

(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101968454 B

(45) 授权公告日 2012.08.22

(21) 申请号 201010285276.0

(22) 申请日 2010.09.17

(73) 专利权人 上海交通大学

地址 200240 上海市闵行区东川路 800 号

(72) 发明人 杨传铮 陈艳华 姜传海

(74) 专利代理机构 上海科盛知识产权代理有限公司 31225

代理人 蒋亮珠

(51) Int. Cl.

G01N 23/20 (2006.01)

G01N 23/207 (2006.01)

审查员 王树玲

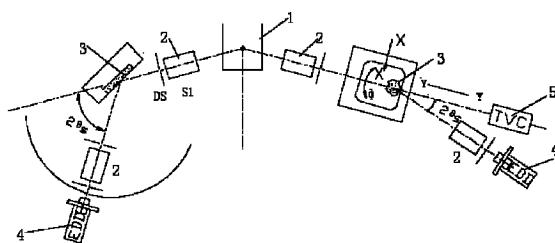
权利要求书 1 页 说明书 7 页 附图 2 页

(54) 发明名称

基于 X 射线能量色散衍射危险品检测方法

(57) 摘要

一种基于 X 射线能量色散衍射危险品检测方法，首先采用 X 射线透视检获得待检测物的投影像，通过目测是否为爆炸物等；将待测物置于衍射装置上进行对光抄作；将待测物置于衍射装置上进行 X 射线能量色散衍射，实现对危险品的检测和鉴定。本发明对隐藏在包裹中的炸药 / 毒品等能够用透射式能量色散衍射进行快速在线检测（检测厚度在 20 ~ 30cm）和反射式能量色散衍射作现场快速鉴定。适用于机场、车站、码头、海关及公共场所、政府保卫部门的在线和现场炸药 / 毒品检测和鉴定，还适用于真假药等其它物质的鉴定等。



1. 一种基于 X 射线能量色散衍射危险品检测方法, 其特征在于, 包括以下步骤:

第一步、采用 X 射线透视检查获得待检测物体的投影像, 通过目测看是否属危险品;

第二步、将待测物体置于能量色散衍射装置右侧进行对光操作和透射式能量色散衍射, 以获得被检物的能量色散衍射花样 E-I';

第三步、从被检物中取出少量样品置于能量色散衍射装置左侧, 进行反射式能量色散衍射, 以获得样品的能量色散衍射数据的 E-I 谱;

所述的能量色散衍射装置包括:X 射线源、光阑组件、能量探测器、透射像摄像器, 其中:X 射线源的右侧设有顺序排列的第一右侧光阑组件、待测物体、第二右侧光阑组件、右侧能量色散探测器和透射像摄像器;X 射线源的左侧设有顺序排列的第一左侧光阑组件、待测物体、第二左侧光阑组件、左侧能量色散探测器;进行对光操作和能量色散衍射时, 右侧能量色散探测器与待测物体的连线与 X 射线源和第一右侧光阑组件的连线呈 $2\theta_s$ 角度, 透射像摄像器位于第一右侧光阑组件和待测物体的后侧并正对待测物体, 用以进行对光操作;

所述的对光操作是指:沿待测物体的铅垂方向作为 Z 轴、入射线方向为 Y 轴, 垂直于 Y 轴的水平方向作为 X 轴, 待测物体沿 X 轴、Y 轴和 Z 轴三个方向进行移动, 使入射的平行 X 射线光束与待测物体较小尺度处相截, 对光时将能量色散衍射装置的探测器绕 Z 轴向 $+2\theta_s$ 方向转动, 同时将透射像摄像器移至主光束中, 完成对光后再将透射像摄像器复位, 探测器则固定设置于 $2\theta_s$ 位置;

所述的能量色散衍射是指:设置 θ_s 进行待测物连续 X 射线透射式能量色散衍射, 和设置 θ_s 进行样品的反射式能量色散衍射, 收集得到 E-I 谱后, 根据 $2dE = 12.3985/\sin \theta_s$ 关系式获得 d 值, 其中:d 为晶面间距, 单位是 Å;E 为能量, 单位是 keV; θ_s 为进行透射式或反射式能量色散衍射选用的半衍射角, 单位是度, 然后按 d 从大到小排列, 按 $2d\sin \theta_{cu} = 1.5406$ 换算得到 $2\theta - I$ 谱, 其中: θ_{cu} 是对应于 CuK α 辐射的布喇格角;

