

# 冲击加载下 LiF 晶格形变的闪光 X 射线衍射测量

唐 波<sup>1,2</sup>, 黑东炜<sup>2</sup>, 马 戈<sup>2</sup>, 盛 亮<sup>2</sup>, 欧阳晓平<sup>2</sup>, 周海生<sup>2</sup>, 魏福利<sup>2</sup>, 夏惊涛<sup>2</sup>, 罗剑辉<sup>2</sup>, 刘 旭<sup>2</sup>

<sup>1</sup>清华大学工程物理系, 北京 100084;

<sup>2</sup>西北核技术研究所强脉冲辐射环境模拟与效应国家重点实验室, 陕西 西安 710024

**摘要** 在轻气炮加载实验平台上, 利用小型闪光 X 射线源建立了一套脉冲 X 射线衍射测量系统。利用该测量系统对平面冲击加载条件下 LiF 晶体微观结构变化进行了研究, 得到了不同冲击加载压力下 LiF 晶体的单次脉冲 X 射线衍射图像。实验结果表明: 沿[100]晶向加载, LiF 晶体晶格发生了压缩, 压缩量与衍射峰偏移量相关; 基于小型闪光 X 射线源的脉冲 X 射线衍射测量系统可实现冲击压缩下材料微观结构变化的定量化测量, 同时具有体积小、操作简单等优点, 为研究弹塑性形变微观机理提供了一种有效手段。

**关键词** X 射线光学; X 射线衍射; 冲击压缩; 闪光 X 射线; LiF 晶体

**中图分类号** O766+.3 **文献标识码** A

**doi:** 10.3788/AOS201737.0634001

## Flash X-ray Diffraction Measurement of LiF Crystal Deformation Under Shock Loading

Tang Bo<sup>1,2</sup>, Hei Dongwei<sup>2</sup>, Ma Ge<sup>2</sup>, Sheng Liang<sup>2</sup>, Ouyang Xiaoping<sup>2</sup>, Zhou Haisheng<sup>2</sup>, Wei Fuli<sup>2</sup>, Xia Jingtao<sup>2</sup>, Luo Jianhui<sup>2</sup>, Liu Xu<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Department of Engineering Physics, Tsinghua University, Beijing 100084, China;

<sup>2</sup>State Key Laboratory of Intense Pulsed Radiation Simulation and Effect, Northwest Institute of Nuclear Technology, Xi'an, Shaanxi 710024, China

**Abstract** A pulse X-ray diffraction measurement system is established by using a miniaturized flash X-ray source on gas gun loading experimental platform. The system is used to study the microstructure change of LiF crystal lattice under plate shock loading experiments. Single pulse X-ray diffraction images from LiF crystals are obtained under different shock loading pressures. Experimental results show that crystal lattice of LiF is compressed when LiF crystal is loaded along [100] orientation, and the amount of compression is related to the shift of diffraction peak position. Quantitative measurement of material microstructure change under shock compression can be achieved by pulse X-ray diffraction measurement system using miniaturized flash X-ray source. The system described here has advantages such as small size and easy to use, and it provides effective method to study the microscopic mechanism of elastic-plastic deformation.

**Key words** X-ray optics; X-ray diffraction; shock compression; flash X-ray; LiF crystal

**OCIS codes** 340.7480; 050.1940; 340.7440

## 1 引 言

当材料受到瞬态载荷作用时, 其内部形成高压冲击波, 压力、密度及内能发生急剧变化, 研究材料冲击压缩特性在国防及工业领域都具有十分重要的意义。目前, 大多数测量方法都是流体动力学层面上的宏观测量方法, 无法提供冲击压缩材料的瞬时微观结构信息, 探索微观尺度的瞬态实验测量技术尤为迫切<sup>[1]</sup>。X 射线衍射技术是认识物质微观世界的重要途径及材料结构分析的重要手段。脉冲 X 射线衍射图像是材料瞬

