

马玉田, 刘俊标, 牛耕, 等. 透射式微焦点 X 射线源钨-金刚石靶材的制备及其性能研究[J]. CT 理论与应用研究, 2017, 26(2): 189-194. doi:10.15953/j.1004-4140.2017.26.02.07.
Ma YT, Liu JB, Niu G, et al. Research on the preparation and performance of tungsten-diamond transmission target for microfocous X-ray source[J]. CT Theory and Applications, 2017, 26(2): 189-194. (in Chinese). doi:10.15953/j.1004-4140.2017.26.02.07.

透射式微焦点 X 射线源钨-金刚石靶材 的制备及其性能研究

马玉田, 刘俊标[✉], 牛耕, 赵伟霞, 韩立
(中国科学院电工研究所, 北京 100190)

摘要: 本文采用磁控溅射镀膜技术制备了钨-金刚石透射靶材, 借助电子扫描电镜对靶材的钨薄膜进行微观形貌分析。同时借助 YXLON 光机, 研究自制靶材在 X 射线出射率及其产生 X 射线所需消耗功率和寿命等性能, 并与 YXLON 原带靶材进行性能比较。研究表明, 采用磁控溅射制备的钨薄膜与 YXLON 靶材上的钨薄膜具有相似的表面形貌; 在 YXLON 光机相同工作条件下, 自制靶材的 X 射线出射率略高于 YXLON 原带靶材的 X 射线出射率的 1%, 二者辐射 X 射线所需的功率相差无几, 自制靶材的寿命要长于 YXLON 靶材的。这表明自制钨-金刚石靶材能够满足微焦点射线源所需的高质量靶材的应用要求。

关键词: 显微计算机断层成像; 磁控溅射; 钨-金刚石透射靶材

doi:10.15953/j.1004-4140.2017.26.02.07 中图分类号: TP 391.41 文献标志码: A

显微计算机断层成像 (micro-computed tomography, Micro-CT), 作为国际无损界公认的最佳无损检测手段^[1], 其超高空间分辨率主要取决于微焦点 X 射线源的质量、强度和尺寸。基于聚焦成微焦点的电子束轰击靶材辐射出微焦点的 X 射线是 Micro-CT 应用最多的 X 射线源^[2-3]。目前国际上微焦点射线源新型的端窗透射式薄靶, 与常规微焦点 X 射线管的厚靶相比, 具有较高的 X 射线产生效率和辐照通量密度。但是, 这种端窗透射薄靶在高功率密度的电子束的轰击下产生的大量热量会烧蚀靶面, 甚至熔化, 这将导致 X 射线的输出品质的严重下降^[4]。又因其制作工艺极其复杂, 制约了高质量微焦点 X 射线源的研制。目前有关该靶材的报道仅限于国外对其理论方面的研究和国内外对 X 射线成像技术及其图像处理等方面的研究, 其详尽的制备工艺尚处于空白^[5-9]。为此, 我们尝试采用磁控溅射方法制备这种端窗透射式薄靶材——钨-金刚石透射靶, 并对其性能进行分析表征和研究, 以期满足 Micro-CT 的应用要求。

1 靶材的基本结构、制备工艺及其微观形貌

1.1 基本结构

微焦点射线源端窗透射式薄靶材一般由靶面 (I)、基体 (II) 和支撑架 (III) 构成,

收稿日期: 2016-09-25。

基金项目: 中国科学院科研装备研制项目 (YZ201410)。

如图 1 所示。这种靶材设计的关键是选择合适靶面和基体材料及其厚度,靶面材料一般选择熔点高、蒸气压低和原子序数高的材料,如钨、钼等^[11-12];基体材料一般采用导热性较好的低原子序数材料,如铍、金刚石和铝等^[9, 13]。如果靶面太薄或太厚都对 X 射线的产额有影响^[14]。本文所用微焦点射线源的透射靶材的靶面材料选用钨,基体材料选用金刚石,支撑架选用铜;结合 Geant 4 软件计算模拟结果,W 靶面的厚度优化设计为 $5\text{ }\mu\text{m}$,根据 Müller 计算的靶温升模型,金刚石基体的厚度优化设计为 $250\text{ }\mu\text{m}$ 。