第四步、将 E-I 谱转换成 $2\theta - I$ 谱后, 在自建的标准数据库进行检索和 / 或匹配, 以判定待测物是什么危险品。

2. 根据权利要求 1 所述的基于 X 射线能量色散衍射危险品检测方法, 其特征是, 所述的 X 射线源发出的射线谱为在 100~150kV、1~7mA 工作的钨靶连续射线谱。

基于 X 射线能量色散衍射危险品检测方法

技术领域

[0001] 本发明涉及的是一种 X 射线检测技术领域的方法, 具体是一种基于 X 射线能量色散衍射的危险品检测方法。

背景技术

[0002] 当前机场、车站、码头、海关及公共场所、政府保卫部门的安全检查仍都使用 X 射线透视装置, 依据观察物件投影像的形状、衬度(对比度)细节的经验, 以及是否有雷管之类的引爆装置来判断被检物件是否属爆炸(危险)可疑物品。新发展的 X 射线计算机化的层析照相术(简称 CT)的应用, 图像较直接透视要清晰得多, 但仍仅对金属件灵敏, 更不能判定被检物体所属炸药/毒品的类型。采用衍射方法就有可能解决这个问题。一般的 X 射线衍射分析多采用对称反射式衍射方法, 必须取样到 X 射线衍射仪上进行检测分析。这就涉及到厚样品的透射 X 射线衍射在线和现场检测鉴定的问题。

[0003] 经过对现有技术的检索发现, 分析化学(Anal. Chem.)1995, 67(5): 164A~189A 上发表《探测隐蔽爆炸物》(Detecting Hidden Explosives)一文提到用 X 射线衍射探测爆炸物的可能性。在此及以后未有这方面的报道, 而现有 X 射线技术, 虽然能从影像上判断是否是危险品, 但不能鉴定是何种物质。

发明内容

[0004] 本发明针对现有技术存在的上述不足, 提供一种基于 X 射线的危险品检测方法, 采用 X 射线透射式能量色散衍射方法进行在线检测, 反射式 X 射线能量色散衍射方法作现场鉴定。

[0005] 本发明是通过以下技术方案实现的, 本发明包括以下步骤:

[0006] 第一步、采用 X 射线透视检查获得待检测物体的投影像, 通过目测判断待测物是否危险品;

[0007] 第二步、疑似危险品的待测物体置于衍射装置上进行对光操作;

[0008] 所述的衍射装置包括:X 射线源、光阑组件、能量探测器、透射像摄像器, 其中:其中:X 射线源的右侧设有顺序排列的第一右侧光阑组件、待测物体、第二右侧光阑组件、右侧能量色散探测器和透射像摄像器;X 射线源的左侧设有顺序排列的第一左侧光阑组件、待测物体、第二左侧光阑组件、左侧能量色散探测器;进行对光操作和能量色散衍射时, 右侧能量色散探测器与待测物体的连线与 X 射线源和第一右侧光阑组件的连线呈 $2\theta_s$ 角度, 透射像摄像器位于第一右侧光阑组件和待测物体的后侧并正对待测物体, 用以进行对光操作。

[0009] 所述的 X 射线源发出的射线谱为在 100~150kV, 1~7mA 下工作的钨靶连续 X 射线谱;

[0010] 所述的光阑组件包括 Soller 光阑和发散狭缝, 其中:Soller 光阑位于发散狭缝前。

[0011] 所述的对光操作是指：沿待测物体的铅垂方向作为 Z 轴、入射线方向为 Y 轴，垂直于 Y 轴的水平方向作为 X 轴，待测物体沿 X 轴、Y 轴和 Z 轴三个方向进行移动，使入射线束与待测物小尺度处相截。对光时探测器绕衍射装置的 Z 轴向 $+2\theta_s$ 方向转动，同时将透射像摄像器移至主光束中，完成对光后再将透射像摄像器复位，探测器则固定设置于 $2\theta_s$ 位置，以保证在调试、对光和记录衍射图谱时互不相碰。