收稿日期: 2017-01-12; 收到修改稿日期: 2017-02-17

作者简介: 唐 波(1991—), 女, 博士研究生, 主要从事 X 射线衍射方面的研究。E-mail: tang-b12@mails.tsinghua.edu.cn

导师简介: 黑东炜(1969—), 男, 博士, 研究员, 主要从事辐射测量与诊断技术方面的研究。

E-mail: heidongwei@nint.ac.cn

时晶格结构的直接体现,同时 X 射线穿透能力强,相比于其他光学测量技术(瞬态拉曼光谱法、红外吸收光谱法等),脉冲 X 射线衍射在高温高压等极端条件下具有更加广阔的应用前景。

自 20 世纪 60 年代 Johnson 等<sup>[2]</sup>首次获得纳秒时间尺度的静态 X 射线衍射图像后,脉冲 X 射线衍射测量技术引起了国际上各大实验室的重视。国外学者为获得冲击材料高质量的脉冲 X 射线衍射数据,实现微观结构变化的定量化测量做了较多工作。目前该技术在冲击压缩领域取得了许多研究成果,具有代表性的是 Gupta<sup>[3-10]</sup>和 Wark<sup>[11-13]</sup>。脉冲 X 射线衍射测量技术可对材料晶格形变进行直接测量,为研究材料弹塑性形变及相变过程的微观机理提供重要信息。在国内,脉冲 X 射线衍射技术研究不多,王海容等<sup>[14]</sup>曾利用瞬态 X 射线衍射技术对激光加载条件下材料微观特性进行了诊断研究。然而,激光加载技术复杂度较高,系统体积庞大,成本昂贵;同时激光驱动冲击波加载面临平面性、稳定性、均匀性等问题,不利于 X 射线衍射结果的定量分析。相比之下,轻气炮加载方式具有较高的可控性,产生的冲击波平面特性好<sup>[15]</sup>,同时与闪光 X 射线源配合,系统成本低、易使用。本文主要介绍了轻气炮加载下的脉冲 X 射线衍射测量技术,通过实验获得了不同冲击加载压力下 LiF 晶体的单次脉冲 X 射线衍射图像,并给出了晶格形变信息。

## 2 实 验

### 2.1 实验原理

X 射线衍射图像是晶体内部结构信息的直接反映,衍射 X 射线的方向可以用布拉格方程描述,表示为:

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

式中  $d$  是晶面间距,  $\theta$  是衍射角,  $k$  是衍射级次,  $\lambda$  是入射 X 射线波长。若 X 射线波长已知,根据布拉格方程就可以求出待测晶体的晶面间距  $d$ 。当材料受到冲击压缩时,晶面间距  $d$  发生变化,此时 X 射线波长不变,衍射角  $\theta$  会发生变化,相应地在探测器上所形成的衍射条纹会移动。衍射角改变量  $\Delta\theta$  与晶格间距变化量  $\Delta d$  的关系可以表示为:

$$\frac{\Delta d}{d_0} = 1 - \frac{\sin \theta_0}{\sin(\theta_0 + \Delta\theta)}, \quad (2)$$

式中  $d_0$  和  $\theta_0$  分别为初始晶面间距和初始衍射角。冲击加载实验中,在同一光路条件下,通过测量材料静态和冲击压缩状态时衍射峰位的变化可直接获得  $\Delta\theta$ ,从而确定各种晶向和加载条件下的  $\Delta d$  值。

### 2.2 实验装置

利用一级轻气炮驱动飞片与待测样品撞击,使其处于一维应变状态,同时保证晶体晶轴方向与冲击波传播方向相同。气炮加载实验及脉冲 X 射线衍射测量系统布局如图 1 所示。飞片材料为 6061-T6 Al,速度范围为 200~950 m/s,具体值由激光测速系统在碰撞前测量得到。

