

## 경 X선 형광분석을 위한 모세관 광학소자 제작

조형욱\*, 박병훈\*, 김용민\*, 최철희\*\*, 최성희\*\*, 김기홍\*\*\*, 천권수\*

대구가톨릭대학교 방사선학과\*, 언어청각치료학과\*\*, 안경광학과\*\*\*

### Fabrication of X-ray monicapillary optics for soft X-ray fluorescence analysis

Hyungwook Cho\*, Byunghoon Park\*, Yongmin Kim\*, Chulhee Choi\*\*, Seonghee Choi\*\*,  
Kihong Kim\*\*\*, Kwonsu Chon\*

*Department of Radiological Science\**, *Department of Audiology and Speech-language Pathology\*\**,  
*and Department of Optometry and Vision Science\*\*\*, Catholic University of Daegu*

#### 요 약

경 X선 형광분석 기법에 사용되는 X선 튜브는 X선의 휘도가 낮아 분석의 정밀도가 떨어지고 분석 시간 또한 오래 걸린다. 모세관 집광소자를 이용하면 X선 휘도의 이득(gain)을 최소 10 이상 얻을 수가 있다. 모세관 광학소자는 8.4keV의 텅스텐 특성방사선을 효율적으로 집광할 수 있도록 설계되었다. 파이렉스 유리로 된 모세관 모재를 풀러(puller)를 이용하여 45 g의 추에 650°의 온도를 가하여 모세관 광학소자를 제작하였다. 모세관 광학소자의 제작은 총 460분이 소요되었으며 제작된 모세관 광학소자의 길이는 87 mm, X선 입사부의 직경은 300  $\mu\text{m}$ , 출구부의 직경은 192  $\mu\text{m}$ 로 제작되었다. 제작된 모세관 광학소자를 경 X선 형광분석에 적용하면 황(S)과 같은 경원소 검출의 정밀도를 높일 수 있을 것이다.

중심단어 : 모세관 광학소자, X선 집광 X선 형광분석

#### Abstract

An X-ray tube used an X-ray fluorescence analysis system has a low X-ray photon intensity which results in reducing measurement accuracy and increasing exposure time. These shortages can be overcome by using a monicapillary optics. A monicapillary optics was optimally designed for focusing the characteristic X-ray of tungsten (8.4 keV). The monicapillary optics can achieve a gain of 10 at the least. The monicapillary optics was fabricated by using puller and pyrex glass, raw material. In fabrication, a weigh of 45g and a temperature of 650° was loaded. The total fabrication time was 460 minutes. The fabricated capillary had 87 mm in length and maximum diameter of 300  $\mu\text{m}$  and minimum diameter of 192  $\mu\text{m}$ . When the fabricated monicapillary optics is applied to an X-ray fluorescence analysis system, the detection accuracy for soft elements, for example sulfur (S), will be improved.

Key Word : Monicapillary optics, X-ray focusing, X-ray fluorescence analysis

## I. 서론

X선이 필름에 의해 발견된 이래 영상 획득뿐만 아니라 물질분석에 많이 이용되고 있다. X선관은 사용이 간단하고 제작이 용이하기 때문에 다양한 분야 사용되고 있다. 일반 X선 촬영장비와 같은 X선 영상시스템과 물질을 비파괴적으로 분석할 수 있는 X선형광분석기가 대표적이다<sup>[1]</sup>. 그 중 X선형광분석기는 X선을 시료에 조사하여 시료에서 발생하는 형광 X선(특성 X선)을 검출함으로써 시료의 구성원소와 농도를 분석한다. 하지만 X선관에서 발생할 수 있는 X선의 강도가 강하지 않기 때문에 분석시간이 길고, 배경잡음이 많이 발생하여 분석의 정밀도가 낮은 단점이 있다. X선형광분석의 정밀도를 높이기 위해 형광X선의 강도를 높여려는 연구가 진행되고 있다. 우선 검출기의 성능을 높임으로써 분석의 정밀도를 높이는 방법<sup>[2]</sup>과 시료에 조사되는 X선의 강도를 높여려는 연구<sup>[3]</sup>가 대표적이다. X선관에서 발생하는 X선 보다 만 배 정도 높은 강도를 가지는 방사광 가속기에서도 형광분석은 다양한 응용분야에 적용되고 있다.