[0012] 第三步、将待测物体置于衍射装置的一侧进行能量色散衍射，实现危险品的在线检测和现场鉴定；

[0013] 所述能量色散衍射是指：(1) 在衍射装置右侧（见图 2）进行待测物品的透射式能量色散衍射的在线检测；(2) 从待测物中取出少量样品，在衍射装置左侧进行样品的反射式能量色散衍射的现场鉴定，收集得到 E-I 谱；

[0014] 第四步、对 E-I 谱进行数据分析。

[0015] 所述的数据分析是指：(1) 根据 $2dE = 12.3985/\sin \theta_s$ 关系式从 E-I 谱获得 d 值，其中：d 为晶面间距，单位是 Å；E 为能量，单位是 keV； θ_s 为进行透射式或反射式能量色散衍射选用的半衍射角，单位是度，然后按 d 从大到小排列；(2) 按 $2d\sin \theta_{Cu} = 1.5406$ 换算得到 $2\theta - I$ 谱，其中： θ_{Cu} 是对应于 CuK α 辐射的布喇格角。

[0016] 用 X 射线作安全检查的方法有最常用的基于吸收衬度成像的透视法、透射式波长色散（发明者的另一专利）和透射式能量色散三种方法。X 射线透视法只能从图像的形状、衬度判断是否是危险物，仅能检查枪支、匕首等金属凶器。而透射式 X 射线波长色散衍射法和 X 射线能量色散衍射法能判定检测物是何种炸药和何中毒品等。

[0017] 现将波长色散和能量色散衍射方法的比较于下表：

[0018] 波长色散衍射和能量色散衍射的比较

[0019]

比较项目		透射式波长色散衍射	透射式能量色散衍射
1	入射线	单色的特征辐射	一定能量范围的连续 X 射线
2	衍射线	与入射线相同的特征辐射，各衍射线在样品中的行程不同	选择一定能量范围的 X 射线衍射，各衍射在样品中的行程相同
3	衍射谱的特征	与相同辐射的标准花样差不多	与选定的 2θ 位置有关
4	超厚样品效应	线条宽化和重叠效应严重，用截限狭缝可减少和克服这种效应	不存在线条宽化和重叠效应
5	衍射几何中心的位置	应处在 X 射线与检测物出射面交截处，实际中较难实现	可处在 X 射线与检测物相交截的任何位置，实际中不难实现
6	衍射样样的接收和记录	高能探测器作 2θ 扫描，或使用平面探测器	固定在 2θ 位置能量色散探测器
7	有效穿透厚度	小，与所用辐射波长有关如 Ag 靶可达 5~10mm	大得多，3~5 倍，10~20cm
8	适用性	用 AgK α 或 MoK α 辐射可作	用 Au 或 W 靶，100 或更高

[0020]

		毒品和 小包装爆炸物在线检查	KV 管压, 可在线检测大包 装的爆炸物
9	价格	计数管扫描与能量扫描差不多, 使用平面探测器与用能量色散探测器相差不会太大, 都能判定被检测物属何种爆物炸、何种毒品。	
10	附加说明	检测小包炸药/毒品的检测方法和装置	本发明: 检测大包危险品的检测方法和装置

附图说明

[0021] 图 1 为本发明透射式 X 射线能量色散衍射的原理图。

[0022] 图 2 为能量色散衍射装置的原理结构示意图。

[0023] 图 3 为硝酸铵 (NH_4NO_3) (a) $2\theta_s = 15^\circ$ 时能量色散衍射 E-I 谱; (b) $2\theta_s = 6^\circ$ 时能量色散衍射 E-I 谱; (c) 经 $2dE = 12.3985/\sin 7.5^\circ$ 和 $2dE = 12.3985/\sin 3^\circ$ 换算得到的 d-I 谱。

[0024] 图 4 为 (a) TNT ($\text{C}_7\text{H}_5\text{N}_3\text{O}_6$) 炸药的透射式能量色散衍射花样, 即 E-I' 谱, 其相对强度参照标准数据库, 以线段长度表示。 (b) 经 $2dE = 12.3985/\sin 2.0^\circ$ 换算得到的 d-I 谱, 再经 $2dsin\theta_{\text{Cu}}=1.5406\text{\AA}$ ($\text{CuK}\alpha_1$ 辐射波长) 换算得到的 TNT 的 $2\theta_{\text{Cu}} \sim I$ 谱。

