

doi:10.3788/gzxb20174612.1211004

闪光 X 射线衍射成像系统设计及实验方法

唐波^{1,2}, 黑东炜², 马戈², 盛亮², 魏福利², 夏惊涛², 罗剑辉², 周海生²

(1 清华大学 工程物理系, 北京 100084)

(2 强脉冲辐射环境模拟与效应国家重点实验室(西北核技术研究所), 西安 710024)

摘 要:为实现材料在冲击加载下微观动力学响应测量,基于小型闪光 X 射线源开展衍射成像系统设计,利用直流 X 光机及高纯锗探测器实现系统衍射光路的精确调节,克服了闪光 X 射线瞬时强度高及连续辐射本底强导致的衍射角度确定困难,并采用 Scandiflash AB 公司 TD-450S 和成像板建立了衍射成像系统,应用该系统在冲击加载实验中获得了 LiF 单晶单脉冲的 Mo-K α 线静态及动态衍射图像,该闪光 X 射线衍射系统时间分辨率可达 25 ns,为冲击压缩实验中材料瞬时结构变化测量提供了新的实验方法。

关键词:X 射线衍射;闪光 X 射线;冲击压缩实验;LiF 单晶;微观响应

中图分类号:O766.3

文献标识码:A

文章编号:1004-4213(2017)12-1211004-5

Flash X-ray Diffraction Imaging System and Study on Experiment Approach

TANG Bo^{1,2}, HEI Dong-wei², MA Ge², SHENG Liang², WEI Fu-li²,
XIA Jing-tao², LUO Jian-hui², ZHOU Hai-sheng²

(1 Department of Engineering Physics, Tsinghua University, Beijing 100084, China)

(2 State Key Laboratory of Intense Pulsed Radiation Simulation and Effect (Northwest Institute of Nuclear Technology), Xi'an 710024, China)

Abstract: Flash X-ray diffraction imaging system based on flash X-ray generator (TD-450S of Scandiflash AB) and imaging plate was designed to measure microscopic response in shock wave compression studies. Due to intense Bremsstrahlung radiation, continuous X-ray generator and HPGe detector were used to regulate diffraction optical path. Diffraction signal of LiF single crystal was recorded using flash X-ray tube with molybdenum as the anode material under ambient conditions and shocked state. Results show that flash X-ray diffraction imaging system described here is useful for examining structural changes in shock compression experiments and temporal resolution is 25 ns.

Key words: X-ray Diffraction; Flash X-ray; Shock compression experiments; LiF single crystal; Microscopic response

OCIS Codes: 110.7440; 340.7480; 340.7440; 340.7460

0 引言

在冲击压缩实验中,脉冲 X 射线衍射测量技术是一种可在原子或分子尺度上探测极端条件下材料结构变化过程的有效方法.Q.Johnson^[1-2]及其合作者在上世纪 60~70 年代开创性地进行了冲击材料的脉冲 X 射线衍射技术研究,开启了 X 射线衍射技术在冲击波压缩科学上的应用.Y.M.Gupta^[3-6]利用该方法建立了材料宏观弹-塑性形变与微观晶格压缩之间的定量关系,由于晶体的 X 射线衍射过程效率较低,衍射射线强度

基金项目:强脉冲辐射环境模拟与效应国家重点实验室基金(No.SKLIPIR1401Z)资助

第一作者:唐波(1991—),女,研究实习员,博士研究生,主要研究方向为 X 射线衍射技术.Email:tang-b12@mails.tsinghua.edu.cn

导师(通讯作者):黑东炜(1969—),男,研究员,博士,主要研究方向为辐射测量与诊断技术.Email:heidongwei@nint.ac.cn

收稿日期:2017-06-26;录用日期:2017-08-16

<http://www.photon.ac.cn>

仅是初始射线强度的 $10^{-2} \sim 10^{-4}$ 倍,因此冲击材料的脉冲 X 射线衍射测量需要高亮度的脉冲 X 射线源.目前可以产生高亮度脉冲 X 射线的方式主要有同步辐射^[7],汤姆逊散射^[8],激光等离子体^[9-10]以及闪光 X 射线源.与其它短脉冲 X 射线源相比,商业化闪光 X 射线源具有体积小、成本低、易使用等优点,同时可与大型冲击加载装置轻气炮结合开展材料冲击响应研究.