X선관에서 발생하는 X선을 광학소자를 이용하여 시료에 집광하면 분석의 배경잡음을 줄일 수 있다. X선의 집광을 위해 존플레이트(zone plate)<sup>[4]</sup>, 다층박막 거울(multilayer mirror)<sup>[5]</sup>, 복합굴절렌즈(compound refractive lens)<sup>[6]</sup>, 월터I형(Wolter type I) 전반사 거울<sup>[7]</sup>, K-B 거울(Kirkpatrick-Baez mirror)<sup>[8]</sup>, 모세관 광학소자(capillary optics)<sup>[9],[10]</sup>, 휨 단결정광학소자(bend crystal optics)<sup>[11]</sup>와 같은 광학소자들이 사용되고 있다. 모세관 광학소자는 전반사를 이용하는 X선 광학소자로 입사각이 매우 작아 반사율이 매우 높다. 따라서 모세관 내벽을 따라 여러 번 반사하여도 전체 반사율은 크게 나빠지지 않아 형광분석에 사용되는 집광소자로 매우 적합한 소자이다.

모세관 광학소자는 응용 목적에 따라 다양한 모양을 가질 수 있다. 즉, 깔때기 모양(tapered shape), 포물선 또는 타원 형상을 가질 수 있다. X선을 시료의 좁은 면적에 집광하기 위해서는 타원형상이 바람직하다<sup>[12]</sup>. 본 연구에서는 다중 반사하지 않고 한번만 반사되도록 한 타원형상을 갖는 모세관 광학소자를 설계하

고 제작하는 것을 다룬다.

## II. 모세관 광학소자의 설계

X선 형광분석기술은 물질속의 유해한 중금속 검출에 매우 용이하다. 그러나 수은(Ag)과 납(Pb) 같은 중금속의 특성 또는 형광 X선은 9 keV 이상에서 나타난다. 이러한 검출에서는 광학소자 없이 효율적으로 측정할 수 있으나, 황(S)과 같은 경원소들은 8 keV 보다 낮은 에너지에 영역에서 형광 X선이 나타나기 때문에, 시료에 조사하는 X선의 에너지도 8 keV 보다 조금 높은 에너지를 선정하는 것이 바람직하다. 텅스텐 타킷의 L 계열의 특성방사선이 많이 출력되도록 관전압과 관전류를 선정하고 모세관 광학소자를 적용한다면 시료에 텅스텐 특성방사선을 보다 많이 조사할 수 있어 형광신호의 노이즈를 줄일 수 있어 분석의 정밀도를 높일 수 있을 것이다.

X선의 집광을 위해 비구면인 타원을 고려하였다. 그림 1에서와 같이 타원은 두 개의 초점을 가지고, 평면 위의 두 초점에서 길이의 합이 같은 점의 집합으로 구성된 곡선이다. 광학적인 측면에서 타원 한 초점에서 출발한 빛은 그림 1과 같이 타원면의 내부에 반사되면 반드시 다른 한 초점으로 모이게 된다. 타원은 식(1)과 같이 정의 될 수 있다.

$$\frac{x^2}{a^2} + \frac{y^2}{b^2} = 1 \dots\dots\dots (1)$$

여기서 a와 b는 장축과 단축이고 초점은 장축과 타원의 이심률(e)의 곱으로 나타낼 수 있다. 장축과 단축을 결정함으로써 초점을 결정할 수 있다. 반대로 초점과 최대직경을 결정한다면 장축을 결정할 수 있다. 2차원 타원을 회전대칭으로 광학소자를 제작하면 3차원의 타원체가 되고 c=b와 같은 값을 가지게 된다. 따라서 타원체의 모양을 결정하기 위해서는 장축과 단축을 결정하는 것으로 귀결된다.

