



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104737005 B

(45)授权公告日 2017.09.29

(21)申请号 201380054570.2

(22)申请日 2013.10.18

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 104737005 A

(43)申请公布日 2015.06.24

(30)优先权数据
61/715,696 2012.10.18 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2015.04.17

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/US2013/065584 2013.10.18

(87)PCT国际申请的公布数据
W02014/063002 EN 2014.04.24

(73)专利权人 卡尔蔡司X射线显微镜公司
地址 美国加利福尼亚

(72)发明人 迈克尔·费泽
克里斯蒂安·霍尔茨纳
埃里克·迈达尔·劳里森

(74)专利代理机构 广州华进联合专利商标代理有限公司 44224
代理人 邓云鹏

(51)Int.Cl.

G01N 23/207(2006.01)

(56)对比文件

US 2012/0008736 A1,2012.01.12,

US 7978821 B1,2011.07.12,

US 2011/0038457 A1,2011.02.17,

CN 1563959 A,2005.01.12,

WO 2006/113908 A2,2006.10.26,

JP 特开平10-239255 A,1998.09.11,

郭振琪等.一种测定晶体取向及其分布的简便XRD方法.《无机材料学报》.2002,第17卷(第03期),第460-464页.

P. A. Lynch et al..A laboratory based system for Laue micro x-ray diffraction.《Review of Scientific Instruments》.2007,第78卷(第2期),第23904页.

W. Ludwig et al..Three-dimensional grain mapping by x-ray diffraction contrast tomography and the use of Friedel pairs in diffraction data analysis.《Review of Scientific Instruments》.2009,第80卷(第3期),第33905页.

审查员 胡慧

权利要求书2页 说明书9页 附图5页

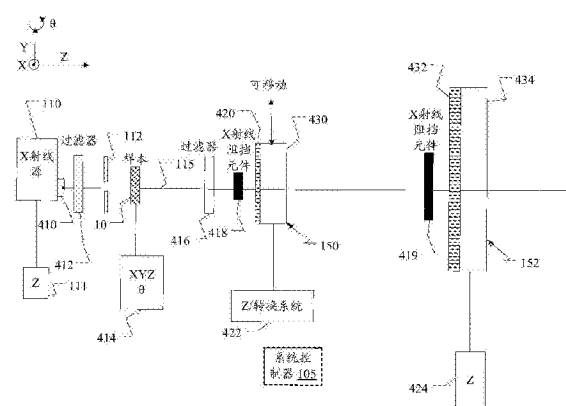
(54)发明名称

具有晶粒取向映射功能的实验室X射线微断层扫描系统

(57)摘要

本发明涉及一种用于三维晶粒取向映射方法及系统通过从实验室X射线源获取的宽带X射线束照射多晶样本,通过一个或多个X射线探测器从样本探测衍射束,及在样本在不同旋转位置时从所述衍射束处理数据以生成晶粒取向、位置和/或三维体积的三维重建。一个特定的锥形束几何形状,该几何形状利用具有扩展晶粒的反射上的发散光束的X射线源衍射X射线的事实,使得

它们聚焦在衍射平面方向上。



1. 一种用于三维晶粒取向映射的方法,其特征在于,包括:
使用从实验室X射线源发射的宽带X射线光束照射旋转的多晶样本;
在一个或更多的X射线探测器上检测所述样本的衍射光束;及
处理所述样本在不同旋转位置上的所述衍射光束的数据,以生成晶粒取向、位置、和/或三维体积的三维重建。
2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在照射所述样本之前,由所述实验室X射线源生成的所述X射线光束穿过一个用于控制光束发散的光圈。
3. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在照射所述样本之前,由所述实验室X射线源生成的所述光束被过滤,以控制其带宽。
4. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,当由所述实验室X射线源生成的所述光束在穿过所述样本之后,过滤所述光束,以消除所述X射线光束中不需要的能量。
5. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,照射所述样本的所述光束为锥形光束。
6. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,照射所述样本的所述光束为未聚焦的X射线光束。
7. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述一个或更多的X射线探测器包括一个高分辨率像素化的X射线探测器,用于收集衍射的X射线并生成衍射数据;还包括一个较低分辨率的探测器,用于检测穿过所述样本的投影图像。
8. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,还包括在劳厄焦平面定位X射线探测器。
9. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,还包括通过使用电子束照射钨、钼、金、铂、银、或铜靶,以生成所述宽带X射线光束。
10. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,还包括使用光谱过滤器调节照射所述样本的所述X射线光束,所述光谱过滤器在所述光束中减少不超过50%的总功率。
11. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,还包括以逐步、增量旋转运动旋转所述样本,每增量旋转 0.01° 到 15° 。
12. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,还包括提供一个X射线阻挡元件,用于拦截或衰减到达X射线探测器的所述X射线源的直束。
13. 一种用于进行三维晶粒取向映射的装置,其特征在于,包括:
实验室X射线源,用于生成宽带X射线光束;
样本旋转台,用于旋转被所述X射线光束照射中的所述样本;
至少一个X射线探测器,用于收集所述样本的衍射数据;及
控制器,用于接收所述探测器在所述样本的不同旋转位置时产生的衍射数据,并执行晶粒取向和位置的三维重建。
14. 根据权利要求13所述的装置,其特征在于,还包括一个定义光束的光圈,所述光圈用于在所述样本上限定照射区域,并限制所述探测器上直束的大小。
15. 根据权利要求13所述的装置,其特征在于,所述探测器包括闪烁器和光学部件,所述光学部件用于放大并收集光子,所述光子由所述闪烁器通过所述样本衍射的所述宽带X射线光束生成。
16. 根据权利要求13所述的装置,其特征在于,还包括光谱过滤器,所述光谱过滤器减少用于照射所述样本的所述X射线光束的带宽。

17. 根据权利要求13所述的装置,其特征在于,照射所述样本的所述光束为锥形光束。

18. 根据权利要求13所述的装置,其特征在于,照射所述样本的所述光束为未聚焦的X射线光束。

19. 根据权利要求13所述的装置,其特征在于,所述至少一个X射线探测器包括一个高分辨率像素化的X射线探测器,用于收集衍射的X射线并生成衍射数据;还包括一个较低分辨率的探测器,用于检测穿过所述样本的投影图像。

20. 根据权利要求13所述的装置,其特征在于,所述至少一个X射线探测器包括在劳厄焦平面的X射线探测器。

21. 根据权利要求13所述的装置,其特征在于,通过使用电子束照射钨、钼、金、铂、银、或铜靶,所述实验室X射线源生成所述宽带X射线光束。

22. 根据权利要求13所述的装置,其特征在于,所述样本旋转台以逐步、增量旋转运动旋转所述样本,每增量旋转 0.01° 到 15° 。

23. 根据权利要求13所述的装置,其特征在于,还包括一个X射线阻挡元件,用于拦截或衰减到达X射线探测器的所述X射线源的直束。

24. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述宽带X射线光束的半峰全宽与所述宽带X射线光束的中央X射线能量之比至少为20%。

25. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述宽带X射线光束的半峰全宽与所述宽带X射线光束的中央X射线能量之比大于40%。

26. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述宽带X射线光束从所述X射线源发散并通过所述样本中的晶粒聚焦在衍射平面上。

27. 根据权利要求13所述的装置,其特征在于,所述宽带X射线光束的半峰全宽与所述宽带X射线光束的中央X射线能量之比至少为20%。

28. 根据权利要求13所述的装置,其特征在于,所述宽带X射线光束的半峰全宽与所述宽带X射线光束的中央X射线能量之比大于40%。

29. 根据权利要求13所述的装置,其特征在于,所述宽带X射线光束从所述X射线源发散并通过样本中的晶粒聚焦在衍射平面上。

具有晶粒取向映射功能的实验室X射线微断层扫描系统

[0001] 相关申请

[0002] 本申请根据35U.S.C. §119(e) 要求于2012年10月18日提交的美国临时申请No. 61/715,696的优先权,其标题为:Laboratory X-Ray Micro-Tomography System with Crystallographic Grain Orientation Mapping Capabilities,在此引入其全文并入本文。

背景技术

[0003] 金属、陶瓷和其他重要材料是由许多单个晶体颗粒组成。对于均匀的组合物材料,全部晶粒的晶体结构是相同的,但是它们相对的晶体取向在整个材料里是不相同的。事实上,材料的许多重要的工程性质是晶粒性质的功能,列举几个示例,例如晶粒大小、边界、大小分布、和取向。

[0004] 单个的组合物多晶材料通常没有和基于吸收和/或相位衬度的在传统的X射线断层扫描中鉴定单独的晶粒和边界有对比。

[0005] 电子背散射衍射成像(electron backscatter diffraction,EBSD)可被执行于扫描型电子显微镜中材料的抛光横截面的表面上,以使晶粒和晶粒边界二维成像。晶粒取向在EBSD中被测定。用聚焦离子束铣削工具和EBSD成像的连续切片能产生三维(3D)EBSD数据。然而,3D EBSD是一种有破坏性的测量技术,因为样本在过程中被破坏。

[0006] 材料的演变在时间领域中随着外界因素的变化,例如温度循环、应力或应变,对于了解材料失效和最佳加工条件,以产生具有最佳性质的材料是极其重要的。由于3D EBSD只能捕获一次样本的晶粒图,这对研究材料的演变是非常不理想的。

[0007] X射线衍射衬度断层扫描(diffraction contrast tomography,DCT)为无破坏性的方法,用于获得多晶显微结构的三维特性。该方法允许用于提高吸收的多晶的晶粒形状、晶粒取向及显微结构同时映射。

[0008] 在常见的X射线DCT布置中,样本被具有高能量同步辐射的单色光束照射。当样本被旋转,且晶粒穿过照射光束时,布拉格(Bragg)衍射条件被单独的晶粒完成,这些衍射斑点被记录在放置于样本后的二维探测器上。衍射几何被用于将斑点分配到它们出现的地方的晶粒处,并测定晶粒的结晶取向。这些斑点被用作晶粒投影,以重建各个晶粒形状。该技术已被应用到多个材料科学调查中,例如,晶界网络的三维表征中和某些不锈钢的晶间应力腐蚀裂化的原位研究中。通过X射线DCT调查的其他材料已包括铝合金Al 1050。更重要的是,如今可以非破坏性地执行常规的3D晶粒图的测量,这使得重复测量以研究时间演变成可能。

[0009] 使用同步辐射源以执行这些测量的必要性是非常有限的,且实验室辐射源衍射计算机断层扫描(Computed Tomography,CT)系统将缩小这个差距。众所周知,同步加速器生成具有比实验室辐射源亮度更高的大小量级的X射线,及DCT为同步加速器开发的方法要求高光束亮度,其表现在高光束准直和单色性中。

[0010] 相比同步加速器,实验室辐射源通常具有非常差的亮度,因为它们就韧致辐射

(Bremsstrahlung) 发射非常广的X射线波长的带宽。除轫致辐射背景外,相比X射线总功率发射的,特征发射谱线发射的强度低,且当试图单色化实验室辐射源的光束时,单色仪(晶体单色仪或多层)进一步降低强度。

[0011] 然而,Lauridsen等人的于2012年1月12日公布的美国专利申请US2012/0008736A1,描述了一种能使用实验室射线源的X射线DCT系统。该系统反映同步加速器DCT设置的实施,其中假定聚焦且单色的X射线光束的使用。此外,使用非标准探测器的方案被描述为探测衍射信号。

发明内容

[0012] 实验室射线源X射线DCT系统提出的构型的问题是他们的性能应该是低的。因为它们要求聚焦、单色的光束,从现有的实验室X射线光束得出的X射线通量应该太低,导致不实用的长曝光时间。

[0013] 因此,对于能够在实验室中执行X射线DCT分析的方法和系统的需要持续存在。具体地,对于能够在研究和不具有同步加速器辐射源的工业设施中,使用X射线DCT的技术的需要存在。还特别需要的是利用简单且有效地探测系统的布置。

[0014] 通常,根据一方面,本发明的特征为三维晶粒取向映射的方法。在该方法中,一个旋转的样本被从实验室X射线辐射源获得的宽带锥形X射线辐射源照射,以在X射线探测器上生成衍射束图像。关于样本旋转角度的信息的图像的数据被处理(例如,通过一控制器),以获得晶粒取向和位置的三维重建。

[0015] 根据另一方面,本发明的特征为三维晶粒取向映射的装置。该装置包括实验室X射线辐射源、一个或更多的可选的X射线调节设备,例如从射线源限制锥形光束程度的光圈、用于旋转样本的台、单个探测系统,最好是高分辨率像素化的X射线探测器,用于收集衍射数据、及控制器,用于处理由探测器接收的数据,及关于样本旋转角度的信息,以生成晶粒取向和位置的三维重建。

[0016] 利用本发明所述的装置和技术,使用X射线DCT原理的结晶取向能被执行于实验室中,具有紧凑尺寸为本系统的主要优点之一。相比通常在传统的X射线DCT实验中需要的同步加速器X射线辐射源,本发明所用的实验室X射线辐射源很小、更便宜、且允许持续使用。此外,与以前的方法相反,宽带、未聚焦的(锥形)X射线光束被使用,以更高效地利用标准实验室辐射源产生的X射线。

[0017] 对于本发明的包括结构和对部分组合的各种新颖细节的以上及其他特征,和其他的优点,现在将参考附图进行更特别地描述并且在权利要求中指出。应理解的是,实现本发明的特定的方法和装置,是以本发明的例证的方式并且不作为本发明的限制而示出的。在不偏离本发明的范围的情况下,可在各种各样的和大量的实施例中采用本发明的原理和特征。