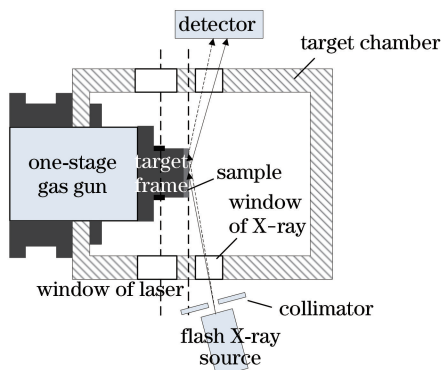


图 1 气炮加载实验脉冲 X 射线衍射测量系统示意图

Fig. 1 Schematic diagram of pulse X-ray diffraction measurement system for gas gun loading experiment

脉冲 X 射线衍射测量系统主要由闪光 X 射线源、准直器及二维 X 射线探测器组成。闪光源输出 X 射线脉冲经准直器入射到待测晶体表面发生衍射后由二维成像探测器收集记录。闪光 X 射线源为 Scandiflash AB 公司的 TD-450S 系统, X 射线管采用可更换的 Mo 阳极,电子加速电压范围为 160~

480 kV,输出 X 射线的脉冲宽度为 25 ns。光源的焦点尺寸为 2.5 mm,距射线管窗口 1 m 处每脉冲输出剂量为 24 mR。实验中设定闪光 X 射线源的输入电压为 220 kV。光路中设置孔径 1 mm,长度 10 mm 的针孔准直器,可提高测量系统的空间分辨率,同时入射 X 射线具有一定的发散度,可满足冲击压缩前后待测样品衍射角的变化。探测器使用富士公司的 IP 板 ST-VI,空间分辨率为 100  $\mu\text{m}$ 。

由于闪光 X 射线源强度限制,待测晶体选择衍射效率较高的 LiF 单晶,晶面方向为[100]。LiF 为面心立方结构,晶格常数为 0.4027 nm,对应 Mo 特征线的衍射参数如表 1 所示。每一发实验前都需要准确调整入射 X 射线与待测晶体之间的夹角以满足布拉格衍射条件。实验前先获取 LiF[200]的静态 X 射线衍射图像,便于与冲击压缩下形变晶体的衍射结果相比对。当飞片与样品靶撞击产生压缩冲击波传入样品靶时,压电探针输出触发信号,经同步系统设定的延迟时间后触发闪光 X 射线源输出短 X 射线脉冲获取待测晶体的瞬时 X 射线衍射图像。实验中将光电倍增管放置在 X 射线窗口附近,用于记录 X 射线脉冲输出的精确时刻。

表 1 LiF[200]对应 Mo 特征线的衍射参数

Table 1 LiF [200] diffraction parameters corresponding to Mo characteristic line

LiF orientation	Lattice parameter $2d$ /nm	Diffraction angle of Mo-K $_{\alpha 1}$ $\vartheta(K_{\alpha 1})$ /( $^{\circ}$ )	Diffraction angle of Mo-K $_{\alpha 2}$ $\vartheta(K_{\alpha 2})$ /( $^{\circ}$ )
[200]	0.4027	10.1442	10.2061

由于冲击波到达探测区域的时间不确定性、闪光 X 射线源的抖动以及探测区域冲击状态持续时间短等原因,使冲击波与 X 射线脉冲的精确同步相当困难。为了使 X 射线曝光时样品待测区域处于稳定的冲击压缩状态,实验过程中综合考虑了以下 3 点:1)采用多层样品靶结构,在待测晶体自由面放置背板层,以延长样品被探测区域高压状态的持续时间。背板层应选用低原子序数的非晶材料,实验中使用 Alfa Aesar 公司的玻璃碳(GC);2)对闪光 X 射线源高压发生器建立时间及抖动进行实验研究,尽可能减小光源的抖动;3)采用快响应压电探针提供测量系统的总触发信号。