$$\frac{x^2}{a^2} + \frac{y^2}{b^2} + \frac{z^2}{c^2} = 1 \dots\dots\dots (2)$$

모세관 광학소자를 이용하기 위해서는 그림 1의 좌측 초점에 X선관의 초점을 위치시키고, 우측 초점에

시료를 놓으면 집광효과를 얻을 수 있다. 모세관 광학소자의 사양은 장축, 단축, 그리고 모세관 광학소자의 길이를 결정하면 된다. 장축과 단축은 모세관 광학소자의 중심 위치에서 입사각인 중심입사각, 그림 1의 좌측 초점에서 모세관 광학소자의 중심까지의 거리와 이 지점에서 우측 초점까지의 거리의 비로 결정되는 배율을 정함으로써 구해진다. 1.435 mrad의 중심입사각, 2.248의 배율, 87 mm의 모세관 광학소자 길이로써 모세관 광학소자의 사양을 결정하였다. 이때 최대직경은 300  $\mu\text{m}$ 이고 최소직경은 192  $\mu\text{m}$ 였다. 중심입사각을 결정할 때는 사용되는 X선의 에너지와 모세관 광학소자의 재질을 고려해야 한다<sup>[13]</sup>. 이것은 모세관 광학소자의 내부 벽면에서 반사되는 X선의 반사율이 입사각도와 재질의 굴절률에 의존한다는 것을 의미한다. 실질적인 측면에서 재질의 표면거칠기도 X선의 반사율에 큰 영향을 미친다. 모세관 광학소자 설계측면에서는 높은 반사율을 보장하기 위하여 모세관 광학소자의 전 영역에 대해 전반사각 보다 작도록 설계를 한다<sup>[14]</sup>. 그림 2는 파이렉스 유리 표면에서 반사되는 8.4 keV 텅스텐 La $\alpha$  특성방사선에 대한 반사율을 나타내었다. 3.36 mrad 이상까지 90% 이상의 반사율을 나타낼 수 있다. 이 때 8.4 keV 텅스텐 특성방사선에 대한 전반사각은 3.77 mrad이고 이 각 이상의 입사각도에 대해서는 반사율이 급격히 떨어지고 대략 4.4 mrad 이상에서는 10% 미만의 반사율을 보인다.

설계된 모세관 광학소자의 길이에 대한 입사각과 그에 따른 반사율을 조사하였다. 그림 3은 8.4 keV의 X선 에너지에 대하여 평균 반사율은 98.86%로 거의 손실 없이 반사되는 것을 알 수 있다. 모세관 광학소자의 내면 반사면의 표면거칠기를 0.3 nm로 가정하였다. 유리계열에서는 이 값은 어렵지 않게 달성할 수 있다. X선관의 초점부터 시료까지의 거리는 226.45 mm이고, 모세관 광학소자의 끝단(최소 직경 부분)에서 시료의 위치까지의 거리는 26.22 mm이다. 모세관 광학소자의 끝단부터 시료까지의 거리가 매우 가깝지 않기 때문에 시료를 위치시키고, 모세관 광학소자를 정렬하는데 어려움이 없을 것으로 예상된다. 예상 X선 이득은 대략 26.85 정도이나, 제작시의 형상오차, 정렬의 어려움 등으로 인해 대략 10 정도의 이득이 획득 될 것이라 예상된다.

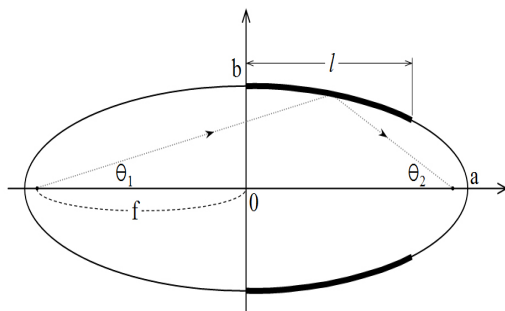


그림 1. 타원모양의 모세관 광학소자의 개념도. 타원에서 두꺼운 선으로 된 부분이 모세관 광학소자가 됨

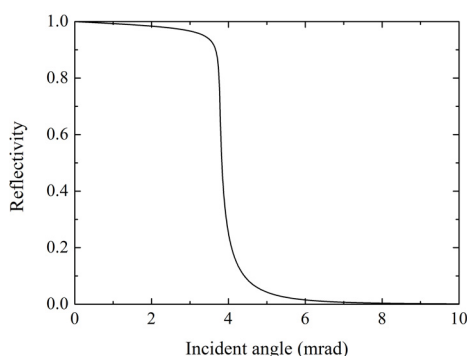


그림 2. 파이렉스 유리(pyrex glass)에 대한 8.4keV 에너지를 갖는 X선의 반사율

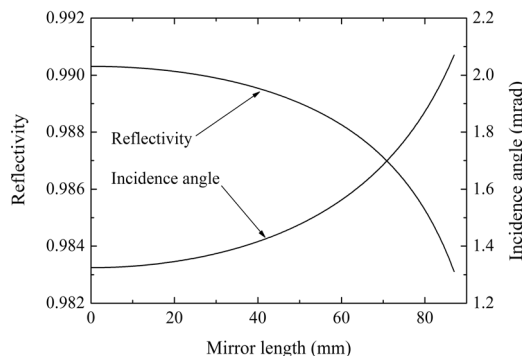


그림 3. 설계된 모세관 광학소자의 거리에 대한 입사각도와 반사율

### III. 모세관 광학소자의 제작

모세관 광학소자를 제작하는 풀러(puller)는 크게 광학소자의 모제인 모세관에 열을 가해주는 화로, 화로를 움직여 주는 이송장치, 모세관을 고정해주는 장치

로 구성되어 있다. 모세관 모세관에 일정한 온도를 지속적으로 가해주기 위해서는 온도제어가 잘되는 화로가 필수적이다. 화로는 900°C에서 ±0.1°C까지 제어 가능하도록 하였고, 화로의 이동은 600 mm를 최대 1 μm까지 조절할 수 있도록 했다.

