



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103454298 A

(43) 申请公布日 2013. 12. 18

(21) 申请号 201310356267. X

(22) 申请日 2013. 08. 15

(71) 申请人 浙江工业大学

地址 310014 浙江省杭州市下城区朝晖六区
潮王路 18 号

(72) 发明人 乐孜纯 董文

(74) 专利代理机构 杭州斯可睿专利事务所有限
公司 33241

代理人 王利强

(51) Int. Cl.

G01N 23/223 (2006. 01)

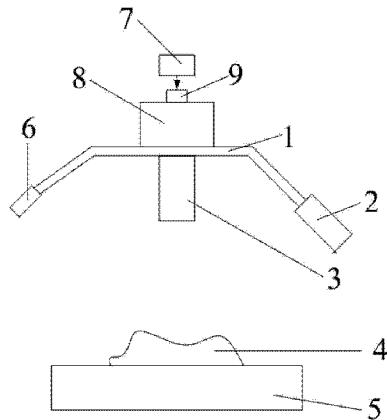
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

(54) 发明名称

一种微束 X 射线荧光分析方法

(57) 摘要

一种微束 X 射线荧光分析方法，实现该方法的设备包括 X 射线光管、X 射线探测器、激光器和 X 射线组合折射透镜，包括如下步骤：(1) 从 X 射线光管发出的 X 射线光未经过聚焦，照射到被检样品的较大区域，并通过与照射区域物质相互作用产生荧光；(2) 所产生荧光包含多个波长，取决于被检样品中所含成分，其中满足 X 射线组合折射透镜物像关系的荧光波长被采集并传送入 X 射线组合折射透镜、X 射线探测器；(3) 校准探测微区的激光器实时跟踪并校准被检样品被探测的微区；(4) X 射线探测器对入射的荧光信息进行处理，并通过接口传入信息采集分析系统进行分析处理。本发明微区分辨率小于 10 微米的同时、实现现场分析、扩大检测范围。



1. 一种微束 X 射线荧光分析方法, 实现该分析方法的设备包括 X 射线荧光光谱仪, 所述 X 射线荧光光谱仪包括主架, 所述主架上安装 X 射线光管和 X 射线探测器, 被检样品位于所述 X 射线光管的探测光束范围内, 所述 X 射线探测器位于所述被检样品的正上方, 其特征在于: 所述荧光光谱仪还包括用于选择性地采集被检样品微区生成的 X 射线荧光的 X 射线组合折射透镜, 所述 X 射线组合折射透镜与所述 X 射线探测器的下端相连, 所述 X 射线探测器位于 X 射线组合折射透镜的像空间, 所述被检样品位于所述 X 射线组合折射透镜的物空间, 所述 X 射线探测器的上端与用于连接信息采集系统的接口相连, 所述主架上还安装激光器, 所述被检样品位于所述激光器的照射范围内;

所述微束 X 射线荧光分析方法包括如下步骤:

(1) 从 X 射线光管发出的 X 射线光未经过聚焦, 照射到被检样品的较大区域, 并通过与照射区域物质相互作用产生荧光;

(2) 所产生荧光包含多个波长, 取决于被检样品中所含成分, 其中满足 X 射线组合折射透镜物像关系的荧光波长被采集并传送入 X 射线组合折射透镜、X 射线探测器;

(3) 校准探测微区的激光器实时跟踪并校准被检样品被探测的微区;

(4) X 射线探测器对入射的荧光信息进行处理, 并通过接口传入信息采集分析系统进行分析处理。

2. 如权利要求 1 所述一种微束 X 射线荧光分析方法, 其特征在于: 在所述步骤(2)中, X 射线组合折射透镜沿垂直样品台的方向可以调节, 形成多种物像关系, 以适应对多种不同荧光波长的采集和传输。

3. 如权利要求 1 或 2 所述一种微束 X 射线荧光分析方法, 其特征在于: 所述微束 X 射线荧光分析方法还包括如下步骤:(5) 信息采集分析系统的分析处理结果以屏幕显示或打印方式输出。

4. 如权利要求 1 或 2 所述一种微束 X 射线荧光分析方法, 其特征在于: 所述荧光光谱仪还包括用于放置所述被检样品的样品台, 所述样品台位于所述 X 射线探测器的正下方;

所述样品台通过一个机械连接装置与所述主架连接或者分离, 连接状态, 针对需放置于样品台的小型样品进行分析和检测; 分离状态, X 射线荧光光谱仪变换成手持式仪器, 针对大型不可破坏性样品的局部微区进行分析和检测。

