

超導移頻磁鐵X光光束線

我們運用本中心新安裝的超導移頻磁鐵（Superconducting Wavelength Shifter）光源，經廣泛討論、規劃設計之後已建造完成三座高能量X光光束線，分別是BL01A、BL01B以及BL01C。BL01A目前為白光光束線，進行X光顯像（image）的實驗。BL01B光束線光譜的能量範圍為5~20 keV，可作小角度散射以及X光顯微術等相關的實驗。BL01C光束線光譜的能量範圍為6~33 keV，可作X光吸收能譜（EXAFS）與X光繞射（XRD）方面的實驗。這三座光束線的性能經測試結果已接近理論設計值。

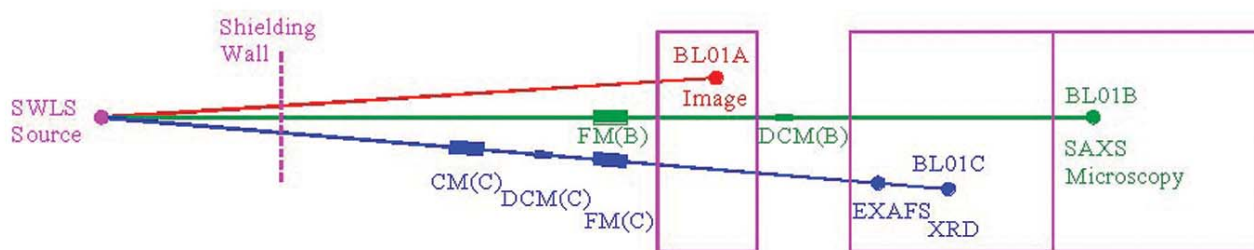
宋艷芳、張劍虹、李志甫、曾金榮、梁耕三（光束線組、研究組）

本中心已經安裝特殊設計的超導移頻磁鐵（Superconducting Wavelength Shifter）^[1]，以產生高光子通量及高能量的X光光源。我們利用此光源引出三座X光光束線^[2,3]，分別是BL01A、BL01B以及BL01C，如圖一所示。其中BL01A目前為白光光束線，進行X光顯像（image）的實驗。將來可安裝槽切式（channel-cut）晶體以及高倍率的K-B聚焦鏡系統，進行與微米光束（micro-beam）相關的實驗，例如微斷層掃描（micro-tomography）等。BL01B光束線光譜的能量範圍為5~20 keV，可作小角度散射以及X光顯微術等相關的實驗。BL01C光束線光譜的能量範圍為6~33 keV，可作X光吸收能譜與X光繞射方面的實驗。這三座光束線已完成建造及性能測試，即將開放使用。本報告將敘述這三座光束線至目前為止性能測試結果。

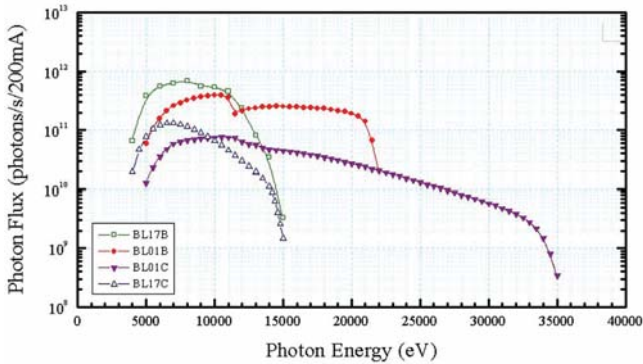
BL01A使用超導移頻磁鐵光源水平方向最靠外側的1 mrad，光束經過一個水冷卻的限光器及二個250 μm 厚的鈹窗，到達位於離光源18.6 m處的實驗站，目前進行相位對比（phase-contrast）X光顯像實驗。此實驗系統的空間解析度為1 μm ，光束線光子的強度很大，700-microns視場（field-of-view）的偵測攝影機於10 ms的時間即達飽和狀態。為了測試此系統的

性能，首先量取陰極射線管電子槍的影像，結果顯示即使是封裝的電子槍，也可以清楚地分辨出鎢絲及其氧化物保護層。另外也測量果蠅頭部的影像，其內部精細的結構清晰可見。相位對比X光顯像的技術利於觀察低原子序物質和生物樣品的內部結構，對於生命科學的研究以及醫藥的研發十分重要。