[0025] 图 5 为毒品可卡因 ($\text{Cocaine-C}_{17}\text{H}_{21}\text{NO}_4$) (a) 透射式能量色散衍射花样, 即 E-I' 谱, 其相对强参照标准数据库, 并以线段长度表示; (b) 经 $2dE = 12.3985/\sin 2.5^\circ$ 换算得到的 d-I 谱, 再经 $2dsin\theta=1.54056\text{\AA}$ ($\text{CuK}\alpha_1$ 辐射波长) 换算得到的可卡因的 $2\theta \sim I$ 谱; (c) 标准数据库中可卡因 (34-1901) 的 $2\theta \sim I$ 图谱。

具体实施方式

[0026] 下面对本发明的实施例方式作详细说明, 本实施方式在以本发明技术方案为前提下进行实施, 给出了详细的实施方式和具体的操作过程, 但本发明的保护范围不限于下述的实方式。

[0027] 如图 1 所示, 图中阴影为入射的连续 X 射线与被检测物相交处, 能量色散探测器 EDD 所置位置。

[0028] 如图 2 所示, 以下实施方式中涉及的衍射装置包括:X 射线源 1、光阑组件 2、探测器 4、透射像摄像器 5, 其中:X 射线源 1 的两侧分别设有两组顺序排列的光阑组件 2 和待测物体 3 分别用以进行对光操作和衍射; 探测器 4 和待测物体 3 的连线与 X 射线源 1 和光阑组件 2 的连线呈 $2\theta_s$ 角度, 透射像摄像器 5 位于光阑组件 2 和待测物体 3 的后侧, 并正对待测物体 3 用以进行对光操作。

[0029] 所述的 X 射线源 1 为工作电压 $\approx 100\text{kV}$ 的钨靶连续射线谱, 当然管流越大越好。目前, 商售供透视用的 X 射线源 :W 靶, $30 \sim 160\text{kV}, 1 \sim 7\text{mA}$, 是可选的光源。

[0030] 所述的光阑组件 2 为 Soller 光阑 S1 和发散狭缝 DS 组成, 前者限制光束的垂直发散度, 后者是限制光束的水平发散度, X 射线源的左右窗口都有, 与一般衍射仪上没有本质差别, 仅右侧第一光阑组件要能沿铅垂方向上下平移, 当光阑组件移至下面位置时, 从窗口出来的 X 射线束全部通过光阑组件的支架, 打到待检测箱包上, 以便对光。对光完成后再使光阑组件向上平移至衍射仪工作位置, 获得线状的平行光束。

[0031] 可根据下式

$$[0032] t_{100} = \frac{\ln(I_0 / I)}{\mu_m \rho} = \frac{\ln(100)}{\mu_m \rho} = \frac{4.605}{\mu_m \rho};$$

[0033] 估算可检测待测物体的厚度 t_{100} , 其中: ρ 为待测物体的密度, μ_m 为待测物体的质量吸收系数, $\mu_m = \omega_i \mu_{mi}$, ω_i 、 μ_{mi} 分别为检测对象中第 i 种元素的质量分数和质量吸收系数。

[0034] 表 2 列出炸药和有机物中常有元素的质量吸收系数和有关数据。表 3 列出实施实例的三种物质能检测的厚度。

[0035] 表 2 炸药和有机物中常有元素的质量吸收系数和有关数据

[0036]

元 素	Z	靶材	质量吸收系数(cm^2/g)				
			CuK α	MoK α	AgK α	WK α	AuK α
			E (KeV)	8.048	17.445	22.109	57.40
		$\lambda(\text{\AA})$	1.5418	0.7107	0.5608	0.2160	0.1802
H	1		0.435	0.380	0.371	0.330	0.320
C	6		4.600	0.625	0.400	0.185	0.168
N	7		7.520	0.916	0.544	0.189	0.169
O	8		11.500	1.310	0.740	0.195	0.173
F	9		16.400	1.800	0.976		
Al	13		48.600	5.160	2.650	0.259	0.193
S	16		89.100	9.550	4.840		26.061

[0037] 表 3 实施实例中三种物质能检测的厚度

[0038]