### 3 实验结果及分析

在西北核技术研究所  $\Phi 57$  mm 一级轻气炮上共进行了 4 发实验。实验相关参数如表 2 所示,其中  $V_{\text{flyer}}$  为飞片与样品靶的撞击速度,  $P_{\text{in}}$  为冲击波入射到 LiF 晶体中的压力值,  $P_{\text{ref}}$  为冲击波到达 LiF 晶体与背板层交界面时由于冲击阻抗不同经反射稀疏波卸载后的压力值。  $P_{\text{in}}$  和  $P_{\text{ref}}$  利用样品靶各部分的雨贡纽关系<sup>[10]</sup>及阻抗匹配技术计算得到。

表 2 冲击加载实验相关参数

Table 2 Parameters of shock loading experiments

No.	Flyer velocity $V_{\text{flyer}}$ / ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )	Input stress $P_{\text{in}}$ /GPa	Reflected stress $P_{\text{ref}}$ /GPa
1	504	3.74	2.39
2	492	3.65	2.33
3	349	2.56	1.68
4	428	3.16	2.04

4 次实验获得了不同冲击加载压力下 LiF 晶体的脉冲 X 射线衍射数据,如图 2 所示。对衍射谱线进行峰形处理及高斯拟合,得到衍射峰的偏移量  $\Delta x$ ,定义衍射峰向右移动  $\Delta x$  为正,衍射峰向左移动  $\Delta x$  为负。图 3 给出了加载压力为 2.33 GPa 时脉冲 X 射线衍射谱线的高斯拟合结果。

X 射线脉冲的探测时刻在冲击波到达 LiF 晶体与背板层交界面之后,这段时间间隔内 LiF 晶体沿冲击波传播方向发生宏观位移,该位移也会造成衍射条纹的偏移。因此实验测得的衍射峰偏移量由两部分组成:

$$\Delta x = \Delta x_{\text{def}} + \Delta x_{\text{tran}}, \quad (3)$$

式中  $\Delta x_{\text{def}}$  为晶格形变引起的偏移量,  $\Delta x_{\text{tran}}$  为晶体宏观位移引起的衍射峰偏移量,表 3 列出了  $\Delta x_{\text{tran}}$  的计算结果。  $\Delta x_{\text{def}}$  与衍射角改变量  $\Delta\theta$  具有唯一对应关系,由  $\Delta x_{\text{def}}$  结合光路几何布局可以得到  $\Delta\theta$ 。通过(2)式可由衍射角的改变量获得晶体由未压缩状态到压缩状态时晶格间距的变化,计算结果如表 3 所示。