BL01B使用超導移頻磁鐵光源水平方向中央部分的3 mrad，光譜能量範圍為5~20 keV。主要的光學元件包括一個圓環聚焦鏡（toroidal focusing mirror）和一個非色散式雙晶分光儀（double crystal monochromator）。圓環鏡鏡面的鍍膜採用銨（Rhodium），以3.2 mrad的掠角入射，如此鏡面反射率可達90%，光子強度的截止能量為21 keV。此聚焦鏡位於距離光源15.5 m處，聚焦於離光源30.2 m處，在此可放樣品或偵測器，聚焦鏡的聚焦比例（物距／像距）約為1。雙晶分光儀位於20.8 m處，晶體採用Ge（111）以獲得較高的光子輸出通量。目前此實驗站安裝小角度散射的系統，可研究高分子、生物溶液以及高溫合金的結構分析。今（93年）九月此實驗站將安裝一套空間解析度設計值為60 nm的三維X光奈米顯微儀，進行性能測試。此顯微儀建造完成後將可作二維顯微術、相位對比顯微術以及三維電腦斷層等。



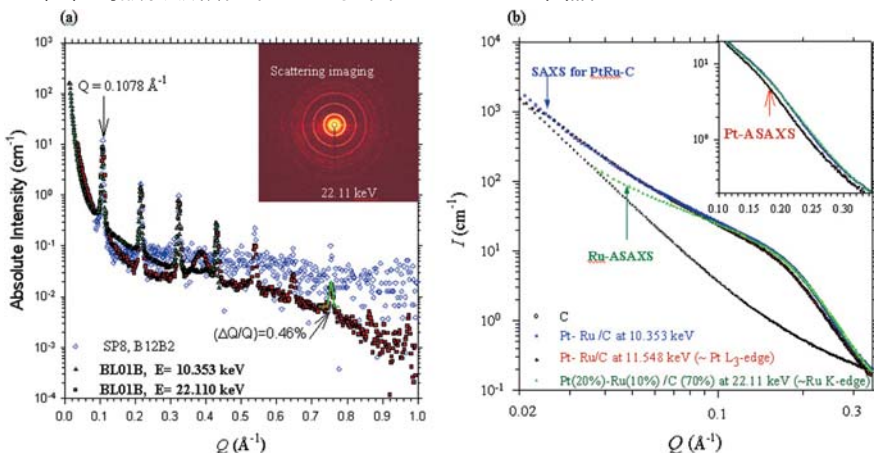
圖一 超導移頻磁鐵光束線BL01A、BL01B及BL01C光學元件配置圖。CM：圓柱準直鏡，DCM：雙晶分光儀，FM：圓環聚焦鏡，Image：顯像術，EXAFS：X光吸收譜，XRD：X光繞射，SAXS：小角度散射，Microscopy：顯微術。



圖二 超導移頻磁鐵光束線BL01B、BL01C以及增頻磁鐵光束線BL17B、BL17C在實驗站的光子通量測量值。

BL01B光束線著重於高光子通量，未安裝準直鏡，所以能量解析度主要受限於光源垂直方向的張角，能量解析 ($\Delta E/E$) 約為 10^{-3} 。我們用一個充一大氣壓氮氣的離子真空腔測量在實驗站的光子通量，結果如圖二所示，平均光子通量為 3×10^{11} photons/s/200 mA，比理論值小2.5倍，而在15 keV的能量此光子通量比增頻磁鐵光束線BL17B大77倍。於實驗站樣品處測量的橫向及縱向光束大小為 $1.5 \text{ mm} \times 0.5 \text{ mm}$ ，光束張角為 $1.5 \text{ mrad} \times 0.3 \text{ mrad}$ 。

另外，為了了解小角度散射實驗要求的Q-解析度 ($Q=4\pi \sin \theta_B / \lambda$ ，其中 θ_B 為Bragg角， λ 為入射光的波長)，我們測量Ag-behenate標準樣品於影像板 (image plate) 在入射光能量為10.35和22.11 keV所得的影像，分析出小角度散射的圖譜，結果如圖三 (a) 所示。在 $Q=0.75 \text{ \AA}^{-1}$ 處以高斯曲線估算圖譜的半高全寬，得到Q-解析度 ($\Delta Q/Q$) 為0.46%，性能良好。我們運用此Q-解析度良好的高能量X光光源配合反常小角度X光散射 (anomalous small angle X-ray scattering, 簡稱ASAXS) 的技術研究混合物多相的結構。圖三 (b) 為嵌於碳顆粒中Pt/Ru奈米粒子的ASAXS圖譜，