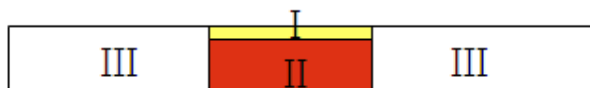


图 1 钨-金刚石端窗透射靶材的基本结构

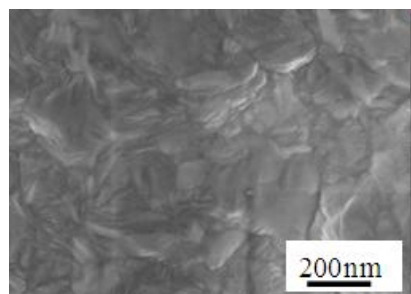
Fig.1 The structure of the tungsten-diamond end-window transmission target

1.2 制备工艺

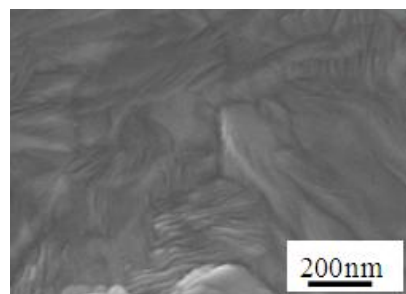
钨-金刚石靶材的总厚度在 $255\text{ }\mu\text{m}$ 左右,尤其是钨靶面的厚度在几个微米,属于薄靶材。由于钨和金刚石的物理性能差别比较大,采用传统的制备方法将难以制造该薄靶材。因此,本文采用磁控溅射镀膜技术制备钨-金刚石薄靶材。采用直流溅射磁控设备,本底工作条件为 $4 \times 10^{-4}\text{ Pa}$,工作气压为 1.0 Pa ,具体制备工艺如同文献[10]报道的钨-铝透射靶材的制备工艺,不同的工艺是将镀有钨薄膜的金刚石基体采用银铜焊料,通过真空热焊方式连接在铜支撑架上,焊接温度为 $400\sim 500\text{ }^{\circ}\text{C}$,真空度为 $1 \times 10^{-3}\text{ Pa}$,即得到钨-金刚石透射靶。

1.3 微观结构

金刚石表面采用磁控溅射镀膜技术进行镀钨薄膜,薄膜的厚度采用 Kosaka 公司的型号 ET 4000 台阶仪来测量,厚度为 $5\text{ }\mu\text{m}$ 左右;采用 ZEISS 公司型号为 SIGMA 电子扫描电镜对钨薄膜的微观形貌进行分析,其微观形貌如图 2 (a) 所示,YXLON 的钨-金刚石靶材的表面形貌如图 2 (b) 所示。从两个靶材的钨薄膜的微观形貌来看,二者薄膜的致密度和均匀度都比较好,无明显的晶粒间隙,也没有出现晶粒团聚现象,这可能表明钨薄膜与金刚石基体之间具有较强的结合力,不易脱落。



(a) 使用自制靶材



(b) 使用 YXLON 靶材

图 2 钨-金刚石靶材的表面形貌

Fig.2 SEM image of W-diamond target

2 靶材性能的实验研究

2.1 实验方法

高质量的靶材是在较低的功率下产生较高出射率的 X 射线。本文工作中主要通过测量对比自制靶材和 YXLON 原带的靶材透射出的 X 射线强度、产生 X 射线所需消耗的功率以及其寿命来衡量和评价靶材的性能。具体测量方法是,选用德国 YXLON-225 kV 光机,分别在微焦点 (Micro-focus) 和高功率 (High-power) 两种模式下,采用 inspector-EXP 多功能辐射检测仪测量在与靶窗处于同一轴线距靶窗 50cm 左右位置处的 X 射线强度,以间接表征不同靶材出射的 X 射线出射率;根据该机自带软件读出辐射 X 射线强度所需的功率;并在高功率工作模式下经历相同工作时间后观察靶材表面形貌,对比使用寿命。