一种微束 X 射线荧光分析方法

技术领域

[0001] 本发明涉及 X 射线探测和成像领域, 尤其是一种微束 X 射线荧光分析方法。

背景技术

[0002] X 射线荧光分析方法能在常压下对各种形态(固态 / 液态 / 粉末等)样品进行简单、快速、高分辨率和无损的元素定量测量分析。近年来众多行业对 XRF 的微区分析能力、检测灵敏度和现场分析能力提出了更高的要求(比如要求微区分辨率小于 10 微米), 因此轻量、便携、可现场分析的高分辨率、高灵敏度微束 X 射线荧光光谱仪(micro-XRF)成为当前的研究热点。

[0003] 目前已有的 X 射线荧光光谱仪一般不配备 X 射线聚焦器件, 微区分辨率通常为几十甚至上百微米, 迄今为止, 未见微区分辨率小于 10 微米的便携式微束 X 射线荧光光谱仪的相关报道。已有人提出基于 X 射线毛细管器件的荧光光谱仪(专利号 :201010180956.6), 因为使用了 X 射线毛细管器件进行聚焦, 微区分辨率提高到几十微米, 但是结构复杂、尺寸庞大, 无法实现便携, 且微区分辨率还不够高; 另有人提出一种能量色散 X 射线荧光光谱仪(专利号 :201010004423.2), 用 X 射线发生装置产生的一次 X 射线去照射二次靶材, 提高了检测灵敏度, 但是仪器结构和控制装置复杂, 微区分辨率不高。

发明内容

[0004] 为了克服已有 X 射线荧光分析方法的微区分辨率不高、无法进行现场分析、检测范围较窄的不足, 本发明提供一种微区分辨率小于 10 微米的同时、实现现场分析、扩大检测范围的微束 X 射线荧光分析方法。

[0005] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是:

[0006] 一种微束 X 射线荧光分析方法, 实现该分析方法的设备包括 X 射线荧光光谱仪, 所述 X 射线荧光光谱仪包括主架, 所述主架上安装 X 射线光管和 X 射线探测器, 被检样品位于所述 X 射线光管的探测光束范围内, 所述 X 射线探测器位于所述被检样品的正上方, 所述荧光光谱仪还包括用于选择性地采集被检样品微区生成的 X 射线荧光的 X 射线组合折射透镜, 所述 X 射线组合折射透镜与所述 X 射线探测器的下端相连, 所述 X 射线探测器位于 X 射线组合折射透镜的像空间, 所述被检样品位于所述 X 射线组合折射透镜的物空间, 所述 X 射线探测器的上端与用于连接信息采集系统的接口相连, 所述主架上还安装激光器, 所述被检样品位于所述激光器的照射范围内;

[0007] 所述微束 X 射线荧光分析方法包括如下步骤:

[0008] (1) 从 X 射线光管发出的 X 射线光未经过聚焦, 照射到被检样品的较大区域, 并通过与照射区域物质相互作用产生荧光;

[0009] (2) 所产生荧光包含多个波长, 取决于被检样品中所含成分, 其中满足 X 射线组合折射透镜物像关系的荧光波长被采集并传送到 X 射线组合折射透镜、X 射线探测器;

[0010] (3) 校准探测微区的激光器实时跟踪并校准被检样品被探测的微区;

[0011] (4)X射线探测器对入射的荧光信息进行处理，并通过接口传入信息采集分析系统进行分析处理。

[0012] 进一步，在所述步骤(2)中，X射线组合折射透镜沿垂直样品台的方向可以调节，形成多种物像关系，以适应对多种不同荧光波长的采集和传输。

[0013] 更进一步，所述微束X射线荧光分析方法还包括如下步骤：(5)信息采集分析系统的分析处理结果以屏幕显示或打印方式输出。

[0014] 再进一步，所述荧光光谱仪还包括用于放置所述被检样品的样品台，所述样品台位于所述X射线探测器的正下方；

[0015] 所述样品台通过一个机械连接装置与所述主架连接或者分离，连接状态，针对需放置于样品台的小型样品进行分析和检测；分离状态，X射线荧光光谱仪变换为手持式仪器，针对大型不可破坏性样品的局部微区进行分析和检测。