在国内该项技术发展相对较慢,而且基于小型闪光 X 射线源的脉冲衍射技术研究仍处于空白状态.本文利用 Scandiflash AB 公司的闪光 X 射线源作为光源,完成了脉冲 X 射线衍射实验系统设计并开展了成像方法研究,获得了单晶 LiF 单次脉冲的 Mo-K α 线衍射条纹.

1 闪光 X 射线衍射成像系统

晶体的 X 射线衍射效应应将晶体结构和衍射图像紧密联系在一起,衍射过程满足布拉格方程

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

式中, d 是晶面间距, θ 是衍射角(即 Bragg 角), k 是衍射级次, λ 是入射 X 射线波长.当入射 X 射线能量不变时,晶格结构变化和衍射 X 射线出射角度之间存在唯一对应关系,通过对衍射图样中 X 射线衍射峰位置信息的提取和分析,可获得冲击压缩过程中晶体晶格结构的相关信息.本文依据该原理建立的闪光 X 射线衍射系统如图 1 所示,由闪光 X 射线源、衍射调节系统及 X 射线探测器组成.闪光源发出的 X 射线脉冲经准直后入射到晶体表面,衍射后在二维探测器上形成衍射图像,该图像实时反映了晶体瞬时晶格结构.

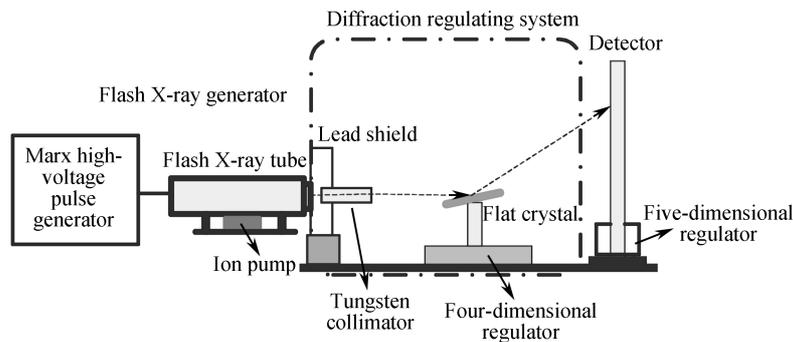


图 1 基于闪光源的脉冲 X 射线衍射成像系统

Fig.1 Pulse X-ray diffraction imaging system based on flash X-ray generator

2 系统组成

2.1 闪光 X 射线源

闪光 X 射线源基于高速电子束轰击靶材产生韧致辐射 X 射线,X 射线脉冲时间短、强度大,最初广泛应用于闪光照相^[11-13],拍摄高速运动现象,在瞬态过程研究中发挥重要的作用.Scandiflash AB 公司的 TD-450S 型闪光 X 射线源如图 2,当触发装置给出触发信号后,经过给定延迟时间,脉冲发生器输出高压脉冲并加在闪光 X 射线管上,X 射线管输出脉冲 X 射线,用于快过程诊断.表 1 中给出 TD-450S 型闪光 X 射线源的主要技术参数.TD-450S 采用动态真空 X 射线管,可在数次 X 射线曝光后更换电极系统,电极结构如图 3 所示.为得到满足衍射成像所需的 X 射线能谱,选择 Mo 作为阳极,使用 Be 作为 X 射线管窗口材料,厚度为 $100 \mu\text{m}$.