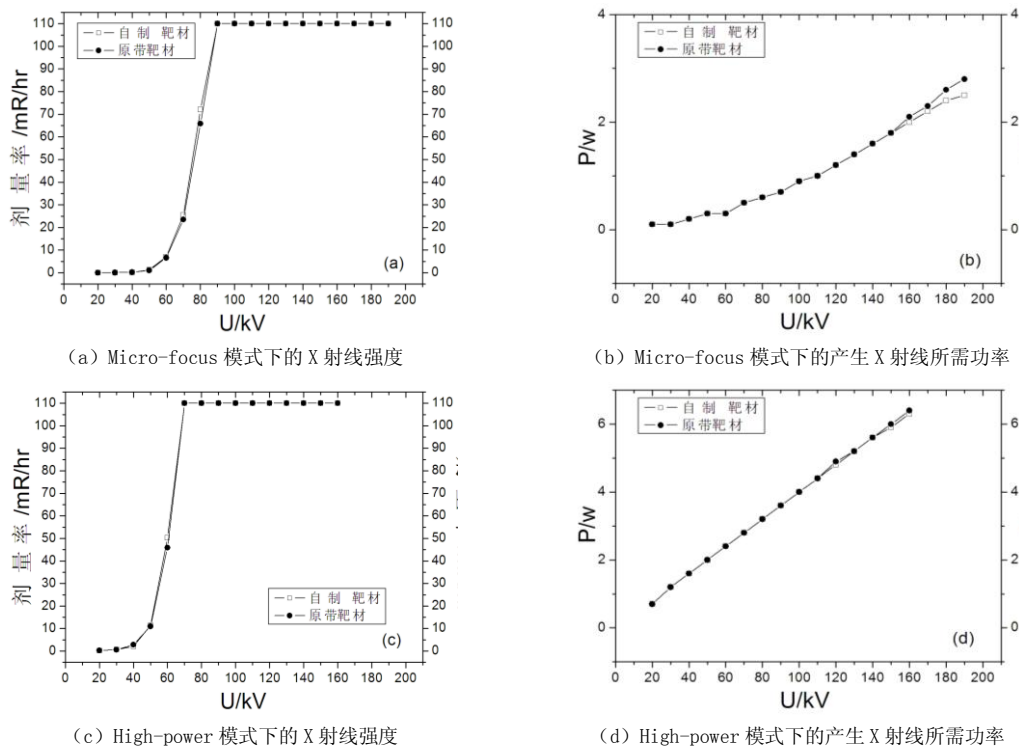


图 3 Micro-focus 模式下的 X 射线强度及其所需功率 (a) 和 (b); High-power 模式下的 X 射线强度及其所需功率 (c) 和 (d)

Fig.3 The X-ray emitting efficiency and its production power (a) and (b) micro-focus model and (c) and (d) high-power model

2.2 实验结果

自制靶材和 YXLON 原带的靶材分别在 YXLON-225 kV 光机的 Microfocus、Highpower 两种工作模式下,发射束流固定为 $53 \mu\text{A}$,对比在不同工作电压下两种靶的 X 射线出射率以及对应的辐射 X 射线所需功率,其对比结果如图 3 所示。两种靶材在 Highpower 模式下,发射束流固定为 $53 \mu\text{A}$,工作电压为 100 kV,经过相同时间后,其表面形貌如图 4 所示,左图为 YXLON 靶材,右图为自制靶材。