[0016] 本发明的技术构思为：X射线组合折射透镜是一种基于折射效应的新型X射线聚焦器件，其理论聚焦光斑尺寸可达纳米量级，实际测试所得聚焦光斑尺寸通常在几个微米，并具有尺寸小、制作工艺简单、鲁棒性好、可批量加工的优点，同时由于其基于折射效应，因此在对X射线束聚焦时不需要折转光路，因此所形成的探测装置或仪器结构紧凑、尺寸小、重量轻，适合制作便携式仪器装置。

[0017] 采用X射线组合折射透镜作为聚焦器件，利用其聚焦光斑小的特点来大幅度提高X射线荧光光谱仪的微区分辨率；利用其是色散器件的特点，依据其物像关系可有选择地采集特定波长的荧光送入X射线探测器，实现了单一器件兼具聚焦和波长选择的功能。在结构上，采集系统通过一个通用接口与主体部分相连，既可连接嵌入式微处理模块进行现场分析，也可以连接普通PC机进行常规分析。样品台通过主架与主体部分连接成一体或分离，形成便携式台式谱仪或手持式便携式谱仪以适应不同的现场分析场合。

[0018] 本发明的有益效果主要表现在：1、采用X射线组合折射透镜作为X射线荧光光谱仪的聚焦器件，达到更高的微区分辨率；2、X射线组合折射透镜是色散器件，通过它的物像关系，可以选择特定波长的X射线荧光进行分析；3、X射线组合折射透镜基于折射效应工作，在对X射线束聚焦时不需要折转光路，因此所形成的探测装置或仪器结构紧凑、尺寸小、重量轻，适合制作便携式仪器装置，可以实现现场分析。

附图说明

[0019] 图1是本发明一种基于X射线组合折射透镜的便携式微束X射线荧光光谱仪的结构示意图，其中，1为主架，2为X射线光管，3为X射线组合折射透镜，4为样品，5为样品台，6为激光器，7为采集系统，8为X射线探测器，9为接口。

[0020] 图2是已有技术微束X射线荧光光谱仪的结构示意图，其中，1'为X射线CCD，2'为X射线光管，3'为第一X射线毛细管聚焦器件，4'为样品，5'为样品台，6'为PC机，7'为采集系统，8'为X射线探测器，9'为第二X射线毛细管聚焦器件。

[0021] 图3-1和图3-2是本发明一种基于X射线组合折射透镜的便携式微束X射线荧光光谱仪的主架的俯视图和正视图，其中，1-1为第一悬臂梁，1-2为第二悬臂梁，1-3为第三悬臂梁。

[0022] 图4-1和图4-2是二维聚焦X射线组合折射透镜的正视图和俯视图。

具体实施方式

[0023] 下面结合附图对本发明作进一步描述。

[0024] 参照图 1 ~ 图 4,一种微束 X 射线荧光分析方法,实现该分析方法的设备包括 X 射线荧光光谱仪,所述 X 射线荧光光谱仪包括主架 1,所述主架 1 上安装 X 射线光管 2 和 X 射线探测器 8,被检样品 4 位于所述 X 射线光管 2 的探测光束范围内,所述 X 射线探测器 8 位于所述被检样品 4 的正上方,所述荧光光谱仪还包括用于选择性地采集被检样品微区生成的 X 射线荧光的 X 射线组合折射透镜 3,所述 X 射线组合折射透镜 3 与所述 X 射线探测器 8 的下端相连,所述 X 射线探测器 8 位于 X 射线组合折射透镜 3 的像空间,所述被检样品 4 位于所述 X 射线组合折射透镜 3 的物空间;所述 X 射线探测器 8 的上端与用于连接信息采集系统的接口 9 相连,所述主架 1 上还安装激光器 6,所述被检样品 4 位于所述激光器 6 的照射范围内;

[0025] 所述微束 X 射线荧光分析方法包括如下步骤:

[0026] (1) 从 X 射线光管发出的 X 射线光未经过聚焦,照射到被检样品的较大区域,并通过与照射区域物质相互作用产生荧光;

[0027] (2) 所产生荧光包含多个波长,取决于被检样品中所含成分,其中满足 X 射线组合折射透镜物像关系的荧光波长被采集并传入 X 射线组合折射透镜、X 射线探测器;

[0028] (3) 校准探测微区的激光器实时跟踪并校准被检样品被探测的微区;