附图说明

[0018] 在全部附图中相同的附图标记指示相同的部分,且并未刻意按实际尺寸等比例缩放绘制附图,重点在于示出本发明的主旨。

[0019] 图1为劳厄焦平面50和投影平面52的立体示意图,该劳厄焦平面50和投影平面52

在宽带辐射源的X射线穿过一个光圈照射晶体样本的一个晶粒时被生成；

[0020] 图2A为图1的设置中相关距离的侧视图；

[0021] 图2B为图1的设置中相关距离的俯视图；

[0022] 图3A显示了在劳厄焦平面生成的图像和直束与衍射束之间的关系；

[0023] 图3B显示了在投影平面生成的图像和直束与衍射束之间的关系；

[0024] 图4为根据本发明原理的装置的X射线和探测器系统示意图，该装置可被用于进行X射线DCT。

具体实施方式

[0025] 当前的实施例中一般涉及一种获得三维晶粒取向映射的方法和装置。与此前描述的方法相比，系统和相对应的方法使用了实验室X射线辐射源和探测系统，该系统和相对应的方法能够探测被样本透射和衍射的X射线，优选在锥形光束几何中离样本至少两个距离处。优选地，高分辨率像素化的X射线探测器被用于收集衍射X射线，并生成衍射数据。通过投影平面中的样本，较低分辨率的探测器被用于探测衍射的X射线和投影图像。

[0026] 在操作期间，利用例如一个具有旋转角度(θ)的运动台系统，被研究的样本被旋转，以产生一系列角度投影。控制器从探测系统接收多个图像的图像数据(在旋转样本时获得)，并执行晶粒取向和位置的三维重建。

[0027] 优选地，该系统使用“白”或X射线辐射的宽带光束，即，具有宽波长光谱的光束。X射线束的宽带仅被X射线源的操作电压和光束中任意的吸收过滤器所限制。

[0028] 众所周知，宽带(白)X射线光束产生了衍射图。对于单个的晶体/晶粒，这被称为劳厄衍射图。衍射反射在特定的角度将其显示，该角度对应于：1) 晶体平面的d间距；2) 平面的取向；及3) 一个特定的X射线能量，或从刚传入的宽带X射线光谱中选择的X射线能量的窄范围；以完成布拉格反射条件。

[0029] 在多色衍射中，每个晶体的反射“选择”特定的波长或入射波长光谱的窄频带。通常，许多晶粒反射存在于单个衍射图中，该衍射图对应于各种晶体平面d间距、衍射角度、及符合布拉格条件 $2d \cdot \sin(\beta) = \lambda$ (或 $2d \cdot \sin\beta = \lambda$) 的X射线波长，其中d为栅距、 β (beta) 为衍射角度，及 λ (lambda) 为波长。

[0030] 对于单晶材料，系统控制器分析这些衍射图和被探测器系统探测的图像，并从数据中提取晶体取向和栅距。

[0031] 在具有许多被X射线光束照射的晶粒的多晶材料中，每一晶粒将促使许多反射形成衍射图。多晶样本的多晶衍射图通常使用准直(平行)入射X射线光束，导致许多衍射斑点的重叠，这就是它不能辨认晶粒关联、波长和d间距的原因。事实上，如果大量晶粒存在，单个晶粒的随机取向将引起所谓的劳厄衍射环，该随机取向在粉末衍射的衍射方法中很常见。粉末衍射是一种既定的方法，以测定材料的晶体结构，但并没有揭示任何特定的晶粒信息。

[0032] 与此相反，本系统使用特定的(锥形光束)几何形状，该几何形状利用具有扩展晶粒的反射上的发散光束的X射线源衍射X射线的事实，使得它们聚焦在与源-样本距离 d_{ss} 等距的衍射平面方向上。我们称这个特定的平面为劳厄聚焦平面。该聚焦效应由单个晶粒在不同的入射角度下晶粒程度上“看到”的X射线辐射源所造成，然后该聚焦作用根据上述的

布拉格定律为反射选择不同的波长和衍射角度。

[0033] 不同于准直(平行)光束的多色衍射,本系统中晶粒各处反射的X射线的波长并不恒定,但其变化依赖于晶粒中X射线撞击的位置。

[0034] 图1示出了劳厄共焦平面50和投影平面52。

[0035] 更详细地,宽带辐射源110发射宽带辐射115的发散光束。该辐射被样本10中的晶体或晶粒衍射。

[0036] 由晶体10的衍射效应产生的劳厄焦平面50,其中满足布拉格条件的X射线被样本的晶体或晶粒10的衍射所聚焦。由于聚焦仅发生在衍射平面中,通常衍射光束图将在劳厄焦平面中形成一条线。同时要注意的是,辐射源和样本之间的距离(d_{ss}),及样本和劳厄焦平面之间的距离(d_{sd1})是相等的。然后,在样本10的更远处,衍射晶体或晶粒的投影中可发现投影平面52。从劳厄焦平面到投影平面的距离是任意的,且依赖于X射线探测器的像素大小,该探测器可用来记录投影平面中的图。

[0037] 图2A为相关距离在宽带发散光束被样本晶粒衍射时的俯视图。具体而言,介于源110和样本10之间的距离为 d_{ss} 。介于样本10和劳厄焦平面50的距离为 d_{sd1} ,且介于样本10和投影平面52之间的距离为 d_{sd2} 。

[0038] 令人感兴趣的是,X射线光束115中不同的波长或能量满足沿样本晶体或晶粒10不同部分的布拉格条件。因此,在劳厄焦平面50生成的特征为多种波长 λ_1 、 λ_2 、 λ_3 的组合。这些波长在光谱带 λ 最小值至 λ 最大值中,并包含在由源110发射的宽带X射线中。

[0039] 来自衍射光束60、64的光圈112被用于源110和样本10之间,以限制样本上的照射光束及分离直接透射束/非衍射光束62。

[0040] 由于衍射光束60、64被聚焦在劳厄平面上,在投影平面的晶体的投影图像被反转,且具有由 $(d_{sd2}-d_{ss})/d_{ss}$ 提供的几何放大倍率,及还能出现修剪。

[0041] 图2B为相关距离在宽带发散光束被样本晶粒衍射时的俯视图。在劳厄焦平面50上的聚焦作用导致线状斑点的形成。

[0042] 线状斑点的衍射信号在劳厄焦平面上的出现来自于聚焦作用和放大倍率作用。一个这样的线状斑点来源于在样本中一个晶粒中的一组平面外的X射线的衍射。晶粒中的晶体平面衍射并聚焦X射线沿其法线方向至窄线。这种聚焦作用发生在整个晶粒的长度各处,这意味着在劳厄焦平面的线状斑点的长度是衍射晶粒的实际大小在这个方向上的投影表示,该大小通过 $(d_{ss}+d_{sd1})/d_{ss}$ 放大,该晶粒的长度等于2。晶粒在这个方向上被非反转投影。从中清楚地得出,为了可以得出在劳厄焦平面上的晶体尺寸,将需要高分辨率探测器。该探测器之所以可以解决晶体尺寸是因为该几何放大倍率非常低且为2。晶体投影在投影平面上的放大倍率为 $(d_{ss}+d_{sd1})/d_{ss}$,其等同于投影X射线成像系统。在投影平面上越大的几何放大倍率可使越低的分辨率X射线探测器系统的使用。