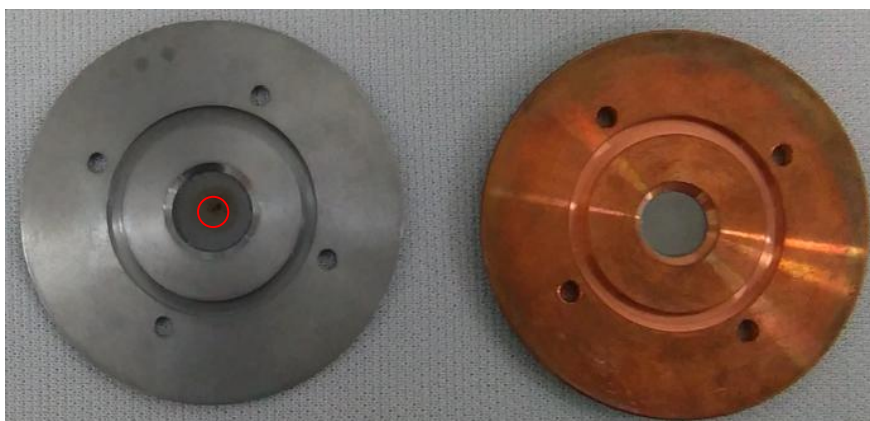


图 4 电子束轰击后的钨-金刚石靶材的表面形貌

Fig.4 Surface topography of W-diamond target after electron bombard

2.3 结果分析

由图 3 (a) 和图 3 (c) 可以看出, 在相同工作条件下, 自制靶材无论是在 Micro-focus 还是 High-power 工作模式, 其 X 射线出射率略高于 YXLON 原带靶材的 X 射线出射率的 1%。对比两种靶材辐射 X 射线所需的功率, 由图 3 (b) 和图 3 (d) 可以看出在相同条件下它们二者辐射 X 射线所需的功率相差无几。

但是经过相同工作条件后, 由图 4 可以看出, YXLON 靶材表面出现了烧蚀现象, 图中红色圆圈内的黑点是烧蚀点, 这有可能影响了其 X 射线的出射率。而自制靶材表面没有出现类似现象, 这表明自制靶材的耐电子束轰击的能力比 YXLON 靶材的能力强, 其寿命比 YXLON 靶材更好, 这可能由于自制靶材采用铜做基体, 而 YXLON 靶材采用铝做基体, 因为铜的导热性能比铝更好。对于进一步的原因, 将在以后工作中进行研究。

3 结论

针对微焦点射线源所需的高质量透射靶材的短缺和制备技术难题, 采用磁控溅射镀膜技术制备钨-金刚石透射靶材, 并借助电子扫描电镜的微观形貌分析, 得到致密度和均匀度均较好的钨薄膜。并借助 YXLON 光机, 开展自制靶材和 YXLON 原带透射靶材的 X 射线出射率及其产生 X 射线所需消耗功率和寿命的对比实验。实验结果表明: 在相同工作条件下, 自制靶材的 X 射线出射率略高于 YXLON 原带靶材的 X 射线出射率, 它们二者辐射 X 射线所需的功率相差无几, 自制靶材的寿命要长于 YXLON 靶材的。综合上述, 自制钨-金刚石靶材能够满足微焦点射线源所需的高质量靶材的应用要求。

参考文献

- [1] Rubin C, Turner AS, Müller R, et al. Quantity and quality of trabecular bone in the femur are enhanced by a strongly anabolic, noninvasive mechanical intervention[J]. Journal of Bone and Mineral Research, 2002, 17(2): 349-357.
- [2] Batemna JE, Moss GR, Roekett P, et al. Digital X-ray microscopy with a microfocal X-ray