图 2 闪光 X 射线源

Fig.2 Flash X-ray source

TD-450S 脉冲源输出的 X 射线由连续谱叠加特征谱线构成,脉冲系统电压值及射线管阳极材料共同决定了能谱形态.利用闪光 X 射线衍射方法测量材料瞬时微观结构时,为避免 X 射线单色化过程对有效射线强度的巨大损失,直接采用闪光源输出的 X 射线脉冲进行衍射成像.由于特征 X 射线在总能谱中占据的份

额较高,通过光路调节可使特征 X 射线满足布拉格条件而发生衍射形成衍射条纹,而其他波长的 X 射线则形成连续分布的散射本底。

表 1 TD-450S 型闪光 X 射线源主要参数
Table 1 Parameters of flash X-ray source TD-450S of Scandiflash

Parameter	Value
Output voltage/kV	150-480
Output peak current/kA	10
Pulse width/ns	25
Dose per pulse at 1 m/mR	24
Source size/mm	2.5

2.2 衍射调节系统

衍射调节系统用于调节入射 X 射线与衍射晶体之间的相对位置,由准直器、晶体架及高精度四维调节台组成,如图 4 所示。准直器为厚钨针孔,孔径大小及针孔长度决定了入射 X 射线发散度。在晶体的 X 射线入射方向上放置低原子序数的非晶材料玻璃碳,用于固定和保护晶体。晶体架可满足调节系统旋转中心与准直器中心光路和晶体前表面的交点重合,而且可在一次成像中同时观察到衍射条纹和透射图像。四维调节台用于调节晶体与入射 X 射线的相对位置,包括高低、俯仰、角度及水平位置。

2.3 X 射线探测器

探测器使用富士公司的数字化面阵探测器 IP 板(Imaging Plate)ST-VI,成像尺寸为 18×24 cm,空间分辨率为 $100 \mu\text{m}$ 。IP 板为积分型探测器,在脉冲 X 射线衍射成像中无需考虑与脉冲源的同步问题,降低了成像系统的复杂度。在衍射成像系统中,利用五维调节台调节 IP 板与衍射光的相对位置关系,如图 5。

3 闪光 X 射线衍射光路调节

在闪光 X 射线衍射成像系统中,入射到晶体表面的是连续谱叠加特征线,但特征线强度高,因此实际是利用单能 X 射线获取单晶体的衍射图像。实验前根据 $\text{Mo-K}\alpha$ 线名义能量、晶体晶格常量名义值和布拉格方程可计算出晶体对应特征线的衍射角 θ ,实验中需精确调节入射 X 射线与待测晶面的夹角以创造满足布拉格方程的光路条件,提高衍射图像的质量。

闪光源脉宽短且瞬时强度高,无法在闪光源条件下使用转动晶体法来确定布拉格角。因此利用直流 X 光源和计数型能量分辨探测器建立了光路调节平台,在该平台上完成闪光 X 射线衍射光路调节,如图 6。直流 X 光源使用 Unique II 荧光分析仪的 Mo 靶 X 射线管,可提供稳定的特征 X 射线。Mo 靶 X 光管电压一般在 25 kV 至 40 kV 范围内选择,电流设定为 10 mA。计数型探测器为高纯锗(HPGGe)探测器,用于实时记录经晶体衍射后的特征 X 射线光子数。