모세관 광학소자를 제작하기 위해 우선 모재를 화로 중앙에 위치시키고, 모재의 아래쪽을 풀러의 아래쪽 고정부에 고정하고 상부는 고정 장치를 이용하여 고정하고 추가 달려있는 줄에 연결한다. 줄에 장력을 가해지도록 추를 달았다. 화로의 온도를 모재의 용융점 근처까지 가열한다. 모재가 서서히 녹으면서 늘어지면 모재를 타원 형상으로 만들기 위하여 화로를 동시에 천천히 이동시킨다. 제작하고자 하는 길이와 직경이 될 때까지 화로를 가열하면서 이동시킨다. 제작을 완료 한 후 모재를 절단하면 모세관 광학소자가 완성된다.

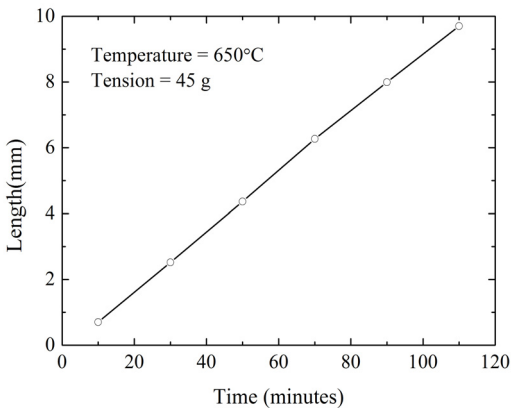


그림 4. 45g의 장력과 650°C의 화로 온도에서 시간에 따른 모세관의 늘어나는 길이

모세관 광학소자의 제작은 모세관 광학소자의 외벽 두께(직경)가 줄어든 만큼 같은 비율로 내경도 줄어든다는 사실에 바탕을 두었고, 여러 번의 측정하여 사실을 확인하였다. 모재로는 외경이 4 mm이고 내경이 300 μm인 파이렉스 유리를 사용하였다. 제작변수는 추의 무게와 화로의 온도 두 가지 있다. 본 실험에서는 추의 무게를 45 g으로 고정하고 온도를 조절해서 타원 형상을 만들도록 하였다. 파이렉스 유리의 용융점인 650°C로 조절하고 모세관이 늘어나는 정도를 측정하였다. 그림 4에서 나타난 것과 같이 시간에 따라 선형

적으로 늘어남을 알 수 있다. 장력을 높이기 위해 추를 증가시키면 가열 중간에 모재가 빨리 늘어나 중간에 끊어지는 일들이 종종 발생하였다. 온도를 낮추면 늘어나는 길이가 매우 작아진다. 예를 들면 화로의 온도가 630°C이면 2시간동안 4 mm 정도 늘어난다. 시간에 따라 늘어나는 정보를 이용하여 타원의 형상을 제작하기 위해 각 점에 머물러 있는 시간을 조절하여 설계된 모세관 광학소자를 제작하였다. 총 제작시간은 460분이었다. 그림 5는 제작된 모세관 광학소자를 나타낸 것이다. 제작된 것을 다이아몬드 날로 절삭하면 모세관 광학소자가 완성된다. 다이아몬드 날로 절삭할 때 길이 오차는 대략 1 mm 정도이다.

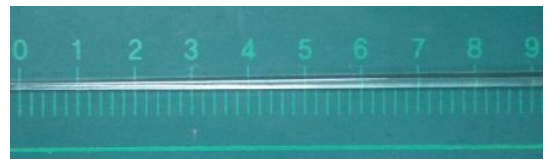


그림 5. 제작된 모세관 광학소자

#### IV. 결론

X선관에서 나오는 방사선 빔의 휘도를 높이기 위해 사용되는 모세관 광학소자를 제작하였다. 모세관 광학소자의 모재로 용융점이 650°정도인 파이렉스 유리를 사용했다. 추는 45 g으로 고정하여 제작 변수를 줄였으며 화로의 온도 650°으로 설계된 모세관 광학소자를 제작하였다. 제작된 모세관 광학소자는 8.4 keV의 텅스텐 특성방사선을 효율적으로 집광할 수 있도록 설계되었으며 모세관 광학소자와 시료와의 거리는 26.22 mm가 되도록 하였다. 제작된 모세관 광학소자를 이용하면 황(S)과 같은 경원소 검출에서 정밀도를 높일 수 있을 것이다.