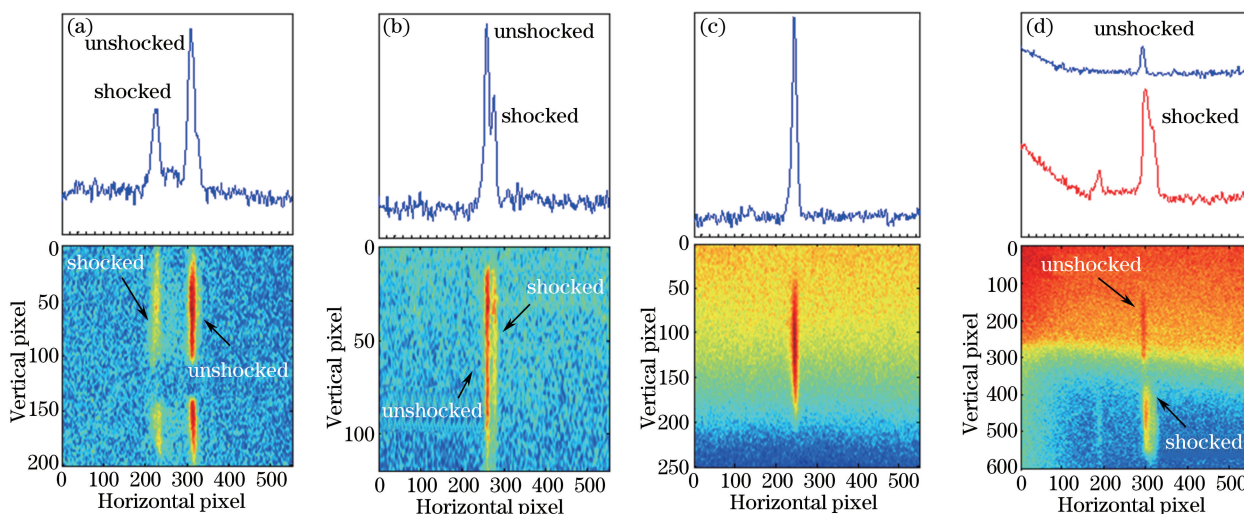


图 2 沿[100]晶向加载 LiF 单晶脉冲 X 射线衍射图像。撞击速度为：(a) 504 m/s；(b) 492 m/s；(c) 349 m/s；(d) 428 m/s  
 Fig. 2 Pulse X-ray diffraction patterns of LiF single crystal shocked along [100] orientation.  
 Impact velocity: (a) 504 m/s; (b) 492 m/s; (c) 349 m/s; (d) 428 m/s

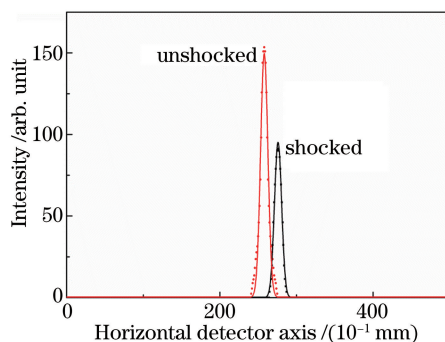


图 3 加载压力为 2.33 GPa 时 LiF 单晶脉冲 X 射线衍射数据  
 Fig. 3 Pulse X-ray diffraction data from LiF single crystals shocked under 2.33 GPa

表 3 冲击加载实验测量结果  
 Table 3 Results of shock loading experiments

No.	Shift of diffraction peak $\Delta x$ /mm	Translation of LiF/GC $\Delta x_{\text{tran}}$ /mm	Shift from lattice deformation $\Delta x_{\text{def}}$ /mm	Change of diffraction angle $\Delta\theta$ /( $^{\circ}$ )	Change in lattice spacing $\Delta d/d_0$ /%
1	-8.6	0.100	-8.700	1.08	9.52
2	1.8	0.147	1.653	0.18	1.73
3	-	-	-	-	-
4	0.6	0.059	0.541	0.06	0.57

图 2(a)为实验 1 获得的脉冲 X 射线衍射图像,与静态相比,动态衍射条纹对应的衍射角减小,即 X 射线曝光时晶体处于晶格间距增大状态。考虑可能由以下原因造成:样品靶中 LiF 单晶前表面放置  $\approx$  切石英缓冲层,实验前石英缓冲层中心破裂使 LiF 晶体待测区域受到稀疏波影响而不满足一维应变状态。实验 2 获得了加载压力 2.33 GPa 时 LiF 单晶的衍射峰偏移量为 1.8 mm,扣除 LiF 晶体宏观位移的影响,得到晶格形变量为 1.73%。实验 3 撞击速度为 349 m/s, X 射线曝光时 LiF 内的加载压力约为 1.68 GPa。从图 2(c)可以看出动态衍射条纹与静态衍射条纹重合,原因是此时的晶格形变量较小,相应衍射条纹移动量也较小,小于衍射条纹半峰全宽,导致无法区分。实验 4 为避免出现动态条纹与静态条纹重叠的情况,在获取静态衍射条纹后,将成像板在垂直方向移动 2.5 cm,结果如图 2(d)所示,计算得到加载压力 2.04 GPa 时 LiF 单晶的晶格形变量为 0.57%。