光路调节过程分为两步,第一步利用衍射调节系统配合激光经纬仪进行粗调,确定晶体的初始衍射角。

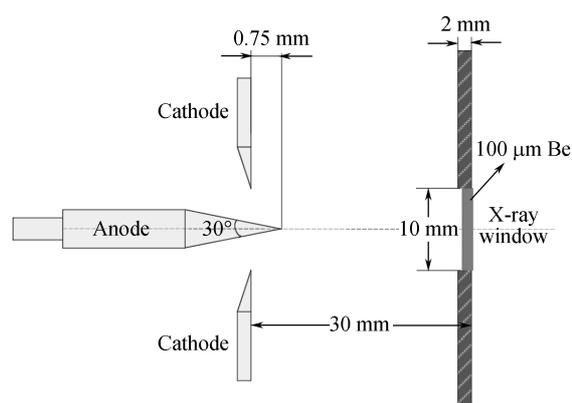


图 3 闪光 X 射线管电极结构示意图

Fig.3 Anode/cathode configuration of flash X-ray tube

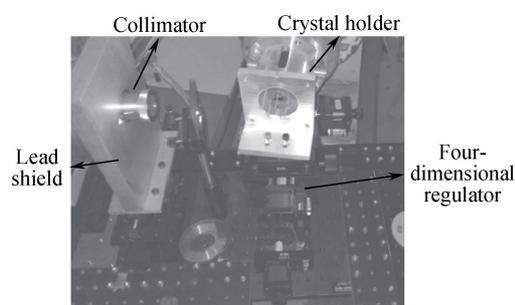


图 4 衍射调节系统

Fig.4 Diffraction regulator

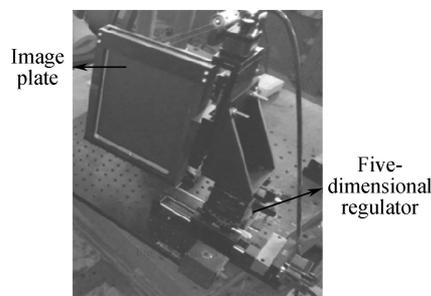


图 5 成像板

Fig.5 Image Plate

粗调过程如下:准直器确定了入射光的光路轴线,调节晶体位置使其表面法线与光路轴线重合,确定为基准位置.在晶体基准位置基础上,调节晶体位置使其表面与光路轴线的夹角处于衍射角 θ 附近,确定该角度为初始衍射角.第二步利用直流 X 光机和 HPGe 探测器进行精细调节,确定晶体的最终衍射位置.精细调节过程如下:在初始衍射角附近一定范围内利用高精度四维调节台以 0.0625° 为步长转动晶体,改变晶面与入射 X 射线的夹角,同时转动探测器使其处于最佳的衍射线接收位置,实时观察 HPGe 探测器记录的特征 X 射线光子数目,寻找计数最大值对应的晶体位置即为最终确定的布拉格衍射位置.

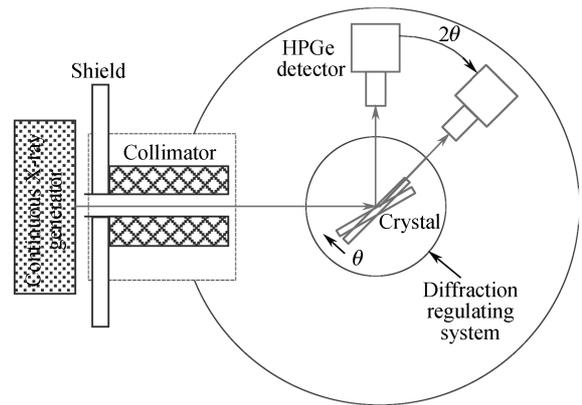


图6 光路调节平台

Fig.6 Optical path regulator system

4 闪光 X 射线衍射实验结果及分析

在光路调节平台上确定衍射光路后,调节 IP 板位置使其与入射 X 射线垂直.调节闪光 X 射线管位置使其管轴与准直器轴线重合.实验中希望闪光 X 射线源输出电压为 150 kV,根据高压发生器充电电压与输出电压的关系可知 150 kV 对应的充电电压为 20 kV.确定充电电压之后需要确定高压发生器内绝缘气体压力值,该压力值应与充电电压值匹配以保证闪光源的稳定性.如果绝缘气体压力值过高,闪光灯不能被触发;反之压力值过低,闪光灯会出现自触发现象.通过对高压发生器进行一系列测试,确定充电电压为 20 kV 时,发生器内绝缘气体压力为 80 KPa.