[0043] 例如,如图3A所示,位于劳厄焦平面50的空间分辨X射线探测器150探测编码反射平面取向的线60。该在劳厄焦平面50的线60与未被样本10衍射的直束62中任一X射线相邻。

[0044] 如图3B所示,位于投影平面52的空间分辨X射线探测器152将反射的X射线64探测到投影平面探测器152上,该探测器152产生衍射晶粒的投影。

[0045] 在投影平面上,晶粒投影的放大倍率不等于在衍射和正交平面上的晶粒投影的放大倍率。在衍射平面上,投影被反转并具有比正交平面上更低的放大倍率。在正交平面上,

投影是非反转的。

[0046] 为3D晶粒图的重建而获取晶粒轮廓重投影入样本平面的一个策略是通过线聚焦在劳厄焦平面52从投影平面重新投影晶粒形状。该策略允许产生反射的指数和波长的识别,了解设置(源位置)的几何及样本中确切的晶粒位置的推论。

[0047] 衍射数据中傅里德对数(Friedel pairs)的识别有助于属于相同晶粒的衍生信号的识别。

[0048] 图4所示为根据本发明实施例进行X射线三维晶粒取向映射的装置的一个示例。该装置通常包括X射线源110,用于照射样本10。

[0049] 源110为“实验室X射线源”。其优选地被定位在可独立调整源到样本的距离(dss)的源Z轴台上。如本文所使用的,“实验室X射线源”为不是同步加速器X射线辐射源的任意合适的X射线源。

[0050] 源110可以是X射线管,其中电子在真空中通过电场加速并射入金属的靶片中,在金属中的电子减速时,X射线被发射。通常,这种源产生了背景X射线的连续光谱,其取决于所用金属靶的类型,该背景X射线结合了在从所选靶的特征线中获取的一定能量下强度中尖锐峰值。此外,X射线光束是发散的且缺乏空间的和时间的相干性。

[0051] 在一个示例中,源110为具有钨靶的旋转阳极型或微聚焦源。靶还可以为钼、金、铂、银或铜。透射配置可被优先用于电子束从背面撞击薄靶410中。从靶的另一面发射的X射线被用作为光束115。

[0052] 在另一更具体的示例中,源110为结构化的阳极X射线源,如于2008年10月28日授予的Yun等人的美国专利US7,443,953所述,在此引入其全文并入本文。在这种情况下,源具有由想要的靶材料构成的薄顶层和由低原子数的及低密度的有良好热性能的材料构成的厚底层。例如,该阳极可包括沉积在钼层或金刚石基体层上的具有最优厚度的铜层。

[0053] X射线激光器产生具有适合本文所述的断层应用的能量的辐射也可被使用。

[0054] 在另一示例中,源110为金属喷射X射线源,如可从瑞士希斯塔Excillum AB公司获得。这种源使用微聚焦管,其中阳极为液态金属喷射。因此,该阳极被持续再生成且已熔化。

[0055] 由源110生成的X射线光束115优选地被调节以抑制不需要的辐射能量或波长。例如,光束中不想要的波长被消除或减弱,例如,通过使用能量过滤器412(被设计以选择想要的X射线波长范围(带宽))。然而,该过滤器412实质上并不减少总能量或透射光束115的带宽。例如,过滤器412优选地在光束中减少不超过50%的功率。在最佳实施例中,该过滤器412在光束中减少不超过30%的功率。相关的是大多数由X射线源110生成的宽带X射线被保留以照射样本10。通常所使用的X射线的带宽大于40%,该带宽由中央X射线能量的比例定义以达到X射线能量带的半峰全宽(full width half maximum,FWHM)。例如,中央能量为50keV的情况下,围绕中央能量的至少为20keV的能量带被使用。通常带宽至少为20%,因为不这样的话,源的可用流量被切割得太严重。公认的是,通过各种X射线源/过滤器组合收集的数据,中央能量和带宽在一些示例中被改变。这提供了数据的额外信息,该数据可被控制系统105使用以鉴定记录的反射的波长范围。

[0056] 光束程度优选地通过将X射线束穿过光圈装置112而被减少,该光束程度具有定义光束的针孔或适当的方形光圈。该光圈限定在样本10上的照射区域并限制X射线探测系统上直束的大小。通过使用不同大小的光圈,光束中晶粒的数量可被调节,这对保持衍射投影

的数量的可控性并减少投影的重叠是有利的。通常,每个晶粒将已有几个在劳厄和投影平面上记录的投影。

[0057] 一个以上的能量过滤器412和/或光圈设置112在其他实施例中被使用。另一方面,该光束调节在实验室源(例如,激光)生成足够的带宽限定和/或空间上限定的光束的情况下被省略。

[0058] 由实验室X射线源110衍生(或直接地,即无需进一步调节,例如在激光源的情况下;或如上所述那样调节)的X射线束115照射正被研究的样本10。样本10通常为具有很多晶粒的多晶材料,其中每一个晶粒构成一个具有平移对称性的晶体。然而晶粒可具有相同的化学组成和晶格结构,它们一般具有不同的取向。

[0059] 关于材料的示例可通过使用本发明所述的装置和技术被分析,但不限于金属、金属合金、陶瓷、等等。

[0060] 通过使用样本台414的x,y,z轴平移能力,样本10的感兴趣区域被定位在光束中。样本10然后围绕y轴被旋转(见角度 θ)为入射的X射线束115曝光不同的样本面。在具体的示例中,样本110被持于装置在台414(未示出)上的样本支架上,该台414允许旋转,且允许在优选地实施例中关于X射线束115的样本的平移,以允许校准。

[0061] 例如,样本10可通过使用常规的系统进行操作,该系统包括一个样本支架和一个台系统,最好是自动的,用于调节和旋转样本10。该台414可被设计用于在光学平台(x轴)和/或垂直于(y轴)方向的平面上,沿照射样本10的X射线束115的(z轴)和/或相反方向(y和x轴)的平移。为方便起见,本发明所使用的坐标系统具有z轴,为沿由入射的X射线束定义的行程的轴;x轴,为垂直于入射的X射线束115(在光学平台的平面上)的轴;及y轴,为在垂直(竖直)于光学平台的(水平)面的方向投影的轴。

[0062] 在一个示例中,样本台414被系统控制器105控制并具有一个中心旋转轴y,且样本的位置可被调节,使得该旋转轴y垂直于X射线束115的直接路径。台414能绕旋转轴y(见图4中的角度 θ)旋转样本10,或具有预定义可设定的旋转速度,例如每360°全程旋转在20分钟到24小时范围内;或逐步增量的旋转运动,其可被设置为每增量旋转0.01°到15°。样本台可具有旋转位置0°的默认参照点,并可提供在装置样本的旋转运动起初时设定实际参照点的一个选项。该台与参照点有关的旋转角度从样本台设备414通讯至系统控制器105。