物质 名称	化学式	$\rho(\text{g}/\text{cm}^3)$	$\mu_m (\text{cm}^2/\text{g})$		$\lambda=0.18$	$\mu_{m\text{Mo}}/\mu_{m0.1}$	可检测厚度 $t_{100} (\text{mm})$		
			MoK	AgK			MoK	AgK	$\lambda=0.18$
硝酸铵	NH_4NO_3	1.725	1.12 9	0.69 5	0.179	6.307	23.65	38.41	149.2
TNT	$\text{C}_7\text{H}_5\text{N}_3\text{O}_6$	1.654	0.96 2	0.57 0	0.173	5.561	28.94	48.89	160.9
可卡因	$\text{C}_{17}\text{H}_{21}\text{NO}_4$	1.248	0.76 6	0.47 6	0.180	4.256	60.12	96.74	255.9

[0039] 可见, 使用 W 靶, 100kV 下操作, 透射式 X 射线能量色散方法能检测硝酸铵、TNT、可卡因的有效厚度分别为 :14.92/0.7、16.1/0.7、25.6/0.7(cm), 即 21.3、23.0、36.6 厘米厚, 其中 0.7 是振装密度 / 大块材料的实测密度的比值。

[0040] 具体实施步骤如下 :

[0041] 第一步、采用 X 射线透视检查获得待检测物体的投影像, 通过目测看是否属危险品 ;

[0042] 第二步、将待测物体置于衍射装置右侧进行对光操作和透射式能量色散衍射, 以获得被检物的能量色散衍射花样 E-I' ;

[0043] 第三步、从被检物中取出少量样品置于衍射装置左侧, 进行反射式能量色散衍射, 以获得样品的能量色散衍射 E-I 谱 ;

[0044] 第四步、将 E-I' 转换成 $2\theta - I$ 后进行检索和 / 或匹配, 以初步判断其是什么炸药或什么危险品 ;。

[0045] 实施例 1 :检测硝酸铵 (NH_4NO_3)

[0046] 硝酸铵的 $2\theta_s = 15^\circ$ 时能量色散衍射 E-I 谱示于附图 3(a) 中, $2\theta_s = 6^\circ$ 时能量色散衍射 E-I 谱示于附图 3(b) 中, 经 $2dE = 12.3985/\sin 7.5^\circ$ 和 $2dE = 12.3985/\sin 3^\circ$ 换算得到的 d-I 谱, 两者是完全相同的, 示于附图 3(c) 中。附图 3(a) 和 (b) 是理论计算的结果, 但在实际的透射式能量色散衍射中, 如果 $2\theta_s = 15^\circ$, 由于厚样品, $E \leq 20\text{keV}$ 射线被吸收而得不到衍射图谱; 如果 $2\theta_s = 6^\circ$, 参于衍射的 X 射线能量 $\geq 20\text{keV}$, 能给出很好的能量色散衍射图谱。因此, $2\theta_s$ 的选定十分重要。

[0047] 实施例 2 :检测 TNT 炸药 ($\text{C}_7\text{H}_5\text{N}_3\text{O}_6$)

[0048] 如图 4 示出 TNT 炸药的能量色散衍射谱, $2\theta_s = 4^\circ$ 时计算衍射图谱 (a) 和 TNT 炸药的标准波长色散衍射花样 (b), 其中 (a) 的相对强度参照标准花样数据库的数据, 并以线段的长度表示, 显然两花样是可比对的。如果把 (a) 和 (b) 横坐标都换算成 d 值, 两花样的横坐标完全一致。表明选定 $2\theta = 4.00^\circ$, $E = 20 \sim 60\text{keV}$ 的能量色散衍射方法胜任爆炸物的在线检测。

[0049] 实施例 3 :检测毒品可卡因 ($\text{C}_{17}\text{H}_{21}\text{NO}_4$)

[0050] 如图 5a 示出毒品可卡因 (Cocaine) 的透射式能量色散衍射花样, 即 E-I' 谱, 其相对强度参照标准数据库, 并以线段长度表示; (b) 是经 $2dE = 12.3985/\sin 2.5^\circ$ 换算得到的 d-I 谱, 再经 $2d\sin\theta_{Cu} = 1.54056\text{ \AA}$ ($CuK\alpha_1$ 辐射波长) 换算得到的可卡因的 $2\theta_{Cu} \sim I$ 谱;