## 4 结 论

采用飞片撞击加载方式,利用小型闪光 X 射线源测量了 LiF 单晶在一维应变状态下的脉冲 X 射线衍射图像。实验结果表明,所建立的脉冲 X 射线衍射诊断系统实现了平面冲击压缩实验中材料瞬时晶格形变的测量,为冲击压缩过程的微观诊断提供了有用信息。由于闪光源输出单次 X 射线脉冲强度低,使得系统准直器内径无法进一步缩小,造成衍射条纹展宽;且闪光源焦点尺寸较大,限制了测量系统的空间分辨率。下一步考虑采用窄狭缝准直、X 射线聚焦透镜及高空间分辨的 X 射线探测器等方法提高测量系统的最小分辨能力,更完整地测量冲击固体的微观结构信息。

## 参 考 文 献

- [1] Gupta Y M. Shock wave experiments at different length scales: Recent achievements and future challenges[C]. AIP Conference Proceedings, 2000, 505(3): 3-10.
- [2] Johnson Q, Keeler R N, Lyle J W. X-ray diffraction experiment in nanosecond time intervals[J]. Nature, 1967, 213 (5081): 1114-1115.
- [3] Rigg P A, Gupta Y M. Real-time X-ray diffraction to examine elastic-plastic deformation in shocked lithium fluoride crystals[J]. Applied Physics Letters, 1998, 73(12): 1655-1657.
- [4] Gupta Y M, Zimmerman K A, Rigg P A, *et al.* Experiment developments to obtain real-time X-ray diffraction measurements in plate impact experiments[J]. Review of Scientific Instruments, 1999, 70 (10): 4008-4014.
- [5] d'Almeida T, Gupta Y M. Real-time X-ray diffraction measurement of the phase transition in KCl shocked along [100] [J]. Physical Review Letters, 2000, 85(2): 330-333.
- [6] Turneaure S J, Gupta Y M. Real time synchrotron X-ray diffraction measurements to determine material strength of shocked single crystals following compression and release[J]. Journal of Applied Physics, 2009, 106(3): 033513.
- [7] Turneaure S J, Gupta Y M, Zimmerman K A. Real-time microstructure of shocked LiF crystals: use of synchrotron X-rays[J]. Journal of Applied Physics, 2009, 105(5): 053520.
- [8] Turneaure S J, Gupta Y M. Material strength determination in the shock compressed state using X-ray diffraction measurements[J]. Journal of Applied Physics, 2011, 109(12): 123510.
- [9] Gupta Y M, Turneaure S J. Real-time, high-resolution X-ray diffraction measurements on shocked crystals at a synchrotron facility[J]. Review of Scientific Instruments, 2012, 83(12): 123905.
- [10] Rigg P A. Real-time X-ray diffraction to examine lattice deformation in shocked lithium fluoride crystals [D]. Washington : Washington State University, 1999.
- [11] Wark J S, Whitlock R R, Hauer A A, *et al.* Shock launching in silicon studies with use of pulsed X-ray diffraction[J]. Physical Review B, 1987, 35(17): 9391-9394.
- [12] Wark J S, Whitlock R R, Hauer A A. Subnanosecond X-ray diffraction from laser-shocked crystals [J]. Physical Review B, 1989, 40(8): 5705-5715.
- [13] Kalantar D H, Belak J F, Wark J S. Direct observation of the  $\alpha$ - $\epsilon$  transition in shock-compressed iron via nanosecond X-ray diffraction[J]. Physical Review Letters, 2005, 95(7): 075502.
- [14] Wang Hairong, Xiao Shali, Yang Qingguo, *et al.* Transient X-ray diffraction to diagnose elastic deformation of shocked lithium fluoride single crystal[J]. High Power Laser and Particle Beams, 2014, 26(2): 024004.  
王海容, 肖沙里, 阳庆国, 等. 诊断 LiF 单晶弹性变形的瞬态 X 射线衍射 [J]. 强激光与粒子束, 2014, 26(2): 024004.
- [15] Jing Fuqian. Introduction to equation of state of matter experimentally[M]. Beijing: Chinese Science Press, 1999.  
经福谦. 实验物态方程导引[M]. 北京: 科学出版社, 1999.