[0063] 例如,从台414的底部投射出的样本10可被固定在样本支架上,该底部可在x-z样本运动台的控制下于x-z平面上转移,允许样本在光学平台面上的精定位。

[0064] 样本旋转台旋转样本运动台,因此也使X射线束115中的样本10围绕延伸平行于y轴的旋转轴旋转。一个x轴样本运动台可被提供给相对较大或样本沿x轴的粗略定位,例如允许样本的加载。一个y轴(可平移的)样本运动台也能被提供给样本10在X射线束115关于光学平台顶部中的高度调节。

[0065] 入射的X射线束与旋转样本的相互作用生成一系列捕获在劳厄平面X射线探测器150上的闪烁器420上的角投影60(见图3A)。X射线阻挡元件418被优选提供以拦截或衰减来自X射线源110的直束。使用X射线阻挡元件418拦截直束的好处在于直束携带样本10晶粒结构的信息很少。此外,由于它的信号强度比任何衍射束强得多,拦截直束提高了劳厄平面X射线探测器150的性能,并减少了闪烁器420中生成的漫射光。通常,由于X射线束115的发散特性,X射线阻挡元件418的大小比光圈112大。

[0066] 在一些示例中,X射线阻挡元件418被选为部分透射以持续收集闪烁器420上的样本10吸收对比投影。这种直接图像对重建样本的轮廓和由控制器105测定的样本10中心质量是有用的。

[0067] 在一些实施例中,进一步地,过滤器416被定位于样本10和闪烁器420之间。该过滤器416可被用于过滤掉X射线束中任何不想要的能量。

[0068] 在任一种情况下,入射的衍射X射线束60和传送(或消光)的X射线束62(若未被拦截)被劳厄平面X射线探测器150的闪烁器420转换成较低能量的光子(通常在电磁光谱的可见范围内)。相反的,来自传送的X射线图像62的,如果存在,和来自衍射X射线图像60的较低能量(通常在可见区域内)的光子束进一步被劳厄平面X射线探测器150的光学部件430处理。

[0069] 劳厄平面X射线探测器150的光学部件430通常包括光学放大倍率透镜系统和探测器,例如,一个使用基于电荷耦合器件(Charge coupled device,CCD)或CMOS传感器的合适的胶卷或照相机探测器的光学部件。由探测器生成的图像被提供给系统控制器105。

[0070] 该光学部件430被优选地从闪烁器420的下游进行光学处理。光学部件430优选包括包装壳中持有的放大倍率透镜。两个偶联体可用于调节放大倍率透镜的光学信号。最后的管透镜偶联体形成探测器(例如,CCD相机)上的图像。

[0071] 在一些示例中,旋转镜被包含在劳厄平面X射线探测器150的光学部件中。其位于透镜前面以避免来自X射线的损害并允许任何残留的X射线行进到后续的投影平面X射线探测器152上。在当前实施例中,劳厄探测器150被移除以在投影平面探测器152上成像。这由系统控制器105通过使用x或y轴运动台/转换系统422转换探测器150来完成。

[0072] 通常,可用的合适的安排被描述,例如,于2006年10月13日授予的Yun等人的美国专利US7,130,375 B1所述,在此引入其全文并入本文。

[0073] 劳厄平面X射线探测器150利用z轴运动台/转换系统422被装置,该运动台/系统进一步使得劳厄平面X射线探测器150在x,y和/或z方向的位置得到调整。

[0074] 在具体示例中,源到样本的距离 d_{ss} (在z方向上)介于5毫米(mm)到50cm之间。样本到劳厄探测器的距离 d_{sd1} (也在z方向上)介于5mm到50cm之间。

[0075] 在一种配置中,闪烁器420的材料厚度介于 $50\mu\text{m}$ 到1毫米(mm)之间。它采用碘化铯(Cesium iodide,CsI),钨酸镉(Cadmium tungstate, CdWO_4)等。光学部件430提供约为4X或更大的放大倍率。在另一实施例中,闪烁器的厚度介于 $10\mu\text{m}$ 到 $500\mu\text{m}$ 之间,光学部件430提供4X的放大倍率。在进一步地实施例中,介于 $5\mu\text{m}$ 到 $250\mu\text{m}$ 之间的较薄闪烁器420被使用且具有光学部件430提供10X的放大倍率。厚度介于 $2\mu\text{m}$ 到 $200\mu\text{m}$ 之间且光学部件提供20X或更大的放大倍率的配置同样可被使用。在另一示例中,光学部件430提供50X或更小的放大倍率。

[0076] 入射的X射线束与旋转样本的相互作用还生成一系列捕获在劳厄平面X射线探测器152上的闪烁器432上的角投影64。第二X射线阻挡元件419被优选提供以拦截来自X射线源110的直束。同理,使用X射线阻挡元件419拦截直束的好处在于直束携带样本10晶粒结构的信息很少。此外,由于它的信号强度比任何衍射束强得多,拦截直束提高了劳厄平面X射线探测器152的性能,并减少了闪烁器432中生成的漫射光。通常,由于X射线束115的发散特性,X射线阻挡元件419的大小比光圈112和第一X射线阻挡元件418大。然而在其他实施例中,阻挡元件419在衰减,从而使探测器152还能探测直束。

[0077] 投影探测台424支撑并被用于沿光束轴115定位投影平面探测器152。

[0078] 在任一情况下,入射的衍射X射线束64和传送(或消光)的X射线束62(若未被拦截)被劳厄平面X射线探测器152的闪烁器432转换成较低能量的光子(通常在电磁光谱的可见范围内)。相反的,来自传送的X射线图像62的和来自衍射X射线图像64的较低能量(通常在可见区域内)的光子束进一步被劳厄平面X射线探测器的光学部件434处理。

[0079] 劳厄平面X射线探测器152上的闪烁器432比劳厄平面X射线探测器150简单很多。这是因为,由于几何放大倍率,在投影平面探测器152上的图像较大。

[0080] 在一个示例中,没有提供光学放大倍率。取而代之的是CCD面板探测器在闪烁器432后被直接使用。例如,具有1:1耦合的平板探测器到闪烁器432可被使用。这种探测器具有的像素大小通常介于50 μm 到250 μm 之间。

[0081] 在另一示例中,投影平面探测器152光学部件434具有0.4X可见光放大倍率和像素大小为13 μm 的CMOS传感器。

[0082] 在一个简单的示例中,劳厄平面探测器150和投影平面探测器152为相同的物理探测器。对于样本10的与光束有关的每个角度 θ ,探测器被移动到劳厄平面50和投影平面52之间。该配置需要一个在z和x轴有很大平移能力的探测台422。

[0083] 在具体的示例中,样本到投影探测器的距离 d_{sd2} (也在z方向上)可介于10cm到100cm之间。X射线在投影平面探测器152的几何放大倍率优选为10和500。

[0084] 本发明所述的装置还包括系统控制器105。该控制器可为任意适合实施所需操作的处理单元,以获取样本材料的三维晶粒取向映射。例如,控制器105可为接收图像数据的计算机系统,该图像数据为来自探测器系统150、152(旋转样本10时获取)和执行晶粒取向及定位的三维重建的多个图像。在具体的实施例中,控制器105还控制旋转台414和由此被检测的样本10的旋转角度。优选地,该控制器105还操控劳厄平面探测器150的台422、424及投影平面探测器152。并且,具体而言,控制器105将劳厄平面探测器150移出光程以使得投影平面探测器152能探测,或将劳厄平面探测器150移至投影平面探测器152的位置以执行其功能。