圖三 (a) Ag-behenate 樣品的小角度散射圖譜。
(b) 嵌於碳顆粒中 Pt/Ru 奈米粒子的反常小角度散射圖譜。

這種材料可以應用於燃料電池，作為電催化觸媒。我們選擇入射光為11.5 keV (此為Pt的L-吸收緣) 及22.1 keV (此為Ru的K-吸收緣) 附近進行實驗，結果如圖三 (b) 所示，Ru的共振吸收Q值較小，而Pt的共振吸收Q值較大。Q值愈小對應的尺寸愈大，所以此實驗結果顯示Pt-Ru奈米粒子為核層結構 (core-shell) 而非合金，Pt位於核心位置而Ru則在外層。了解此結構有助於探討其電化學催化機制及性能。

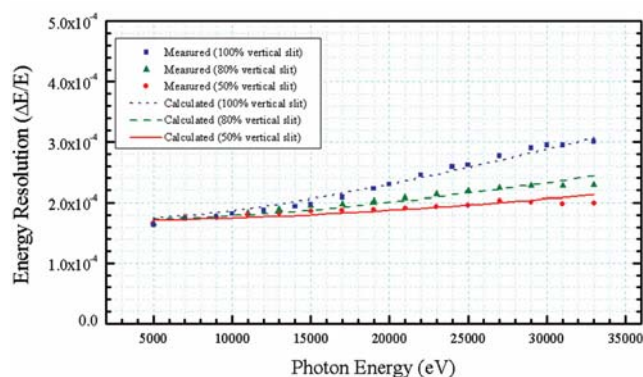
BL01C使用超導移頻磁鐵光源水平方向最內側的2 mrad，光譜能量範圍為6~33 keV。主要的光學元件包括一個圓柱準直鏡CM(C) (位於距離光源11 m處)、一個非色散式Si(111)或Si(311)雙晶分光儀DCM(C) (位於離光源13.3 m處) 和一個圓環聚焦鏡FM(C) (位於距離光源15.5 m處)。兩個鏡面的鍍膜採用白金 (Platinum)，以2.5 mrad的掠角入射，如此可得85%的反射率而截止能量為33 keV。在實驗站設置X光吸收能譜 (BL01C1) 以及X光繞射 (BL01C2) 兩套實驗系統，以進行相關的實驗。

我們以一個充一大氣壓氮氣的離子真空腔測量在實驗站BL01C1的光子通量，結果如圖二所示，平均光子通量為 2×10^{10} photons/s/200 mA，比理論值小3.5倍。於實驗站BL01C2樣品處測量的橫向及縱向光束大小為 $1.2 \text{ mm} \times 0.6 \text{ mm}$ 。

BL01C的能量解析 ($\Delta E/E$) 由測量雙晶分光儀第二個晶體在Bragg角附近改變入射角的光子強度曲線 (rocking curve)，取其半高全寬 $\Delta \theta$ ，再經由 $\Delta E/E = \cot \theta_B \Delta \theta$ 推導而得。此發散角 $\Delta \theta$ 包含雙晶分光儀兩個晶體的內秉能量解析發散角 $\Delta \theta_{\text{Darwin}}$ (亦稱為達爾文寬度，Darwin width) 的捲積 (convolution)、

光源的總發散角以及偵測器的接受角等。而在實際進行實驗時雙晶分光儀的兩個晶體是一起轉動的，此時能量解析 $(\Delta E/E)_{\text{exp}} = \cot \theta_B (\Delta \theta)_{\text{exp}}$ ，其中 $(\Delta \theta)_{\text{exp}}$ 為 $\Delta \theta$ 扣除兩個晶體達爾文寬度的捲積項，亦即只包含單一晶體的達爾文寬度和其餘總發散角，結果得到能量解析如圖四中方形點的數據所示，當光束線的狹縫全開時 $(\Delta E/E)_{\text{exp}}$ 的值為 1.7×10^{-4} 至 $3 \times$