[0029] (4) X 射线探测器对入射的荧光信息进行处理,并通过接口传入信息采集分析系统进行分析处理。

[0030] 进一步,在所述步骤(2)中,X 射线组合折射透镜沿垂直样品台的方向可以调节,形成多种物像关系,以适应对多种不同荧光波长的采集和传输。

[0031] 更进一步,所述微束 X 射线荧光分析方法还包括如下步骤:(5)信息采集分析系统的分析处理结果以屏幕显示或打印方式输出。

[0032] 再进一步,所述荧光光谱仪还包括用于放置所述被检样品的样品台 4,所述样品台 4 位于所述 X 射线探测器 8 的正下方;

[0033] 所述样品台 4 通过一个机械连接装置与所述主架 1 连接或者分离,连接状态,针对需放置于样品台的小型样品进行分析和检测;分离状态,X 射线荧光光谱仪变换为手持式仪器,针对大型不可破坏性样品的局部微区进行分析和检测。

[0034] 所述主架 1 的中部安装所述 X 射线探测器 8,所述主架 1 的一侧安装第一悬臂梁 1-1,所述第一悬臂梁 1-1 上安装所述 X 射线光管 2,所述主架的 1 另一侧安装第二悬臂梁 1-2,所述第二悬臂梁 1-2 上安装所述激光器 6;所述主架 1 的后侧与第三悬臂梁 1-3 的上端固定连接,所述第三悬臂梁的 1-3 下端与所述样品台 5 可拆卸地连接。

[0035] 所述样品台 5 安装在三维调节机构上。实现样品台的三维调节。

[0036] 本实施例的荧光分析方法,过程如下:

[0037] (1) 从 X 射线光管发出的 X 射线光未经过聚焦,照射到被检样品的较大区域,并通过与照射区域物质相互作用产生荧光。

[0038] (2) 所产生荧光可能包含多个波长,取决于被检样品中所含成分,其中满足 X 射线组合折射透镜物像关系的荧光波长被采集并传入 X 射线探测器。

[0039] X 射线组合折射透镜沿垂直样品台的方向可以调节,形成多种物像关系,以适应对多种不同荧光波长的采集和传输。

[0040] (3) 由于 X 射线不可见,校准探测微区的激光系统实时跟踪并校准被检样品被探测的微区。

[0041] (4) 探测器对入射的荧光信息进行处理,并通过接口传入信息采集分析系统进行分析处理。

[0042] (5) 信息采集分析系统的分析处理结果以屏幕显示或打印方式输出。

[0043] 进一步地:信息采集分析系统,通过接口与 X 射线探测器相连,包含嵌入式数字信号处理模块和信息输出模块;所述嵌入式处理模块,在便携式要求不高的场合可以采用 PC 机替代;所述信息输出模块,可以是屏幕显示或者是打印输出或者屏幕显示和打印输出二者兼有。

[0044] 样品台通过一个机械连接装置可以与本发明 X 射线荧光分析系统连接或者分离,连接状态,针对需放置于样品台的小型样品进行分析和检测,分离状态,X 射线荧光光谱仪变换成手持式仪器,针对大型不可破坏性样品的局部微区进行分析和检测。

[0045] 与已有技术的基于 X 射线聚焦器件的荧光分析方法(如图 2 所示)相比,首先,本发明采用了聚焦效果更好的新型 X 射线器件,即 X 射线组合折射透镜,因此可以达到更高的微区分辨率;其次,由于 X 射线组合折射透镜是色散器件,能够利用物像关系选择荧光波长,因此不需要对 X 射线探测光束进行预聚焦,所以在荧光分析系统的发射通道上减掉了 1 个 X 射线聚焦器件,减少了分析系统的尺寸和重量,有利于进行现场分析。进一步地,因为从 X 射线光管发出的 X 射线束未经聚焦,不再需要 X 射线 CCD 监控 X 射线微束光斑,因此同时减掉了 X 射线 CCD,改用激光校准系统照明荧光激发区域,进一步减小了分析系统的尺寸和重量。因此,本发明的微束 X 射线荧光分析方法能够满足轻量、便携、现场分析的要求。最后,样品台可以与荧光分析系统连接或者分离,形成便携式台式谱仪或手持式便携式谱仪以适应不同的现场分析场合。信息采集分析系统通过一个通用接口,既可连接嵌入式微处理模块进行现场分析,也可以连接普通 PC 机进行常规分析。