在同一光路条件下利用闪光 X 射线衍射系统获取静态及冲击状态下单晶 LiF(200)的衍射图像如图 7(a).其中闪光 X 射线源共曝光了 4 次,第一次曝光为冲击实验前静态条件下的透射及衍射图像;第二次曝光为撞击加载靶室安装后的静态衍射图像,此时透射图像被靶室屏蔽;第三次曝光为冲击加载过程中样品处于压缩状态的衍射图像;第四次曝光在冲击加载实验完成并将撞击加载靶室拆离后,此时晶体样品已脱离样品靶,因此只有透射图像.图 7(a)中可看出明锐的特征谱线衍射条纹,晶体瞬时结构决定了衍射条纹在成像板上的位置.沿垂直方向将冲击前衍射条纹中最强像素所在行的上下 40 行进行累加并对衍射峰进行高斯拟合,结果如图 7(b)所示,衍射谱线的半高宽约为 1.4 mm.这是由于入射到晶体表面的 X 射线有一定的发散度,在特征线衍射角附近范围内对应的射线能量均可发生衍射;同时晶体自身具有镶嵌结构,实际的晶体衍射并不只发生布拉格角处,而是在布拉格角附近的小范围内对同样波长的 X 射线都可以发生衍射,因此在成像系统中形成宽条纹.图 8 给出了同一光路条件下获取的 LiF 单晶静态及冲击压缩状态的衍射峰.

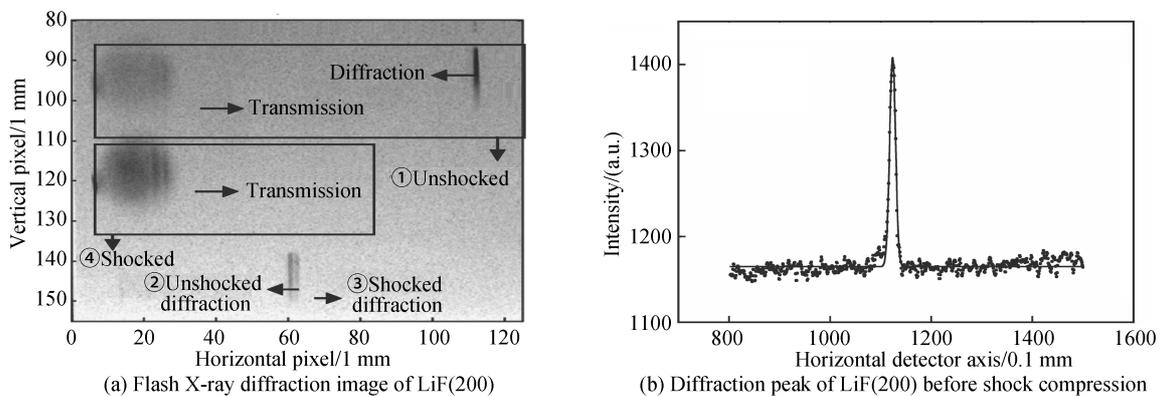


图7 LiF(200)闪光 X 射线衍射结果
Fig.7 Flash X-ray diffraction of LiF(200)

利用闪光 X 射线衍射系统测量冲击材料瞬时结构变化,需要区分不同压缩比时晶格产生的衍射条纹,衍射条纹宽度决定了系统的最小分辨能力,条纹越宽越不易于区分动态及静态的衍射峰;衍射条纹展宽又是不可避免的,通过缩小准直孔径或增加滤波片的方法都可以进一步减小条纹展宽,但会造成衍射 X 射线强度的极大衰减.在后续动态实验中,需要折中考虑衍射谱线的强度及半高宽.

5 结论

本文建立了闪光 X 射线衍射成像系统,并获得了单次脉冲的 LiF 晶体衍射图像,克服了闪光灯条件下特征谱线对应单晶体衍射角度难以确定、连续谱散射本底强等技术瓶颈.实验结果表明,利用小型闪光 X 射线源获取晶体瞬时 X 射线衍射图像是可行的,该系统为极端条件下材料瞬时结构变化过程提供了新的测量方法,可实现微观尺度上冲击弹塑性形变、相变等现象的实时观测.闪光 X 射线衍射系统具有体积小、便携性的优点,将在冲击过程诊断中发挥巨大的作用.下一步考虑将利用闪光 X 射线衍射测量系统深入研究一维应变加载条件下材料的动态微观结构响应.