[0085] 在一些情况下,控制器105仅使用来自劳厄探测器150的数据或仅来自投影平面数据152的数据,以分析样本10。然而,从劳厄探测器150接收的信息对于分析样本通常是最有用的。

[0086] 本发明的很多方面中,控制器105利用X射线DCT的原理来生成三维晶粒取向映射。既定的DCT原理在多个出版物中被描述,在此引入其全文并入本文。这些出版物为:W.Ludwig et al.,X-Ray Diffraction Contrast Tomography:A Novel Technique For Three-Dimensional Grain Mapping of Polycrystals.I.Direct Beam Case,J.Appl.Cryst.(2008) V41,pp.302-309(Appendix A);G.Johnson et al.,X-Ray Diffraction Contrast Tomography:A Novel Technique For Three-Dimensional Grain Mapping of Polycrystals.II.The Combined Case,J.Appl.Cryst.(2008) V41,pp.310-318(Appendix B);Martin Knapič, Seminar, 4th Year, University of Ljubljana, Faculty of Mathematics and Physics, Physics Department, May 28, 2011(Appendix C); and U.S. Patent Application Publication No. 2012/0008736A1, to E.M. Lauridsen et al., published on January 12, 2012(Appendix D)。

[0087] 如文献中所述(如见Ludwig, et al. (2008). J. Appl. Cryst. 41, 302-309) X射线DCT和常规的X射线吸收对比断层扫描有一些相似之处。通常, 样本中的晶粒通过使用每一次晶粒满足衍射条件时促成X射线衰减系数的偶然出现的衍射被成像。三维晶粒的形状通过使用代数重建技术(algebraic reconstruction technique, ART)从数量有限的投影中被重建。基于扫描取向空间和针对测定相对应的晶粒取向的算法也已被研发出。

[0088] 通过同时获取透射和衍射的光束, 由Ludwig, et al. (2008). J. Appl. Cryst. 41, 302-309所述的技术已被扩展(如见G. Johnson et al., J. Appl. Cryst. (2008) V41, pp. 310-318)以研究未变形的每横截面超过100颗粒数的多晶样本。在此, 晶粒仍通过促成X射线衰减系数(当晶粒满足衍射条件时, 可从透射和衍射的光束62强度降低中被观察到)的偶然出现的衍射被成像。该具有附加衍射束信息的消光点图像的分割已被自动化, 即便在显著点重叠存在的情况下。稳固的排序和索引方法通过配对相应的直束点(消光点)和衍射束点已被研发出。

[0089] 通常, 在本发明的系统中, 对X射线束轴115的每个样本10的角度上, 样本10中的每个晶粒在劳厄探测器150上产生多个衍射点或线, 通常为1~20个。这种效应可被用于消除样本10的持续旋转(θ)的需求。此外, 衍射点在劳厄平面上的线几何减少“重叠”问题, 因为通过传统系统探测的线可比大的点更容易被分离。

[0090] 在一实施例中, 来自区域60、62和64的被劳厄探测器150和投影平面探测器152探测到的数据与控制器105连通。除了从透射图像62接收到的信号和从衍射图像接收到的衍射点60、64, 控制器105优选地还控制样本台414, 以使结晶材料样本10在曝光过程中自动旋转。

[0091] 以上所述实施例仅表达了本发明的几种实施方式, 其描述较为具体和详细, 对于本领域的普通技术人员来说, 在不脱离本发明构思的前提下, 还可以做出若干变形和改进, 这些都属于本发明的保护范围。

[0092] 例如, 用于DCT的宽带X射线光谱的使用未被考虑在同步加速器辐射源。如果同步加速器光束将被调节以提供多晶样本的发散宽带光束。如上所述的同样的使用单色光束的方法可有潜力被用于提供比目前所用的方法更显著的性能优势。事实上, 同步加速器的低亮度弯曲磁铁束线(magnet beamlines)可用于取代实验室源, 以提供宽带发散的X射线束, 但尚未被充分利用。

