弯曲,在其整个体积内产生大量位错,形成嵌镶块结构,使晶体的积分反射系数 R 大大提高,即晶体的衍射本领增大,这也是提高强度的重要因素。这三种晶体的分光原理如图所示。



一、磨制方法

在制备聚焦式弯晶前,必须先获得平面晶体,获得方式因晶体种类不同而异。然后以适当的磨具和压模制备弯晶,其磨制方式有二:

1. 先弯后磨

将平晶(点阵面与晶体表面平行)弯成半径为 $2R$ 的柱面,则点阵面的曲率为 $1/2R$,

* 1973年1月26日收到。

再将已弯好的晶体凹面磨成半径为 R 的柱面。这种方法适用于大半径,小尺寸,薄晶体的情况。

2. 先磨后弯

1) 磨两面 将一厚度适当的晶体,分别于半径为 $2R$ 及 $2R + \Delta R$ (ΔR 为晶体厚度)的凸凹模具上磨成厚度一致的圆柱形薄片,然后弯成半径为 R 的柱面,点阵面的曲率为 $1/2R$ 。

2) 磨一面 将平面晶体的一面磨成半径为 $2R$ 的凹柱面,然后将其另一面(平面)放在半径为 $2R + \Delta R$ 的凹形模内弯曲,使平面弯成曲面,则晶体的衍射表面的曲率为 $1/R$,而晶格面的曲率为 $1/2R$,由于晶体两端厚中间薄,弯曲比较困难,只适用于尺寸较短的情况。

研磨时应注意的事项有:

a) 磨前将平面晶体贴到玻璃板上,防止在磨制过程中变形。然后,先在凹形金属模内研磨。

b) 根据晶体情况,选择粒度合适的金刚砂,如 LiF 开始用粗的(280*, 302*), KAP 因软而易解理,则用细的(303*, 303 $\frac{1}{2}$ *),磨时应轻微用力,以免脱层。

c) 磨时要使晶体的长边与磨具边缘平行。在磨制过程中应始终保持磨迹平行于晶体的两个侧棱,防止出现斜线。同时要保持两边等量磨下,当磨迹会合即告磨成。再将磨好的凸面粘到对应的凹形模板内,在凸金属弯模上用同样方法研磨,此时磨迹由中央向两边扩展,当磨迹同时达到两端棱即成。

d) 磨得晶体薄片约为 0.3—0.4m/m,晶片的曲率为 $1/2R$,此时晶面仍为平面。

二、弯曲方法

1. KAP 为弹性晶体,常温下即可弯曲。将磨好的弯晶片(曲率为 $1/2R$)放在涂有一层 502 胶的弯晶架上,再用一凸形板慢慢下压,使晶体薄片逐渐与晶体架贴合,粘结牢固,然后作表面抛光。

2. ADP 为塑性晶体,在 150℃ 左右塑性最大,将磨好的弯晶片加热至可弯温度,使之弯曲,自然冷却至室温。成型后,晶体表面曲率为 $1/R$,晶面曲率为 $1/2R$ 。ADP 晶体很脆,热振性强,因此,对 ADP 晶体热压温度的控制是很重要的。

将弯好的晶体薄片粘到晶体架上,抛光。

3. LiF 将磨好的 LiF 弯晶片退火,在 450℃ 下保温两小时,随之自然冷却,再升温,当测得晶体所在空间的温度为 300℃ 时即可加压弯曲。

三、表面处理

根据每种晶体的特点和它所适用的波段,采用不同的表面处理方法,以获得高的衍射强度和分辨本领,如长波晶体要求表面光滑,以减少粗糙表面对长波 X 射线的吸收,因此对 ADP, KAP 这类晶体表面必须抛光。对易潮解的晶体其表面要涂一层对 X 射线吸

收最少的防潮薄膜,否则会因晶体表面的潮解而大大降低 X 射线的衍射强度。对短波晶体,表面光滑程度的要求并不象长波晶体那样严格。为增强衍射强度,可将晶体做适当处理,以得到适宜的嵌镶块结构。

上述三种全聚焦分光晶体已在最近试制成功的多道全聚焦 X 射线荧光分析仪上正式使用。长期实验结果为

1. 波长分辨率 $\Delta\lambda/\lambda$

$$\text{Fe: } 6 \times 10^{-3}; \text{ Si: } 5 \times 10^{-3}, \text{ Al: } 4 \times 10^{-3},$$

其中 λ ——峰值处波长; $\Delta\lambda$ ——半高宽。

2. 能谱分辨率 $\Delta V/V$

$$\text{Fe, Si, Al, Mg 均为 } 30\%.$$

其中 V ——能谱峰值处电压; ΔV ——半高宽电压。

3. 灵敏度

钢中 Al 可测到 0.03%; 钢中 Si 可测到 0.01%; 钢中 S 可测到 0.009%。

北京第二光学仪器厂,对此项工作曾给予大力支持,谨表谢意。