参考文献

- [1] JOHNSON Q, MITCHELL A C, KEELER R N, *et al.* X-ray diffraction during shock-wave compression[J]. *Physics Review Letter*, 1970, **25**(16): 1099-1101.
- [2] JOHNSON Q, MITCHELL A C. First X-ray diffraction evidence for a phase transition during shock-wave compression [J]. *Physics Review Letter*, 1972, **29**(20): 1369-1371.
- [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 Letter*, 1998, **73**(12): 1655-1657.
- [4] RIGG P A. Real-time X-ray diffraction to examine lattice deformation in shocked lithium fluoride crystals[D]. PhD thesis, Washington State University, 1999.
- [5] ALMEIDA T D, GUPTA Y M. Real-time X-ray diffraction measurement of the phase transition in KCl shocked along 100[J]. *Physics Review Letter*, 2000, **85**(2): 330-333.
- [6] TURNEAURE S J, GUPTA Y M. Real-time X-ray diffraction at the impact surface of shocked crystals[J]. *Journal of Applied Physics*, 2012, **111**: 026101.
- [7] 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**: 033513.
- [8] CHIN A H, SCHOENLEIN R W, GLOVER T E, *et al.* Ultrafast structural dynamics in InSb probed by time-resolved X-ray diffraction[J]. *Physics Review Letter*, 1999, **83**(2): 336-339.
- [9] WARK J S, WHITLOCK R R, HAUER A, *et al.* Shock launching in silicon studied with use of pulsed X-ray diffraction [J]. *Physical Review B*, 1987, **35**(17): 9391-9394.
- [10] WARK J S, WHITLOCK R R, HAUER A, *et al.* Subnanosecond X-ray diffraction from laser-shocked crystals[J]. *Physical Review B*, 1989, **40**(8): 5705-5715.
- [11] REN Xi, CHEN Jun, HAN Ke-hua, *et al.* Application of flash radiography on explosion[J]. *Explosive Materials*, 2009, **38**(6): 21-23.
任西,陈军,韩克华,等. 闪光 X 射线技术在爆炸过程中的成像应用[J]. *爆破器材*, 2009, **38**(6): 21-23.
- [12] ZHU Yu-rong, XU Shou-shi, TANG Run-di, *et al.* Experimental technology and analysis of debris cloud image obtained in hypervelocity impact processing[J]. *Journal of Projectiles Rockets Missiles and Guidance*, 2005, **25**(4): 357-365.
朱玉荣,徐守时,唐润棣,等. 高速碰撞过程中的图像诊断[J]. *弹箭与制导学报*, 2005, **25**(4): 357-365.
- [13] 张向荣,唐润棣,胡泽根,等. 闪光 X 射线系统在二级轻气炮实验中的应用[C]. 第二届全国爆炸力学实验技术交流会, 2002 年.

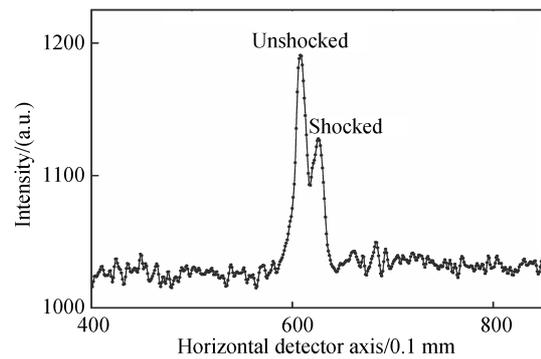


图 8 冲击加载下 LiF(200)静态及动态衍射峰
Fig.8 Flash X-ray diffraction data from shocked LiF(200)