(c) 为标准数据库中可卡因 (34-1901) 的 $2\theta \sim I$ 图象式花样。 (b) 和 (c) 是完全匹配的。

[0051] 从以上三个实施例可见: (1) 无论是透射还是反射能量色散衍射, $2\theta_s$ 的选定十分重要的, 它决定参于衍射的能量范围, 见实例 1; (2) 对于透射, 要用较小的 $2\theta_s$ 角, 参于衍射的 X 射线能量为较高范围, 被检测的物体厚度才能大, 这适用于大包炸药、毒品的在线鉴定。但又怕低能量的 X 射线被吸收, 会丢失大 d (小 2θ) 值的线条而影响物相鉴定; (3) 反射式能量色散衍射, $2\theta_s$ 能选择较大和较宽的范围, 对检测对象无特殊要求; (4) 透射和反射两种方法具有互补性。以上几点是本发明采用透射式作在线鉴定, 用反射式作现场鉴定的主要理论依据。

[0052] 通过上述三个实例已经证明, 能量色散衍射方法能完全正确无误判断待检测物体是何种炸药、何种毒品, 特别把透射式和反射式能量色散衍射 (即在线检测和现场鉴定) 结合起来更是如此。这是现行的透视或其他化学成分探测法都办不到的。

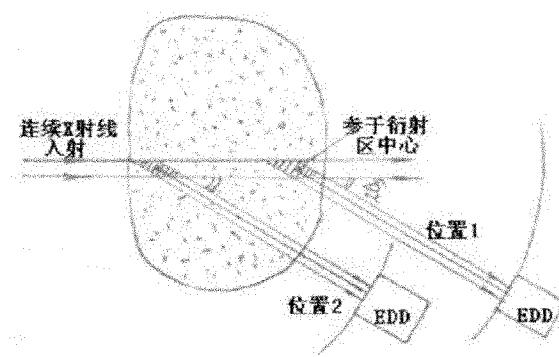


图 1

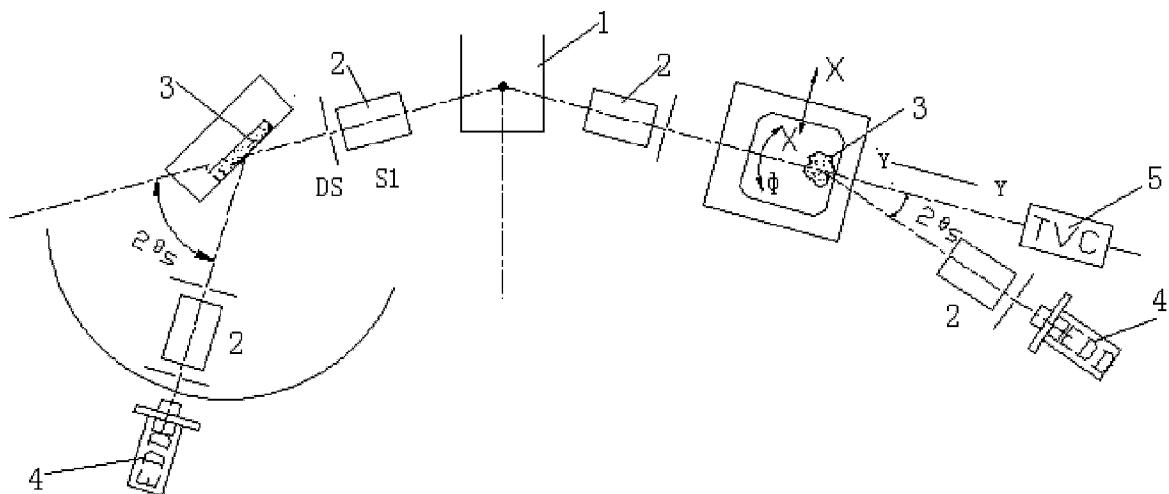


图 2

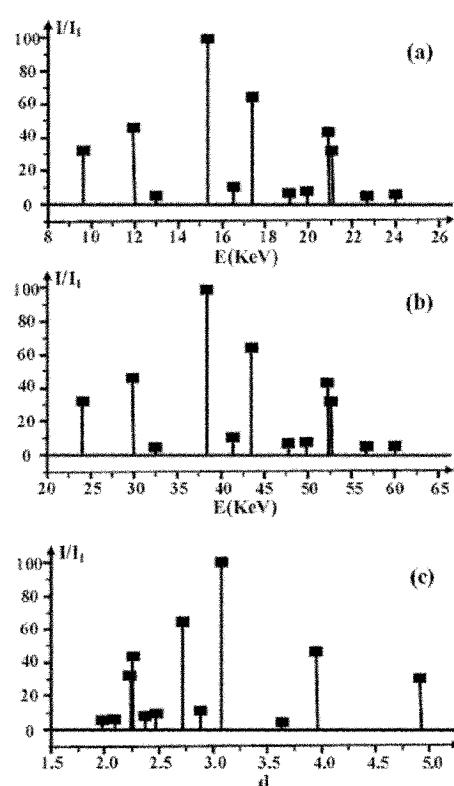


图 3

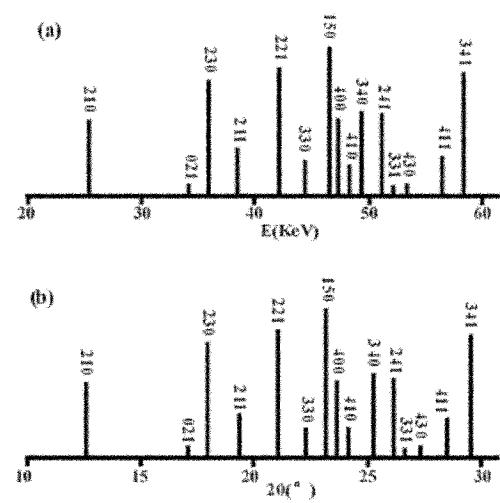


图 4

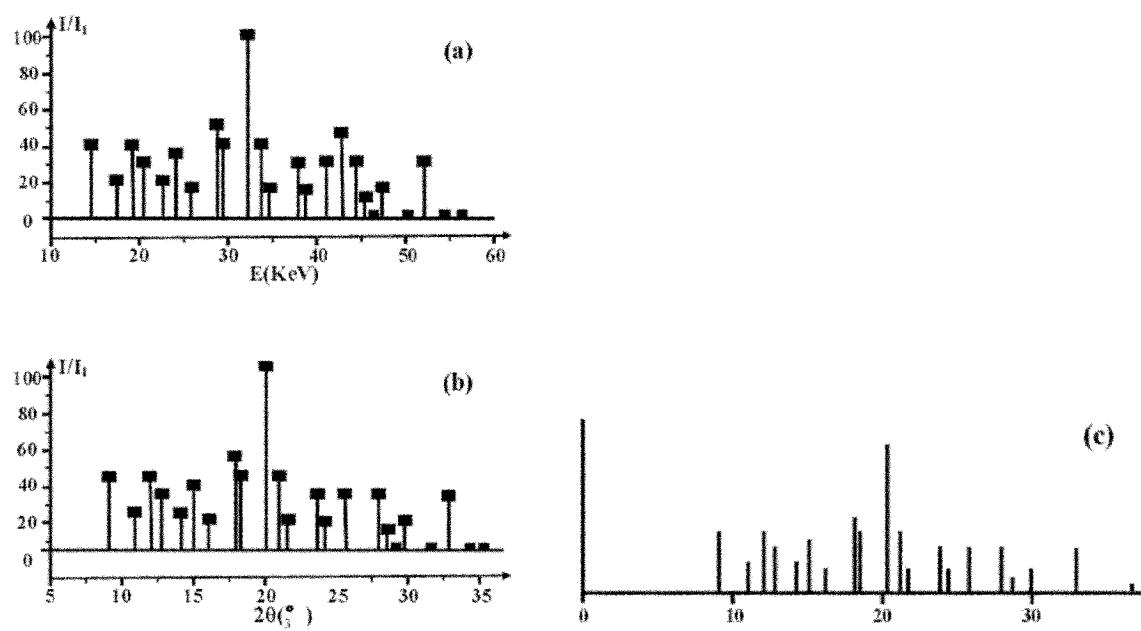


图 5