- generator and an MWPC area detector[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A, 1988, 273(2-3): 767-772.
- [3] 皮涅斯. 细聚焦 X 射线管及其在结构分析中的应用[M]. 何肇, 译. 北京: 科学出版社, 1963: 40-50.
- Pinies BR. Fine-focus X-ray tube and its application in structural analysis[M]. He L, translated. Beijing: Science Press, 1963: 40-50. (in Chinese).
- [4] Aamir I, Sung HH, Sung OC. Optimization of X-ray target parameters for a high-brightness microfocus X-ray tube[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 2009, 264(2): 371-377.
- [5] Wang YF, Que JM, Cao DQ, et al. Measurement of the spatial resolution and the relative density resolution in an industrial cone-beam micro computed tomography system[J]. Chinese Physics C, 2013, 37(7): 078202-1-8.
- [6] Wang Y, Li Q, Jiang XG. Monte-Carlo simulations for 20 MV X-ray spectrum reconstruction of a linear induction accelerator[J]. Chinese Physics C, 2012, 36(09): 861-866.
- [7] 代秋声, 漆玉金. 针孔单光子发射计算机断层成像的空间分辨率研究[J]. 物理学报, 2010, 59(2): 1357-1365.
- Dai QS, Qi YJ. Spatial resolution of pin hole single photon emission computed tomography imaging[J]. Acta Physica Sinica, 2010, 59(2): 1357-1365. (in Chinese).
- [8] Akihiro Y, Yoshikazu Y, Keiji T, et al. Monte-Carlo simulation of spatial distribution of X-rays in multi-film targets. II: Spatial distribution of continuous X-rays and temperature elevation in W/Al film targets[J]. Surface and Interface Analysis, 2005, 37: 356-361.
- [9] Akihiro Y, Yoshikazu Y, Keiji T, et al. Optimization of X-ray target parameters for a high-brightness microfocus X-ray tube Monte-Carlo simulation of spatial distribution of characteristic X-rays in multi-film targets: Source size of Al Ka X-rays in W/Al film targets[J]. Surface and Interface Analysis, 2004, 36: 1417-1422.
- [10] 马玉田, 刘俊标, 霍荣岭, 等. 基于磁控溅射法显微 CT W-Al 透射靶材的制备及其性能研究[J]. 金属学报, 2015, 51(11): 1416-1424.
- Ma YT, Liu JB, Huo RL, et al. Research on the preparation and performance of tungsten-aluminum transmission target for micro-computed tomography by magnetron sputtering[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2015, 51(11): 1416-1424. (in Chinese).
- [11] 高丽娜, 陈文革. W/Mo/石墨复合靶材的制备与研究[J]. 稀有金属, 2008, 32(5): 605-609.
- Gao LN, Chen WG. A study of tungsten/molybdenum/graphite composite target materials[J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2008, 32(5): 605-609. (in Chinese).
- [12] 邵欣. 透射阳极 X 射线管靶结构设计的第一原理研究[D]. 沈阳: 沈阳师范大学, 2012.
- Shao X. First-principles investigation of the structure of the target of transmission anode X-ray tube[D]. Shenyang: Shenyang Normal University, 2012. (in Chinese).
- [13] Teterev UG, Belov AG. Induced activity of a tungsten target in a 10 MeV electron accelerator[J]. Atomic Energy, 2001, 91(3): 745-748.
- [14] 曹琴琴, 金川, 任翔, 等. 透射型 X 射线管靶材的分析与评价[J]. 中国辐射卫生, 2013, 22(1): 15-17.
- Cao QQ, Jin C, Ren X, et al. Analysis and estimate of target parameter in transmission X-ray tube[J]. Chinese Journal of Radiological Health, 2013, 22(1): 15-17. (in Chinese).

Research on the Preparation and Performance of Tungsten-diamond Transmission Target for Microfocuss X-ray Source

MA Yu-tian, LIU Jun-biao[✉], NIU Geng, ZHAO Wei-xian, HAN Li

(Institute of Electrical Engineering, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China)

Abstract: The present paper designed a basic structure of tungsten-diamond transmission target, according to the theoretical model of the end-window transmission target for micro-focus X-ray source. The tungsten-diamond transmission target is prepared by magnetron sputtering deposition technology. The microstructure of tungsten film is analyzed by scanning electron microscope. The performance of tungsten-diamond transmission target is carried out on the X-ray tube of YXLON, and the performance is compared to that of YXLON. The experimental results show that the surface morphology of homemade target is similar to that of YXLON. Under the same operating conditions, the X-ray emitting efficiency is slightly higher about one percent than that of YXLON and the corresponding X-ray production power of them is little difference, and the lifetime of homemade target is longer than that of YXLON. All the above mention results indicate that homemade target could be satisfied the application requirements of high quality target for micro-focus X-ray source.

Keywords: micro-computed tomography; magnetron sputtering; tungsten-diamond transmission targets



作者简介: 马玉田 (1976—), 男, 2013 获得北京航空航天大学博士学位, 目前为中国科学院电工研究所助理研究员, 主要从事工业 CT 关键部件—微焦斑 X 射线源、六硼化钨阴极和钨—金刚石透射靶材等方面的研制工作, Tel: 010-82547181, E-mail: myt@mail.iee.ac.cn; 刘俊标[✉] (1974—), 男, 2001 获得南京航空航天大学博士学位, 目前为中国科学院电工研究所副研究员, 主要从事精密机械、电子束技术及工程应用等方面的研究, Tel: 010-82547181, E-mail: liujb@mail.iee.ac.cn。