[0046] 对本发明一种基于 X 射线组合折射透镜的、可现场分析的微束 X 射线荧光分析方法的功能性进行进一步阐述:本发明是一种针对众多应用领域和行业分析方法,具备对传统普适性 X 射线荧光分析方法所分析的固态/液态/粉末样品更高分辨率的、可现场分析的能力。这样的要求是通过下面的方式达到的:对固态/液态/粉末微小样品的微区单点检测和扫描样品元素分布测量,单点检测通过将被检样品置于样品台用探测微束直接检测,其中液态样品的元素分析通过测量液体挥发后的残余物来完成;扫描样品元素分布则利用样品台的三维调节功能,通过探测微束在样品表面扫描完成。可以现场采集样品并现场分析,更可以对样品进行离线分析。对大型固态样品(尤其是化石、壁画等非破坏性、不可移动样品)的微区分析,可以将样品台与 X 射线荧光分析系统分离,脱离了样品台的 X 射线荧光分析系统可以作为手持式仪器,通过探测微束对被检微区进行逐点检测分析。

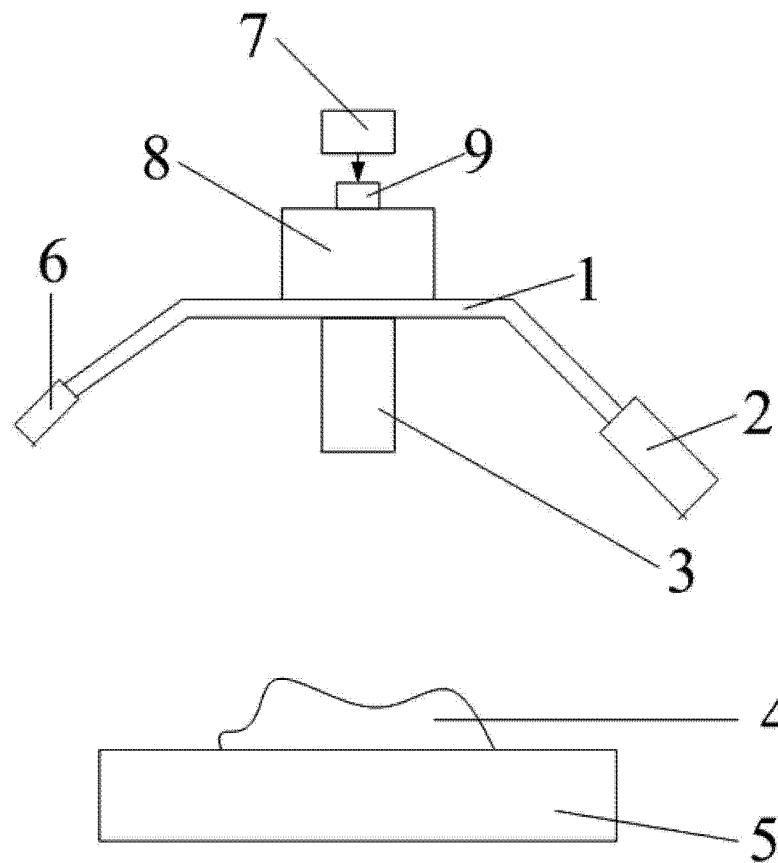


图 1

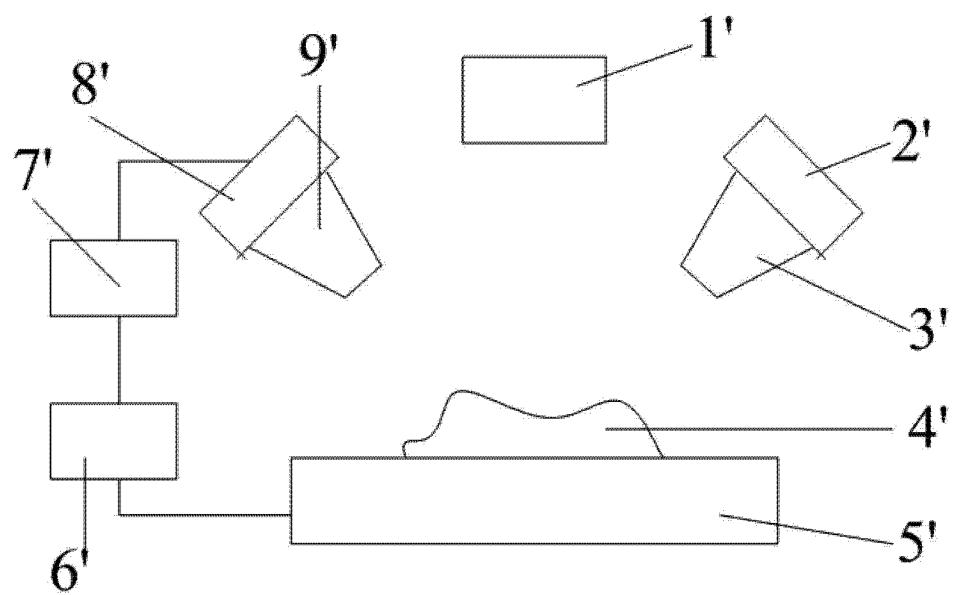


图 2

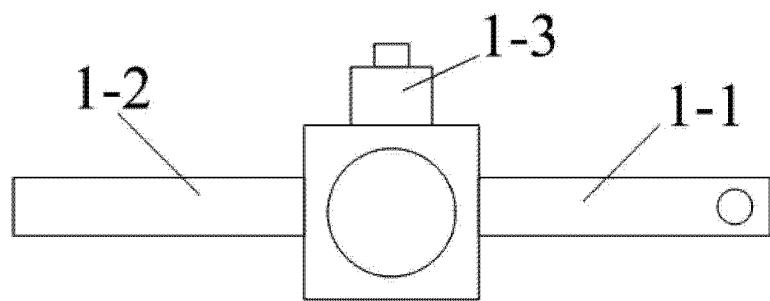


图 3-1

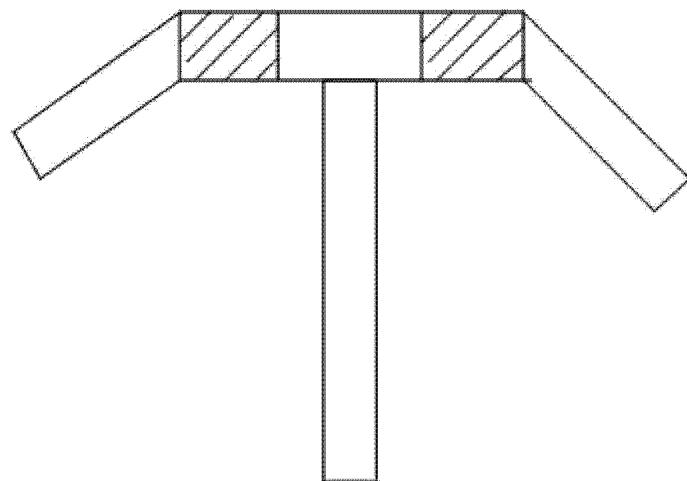


图 3-2

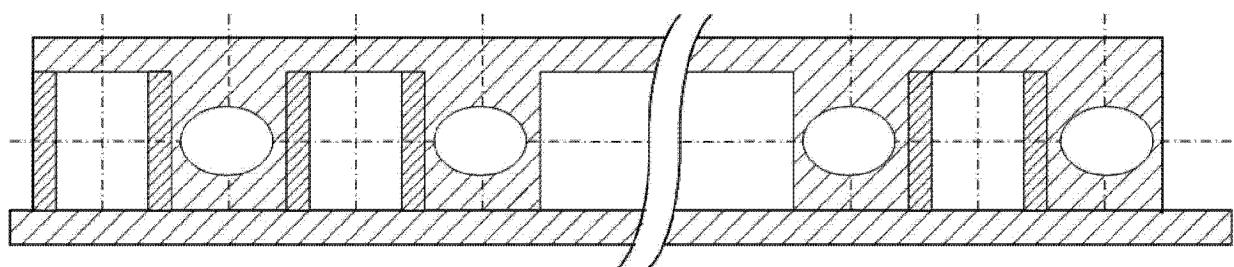


图 4-1

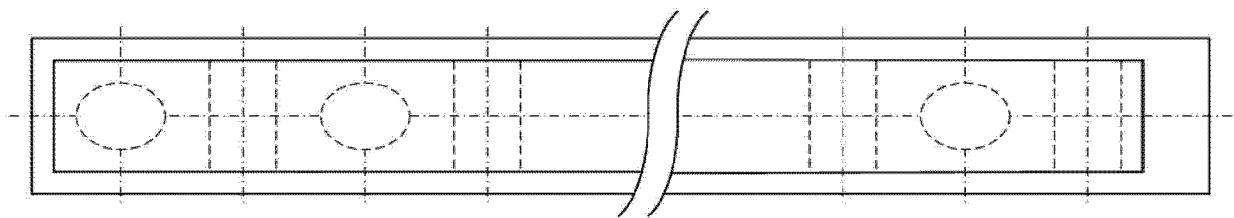


图 4-2