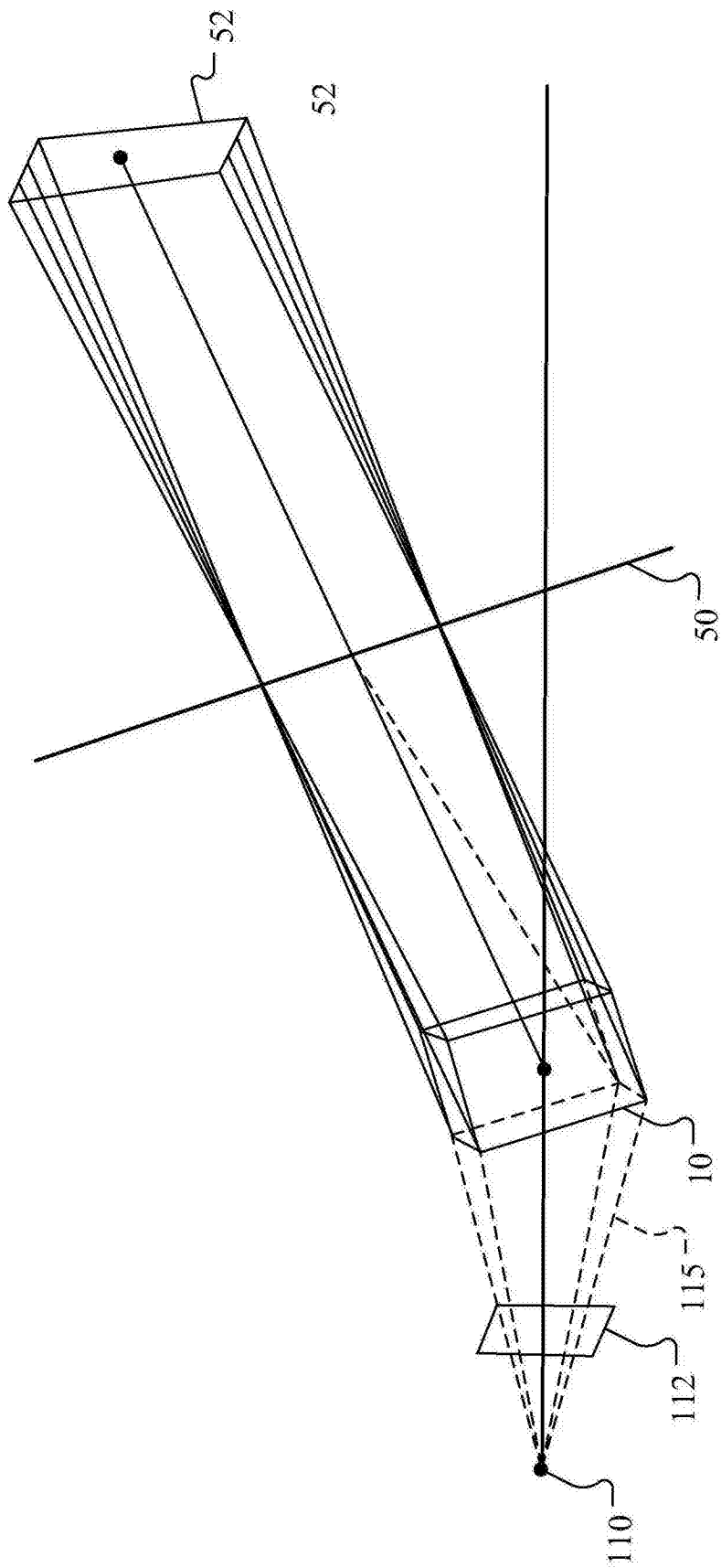


图1

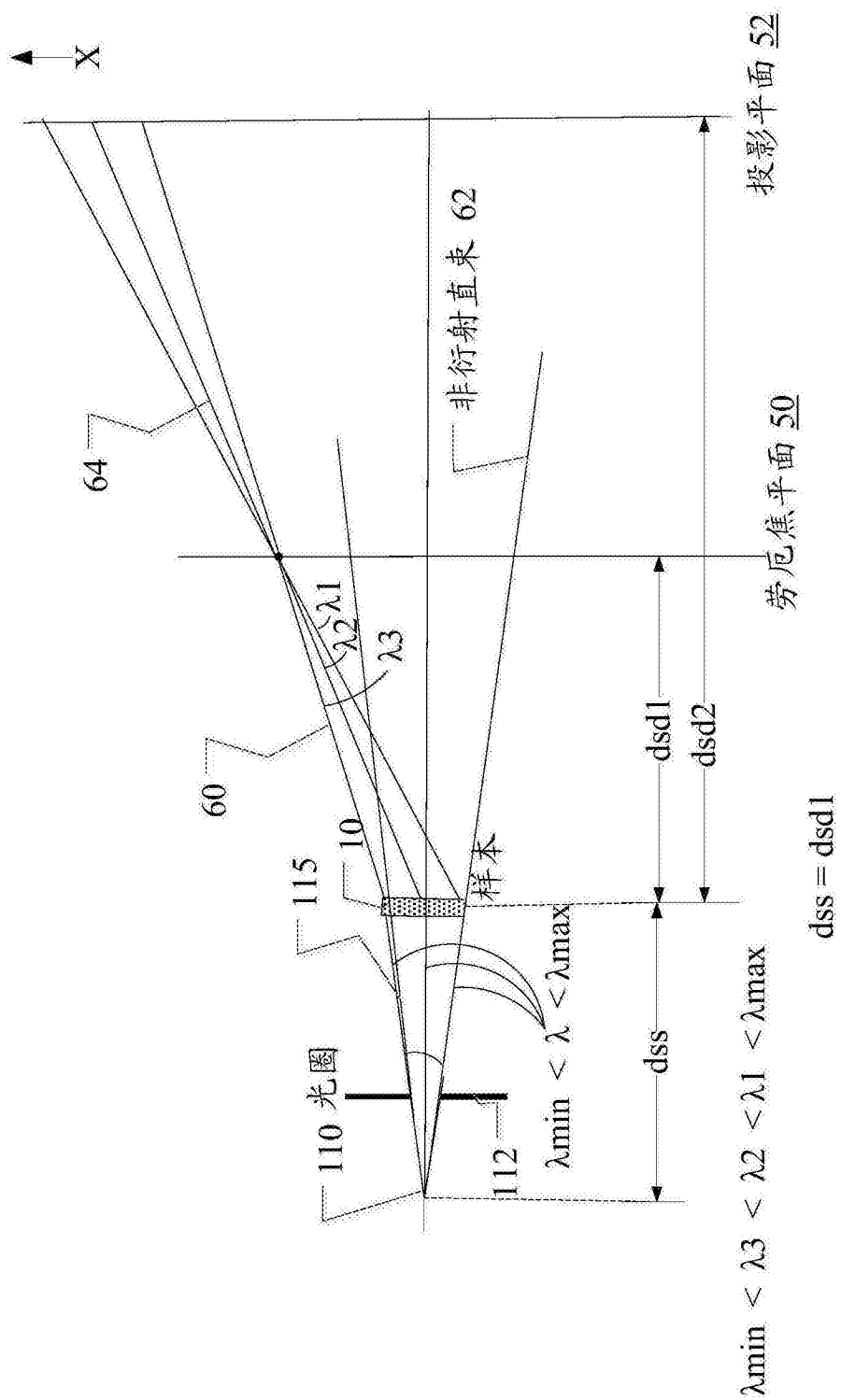


图2A

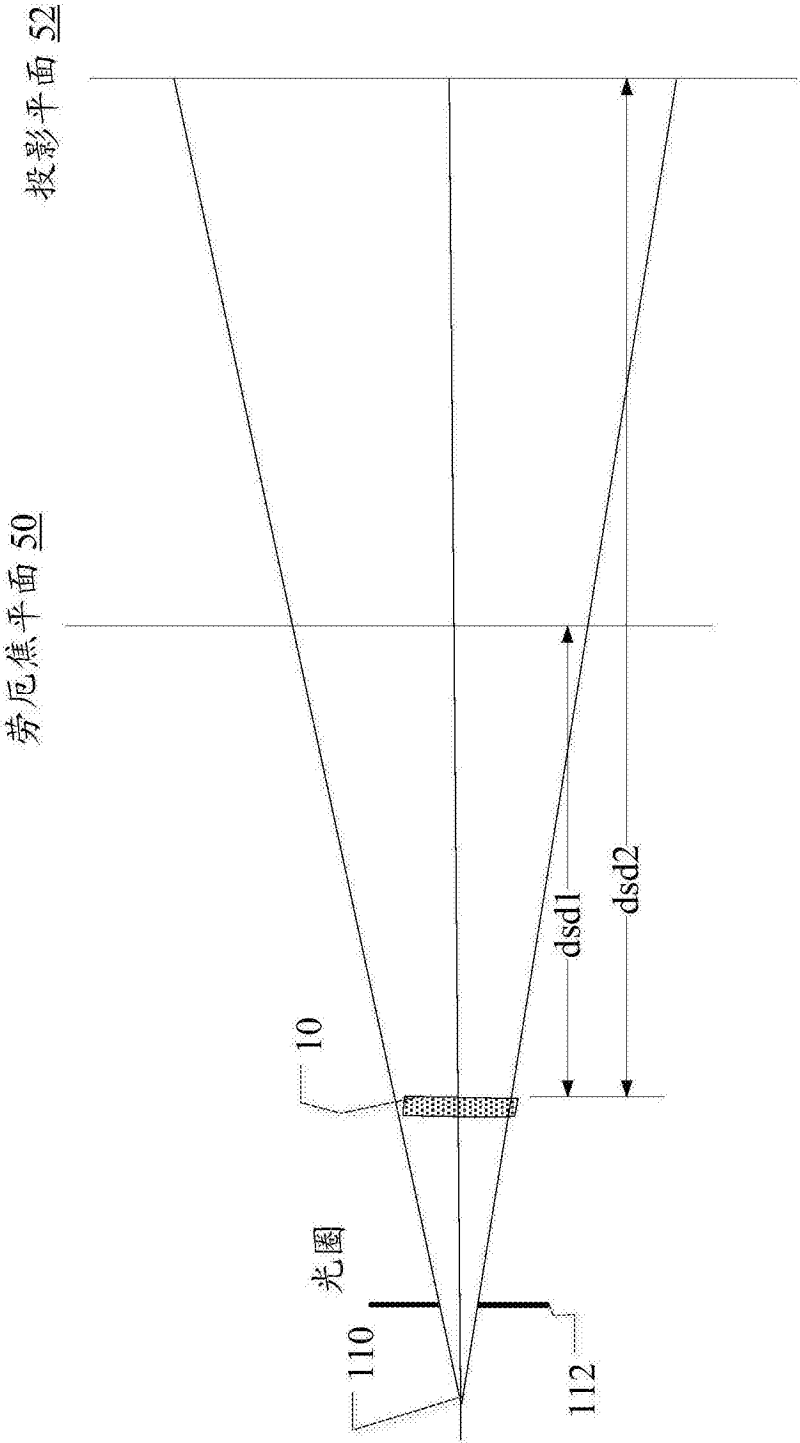


图2B