10^{-4} 。在雙晶分光儀光束線配置準直鏡的作用是将同步輻射光的垂直張角變成近似於零，亦即變成平行光以提高能量解析力。然而由於此準直鏡長度達1m以及其為固定曲率半徑的圓柱鏡，加上鏡面研磨和安裝校準的誤差，使得垂直張角比理想值大。我們以SHADOW光跡模擬程式^[4]估計光源經準直鏡後的垂直張角，經計算的結果顯示此因素對能量解析度的影響也很大。於是我們改變位於雙晶分光儀後的狹縫的縱向寬度，比較在實驗站量得光子強度為原入射光子強度的100%、80%及50%時的能量解析 $(\Delta E/E)_{\text{exp}}$ ，結果分別如圖四中方形、三角形和圓形的數據所示，狹縫關小可減小準直鏡的使用區域，於高能量處有效地減小能量解析 $(\Delta E/E)$ 。但在低能量處效果並不顯著，因為此時能量解析度主要受晶體達爾文寬度的限制。扣除兩個晶體達爾文寬度的捲積項之能量解析 $(\Delta E/E)$ 於原入射光子強度的100%、80%及50%時的理論計算值（分別為圖四中的點線、斷線和實線所示）與測量值相當吻合。



圖四 BL01C 光束線的能量解析 $(\Delta E/E)$

我們以臨場X光吸收能譜（in-situ EXAFS）和粉末繞射實驗進一步驗證BL01C的性能。首先以臨場X光吸收能譜研究由 K_2PdCl_6 先驅物中產生Pd團簇結構的過程，探討團簇結構形成的機制。我們測量 K_2PdCl_6 於不同容量的還原劑 N_2H_5OH 中Pd的K-吸收緣EXAFS能譜，分析其 k^2 加權數據，再進行傅立葉轉換而得的半徑分布函數。結果顯示實驗開始進行時只測得Pd-Cl鍵，隨著還原劑容量的增加Pd-Cl減少而Pd-Pd明顯增加，形成Pd的金屬態團簇。此數據的訊號對雜訊比相當好，在 $k=14 \text{ \AA}^{-1}$ 時EXAFS能譜的振盪依然可以清晰地分辨。

接著我們測量嵌於0.3 mm直徑的毛細管中的

$KNiF_3$ 粉末在入射光能量為28 keV時的繞射圖譜，以曲率半徑為280 mm的影像板曝光10分鐘，結果顯示圖譜的品質良好，訊號的背景值非常小。我們也測量在入射光能量為12 keV時石英粉末的繞射圖譜，其中石英的“指紋（finger print）”可以清楚地解析，表示數據的能量解析度與空間解析度良好。由此結果顯示實驗站BL01C2進行高能量及高解析力實驗的性能優良，目前此實驗站的裝置可研究包括高壓及低濃度樣品等系統的粉末的繞射圖譜。

總結而言，我們運用新建造完成的超導移頻磁鐵光源，經廣泛討論、完善規劃設計之後已建造完成三座高能量X光光束線，提供X光顯像、小角度散射、三維X光顯微術、X光吸收能譜以及X光繞射等實驗站。這三座光束線的性能經測試結果已接近理論設計值，目前為試用階段，BL01C將於今年（93年）九月正式開放。這些嶄新的高能量X光光束線必能提供此研究領域更完善的研究環境以及更多的研究契機。

感謝光束線組同仁群策群力與研究組同仁的合作，順利完成這三座光束線的建造及性能測試。也謝謝高季昌博士以及李志浩博士熱心地協助。在此特別感謝黃清鄉博士提供超導移頻磁鐵及其光源相關的資料，胡宇光博士及蔡文立先生提供在BL01A所量得的X光顯像。

參考文獻

- [1] C. S. Hwang, P. C. Chang, D. H. Chang, F. Z. Hsial and C. T. Chen, IEEE Trans. on Appl. Supercon. 10, 503 (2000).
- [2] Y. F. Song and et al., "Conceptual Design Report for the Superconducting Wavelength Shifter X-ray Beamlines: BL01A, BL01B, and BL01C at SRRC, SRRC/RBM/IM/02-05 (2002).
- [3] Y. F. Song, C. H. Chang, C. Y. Liu, L. J. Huang, S. H. Chang, J. M. Chung, S. C. Chung, P. C. Tseng, J. F. Lee, K. L. Tsang, and K. S. Liang, Synchrotron Radiation Instrumentation: 8th International Conference, American Institute of Physics, 412-414 (2004).
- [4] C. Welna, G. C. Chen and F. Cerrina, Nucl. Instr. and Meth. 347, 344 (1994).