설계된 모세관 광학소자와 가깝게 제작하기 위해서는 풀러를 개선할 필요가 있다. 모재 모세관을 화로의 정중앙에 위치시키는 장치가 추가적으로 필요할 것으로 보인다. 이는 모세관에 균일한 온도를 가할 수 있을 것이다. 가열되는 열이 균일하지 않으면 모세관 광학소자의 회전대칭이 깨지거나 형상의 정밀도가 떨어지게 된다. 또한 계절 및 주위 온도에 따라 모재의 녹는 온도가 달라지기 때문에 온도를 일정하게 유지시

키고, 진동이 없는 밀폐된 제작 환경속에 풀러를 위치시키는 것도 필요할 것으로 예상된다.

#### Acknowledgement

이 논문은 2011년도 교육과학기술부 기초연구사업 및 국제협력연구사업(No.2011-0005722, No.C00016), 지식경제부 첨단연구장비경쟁력향상사업(No. 10038749)의 지원으로 수행되었음.

#### 참 고 문 헌

- [1] S. Bichlmerier, K. Janssens, J. Heckel, P. Hoffmann, and H. M. Orter, "Comparative material characterization of historical and industrial samples using a compact micro XRF spectrometer", *X-ray Spectrom.*, Vol. 31, pp.87-91, 2002.
- [2] C. Fiorini, A. Longoni, and A. Bjeoumikhov, "New detection system with polycapillary conic collimator for high-localized analysis of X-ray fluorescence emission", *IEEE Trans. Nucl. Sci.*, Vol. 48, pp.268-271, 2001.
- [3] U. Arndt, P. Duncumb, J. V. P. Long, L. Pina, and A. Inneman, "Focusing mirrors for use with microfocus x-ray tubes", *J. Appl. Cryst.*, Vol. 31, pp.733-741, 1998.
- [4] B. Cai, W. Yun, D. Degnini, Y. Xiao, J. Chrzas, P. Viccaro, V. White, S. Bajikar, D. Dento, F. Cerrina, E. Fabrizio, M. Gentili, L. Grella and M. Baciocchi, "Hard x-ray phase zone plate fabricated by lithographic technique", *Appl. Phys. Lett.* Vol. 61, pp.1877-1879, 1992.
- [5] J. Hunderwood, T. Barbee Jr., and C. Frieber, "X-ray microscope with multilayer mirrors", *Appl. Opt.* Vol. 25, pp.1730-1732, 1986.
- [6] A. Snigirev, V. Kohn, I. Snigireva, and B. Lengeler, "A compound refractive lens for focusing high-energy X-rays", *Nature*, Vol 384, pp.49-51, 1996.
- [7] K. S. Chon, Y. Namba, K. W. Kim, S. Kang, and K. H. Yoon, "Fabrication of a soft x-ray microscope mirror using an epoxy replication method", *Optical Engineering*, Vol. 47, pp.013401, 2008.
- [8] P. Kirkpatrick and A. Baez, "Formation of Optical Images by X-rays", *J. Opt. Soc. Am.*, Vol. 38, pp.766-773, 1948.
- [9] D. H. Bilderback, "Microbeam generation with capillary optics", *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 66, pp.2059-2063, 1995.
- [10] Y. I. Dudchik, F. F. Komarov and Y. A. Konstantinov, "Formation of X-ray beams with the aid of a tapered micro capillary", *Tech. Phys.* Vol. 43. pp.562-564, 1998.
- [11] T. Missalla, I. Uschmann, E. Forster, G. Jenke, and D. von der Linde, "Monochromatic focusing of subpicosecond x-ray pulse in the keV range", *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 70, pp.1288-1299, 1999.
- [12] Y. Yan and X. Ding, "Investigation of X-ray fluorescence analysis with an X-ray focusing system", *Nucl. Instrum. Meth. B*, Vol 82, pp.121-124, 1993.
- [13] A. H. Compton and S. K. Allison, *X-rays in Theory and Experiment*, Braunworth and Company, Inc., New York, 1936.
- [14] B. Chen, "Theoretical consideration of X-ray transmission through cylinder capillaries", *Rev. Sci. Instrum.* Vol. 72, pp.1350-1353, 2001.