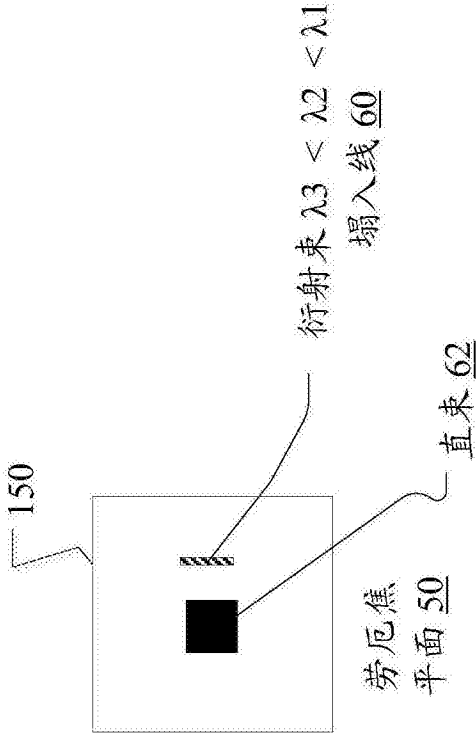


图3A

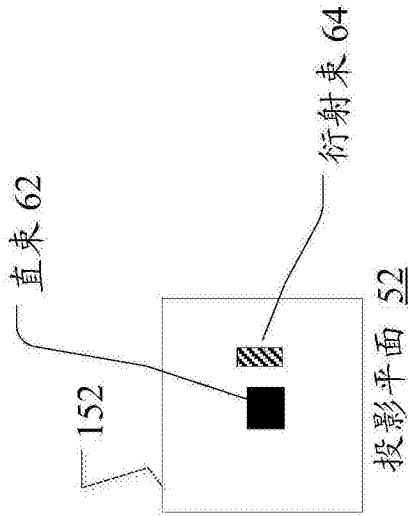


图3B

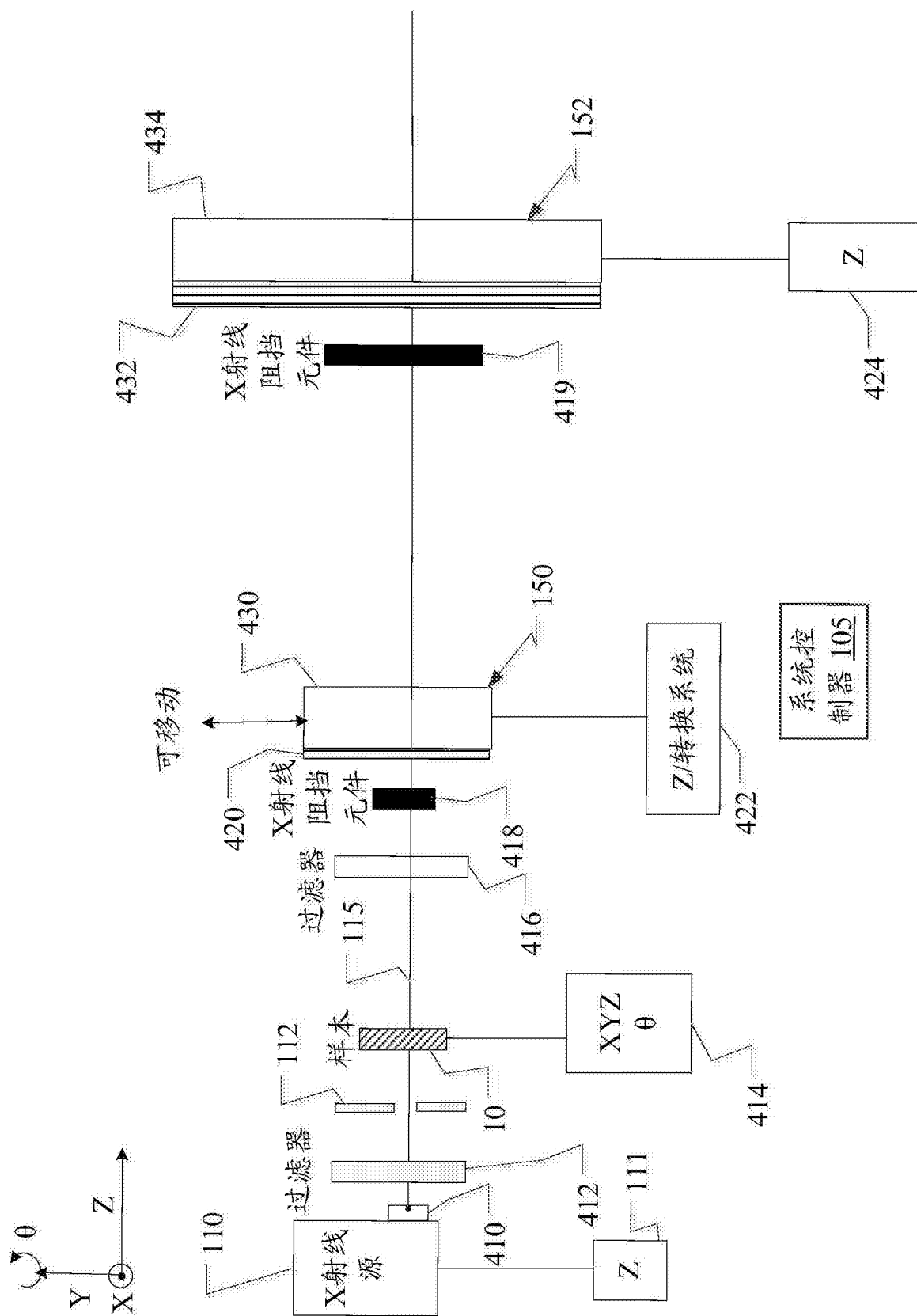


图4