

X 射线光谱散射成像在橡胶复合材料中的应用

Udagawa Y 著 田秀玲摘译 涂学忠校

X 射线映射成像包括吸收射线成像和衍射成像。吸收射线成像已在医学诊断、工业材料无损检测等领域得到广泛应用。衍射成像主要用来揭示具有相当高完整性(低位错密度)的单晶体内部的不规则结构和/或 X 射线波动范围,从而使其应用领域受到了限制。为了减少测试试样的局限性,提出了使用散射 X 射线(包括衍射线)成像,即 X 射线散射成像。它可适用于任何一种材料,比如具有缺陷的单晶体、多晶体、复合粒子、生物晶体和非晶体材料。该成像技术可认为是通用 X 射线衍射成像技术。

图 1 示出了吸收射线成像、衍射成像和散射成像之间的关系。实际上,散射成像用于观察单晶体取向分布时,就确定了 X 射线光谱散射成像的第一个方案。这种方法在检测系统中的进一步改进使其在材料科学领域得到广泛的应用。本文介绍了 X 射线成像原理、设备概况和检测橡胶材料的几个实例。

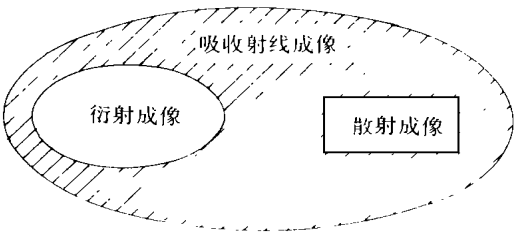


图 1 X 射线成像方法之间的关系

1 设备及方法

在电压 45 kV 和电流 40 mA 的条件下,使用一个 Rigaku 200B 旋转钨阳极和直径约为 50 μm 的锐方向性射束进行试验。图 2(a)为装有多波道探测器(PSPC 或 SSD)的扫描式散射成像装置简图。图 2(b)和图 2(c)分别为图 2(a)系统装配 PSPC 和 SSD 的示意图。测试中,试样以合适的角度位置,在 X-Y 二维受到一步步的扫描,散射的 X 射线记录到多波道探测系统中。从每个扫描步骤测得的 X 射线光谱中

提取一些数值,在每步短暂的转换过程中输入微机内。由于大量的 X 射线产生过多的光谱数据,计算机储存器存不下,因此通常选择强度最大的 X 射线波道数和对应于所分析衍射峰值波道中的积分强度用于数据输入。用微机内的数据集合可直接编制成像,或者如有必要,可以通过计算以一种新形成的模式编制成像。

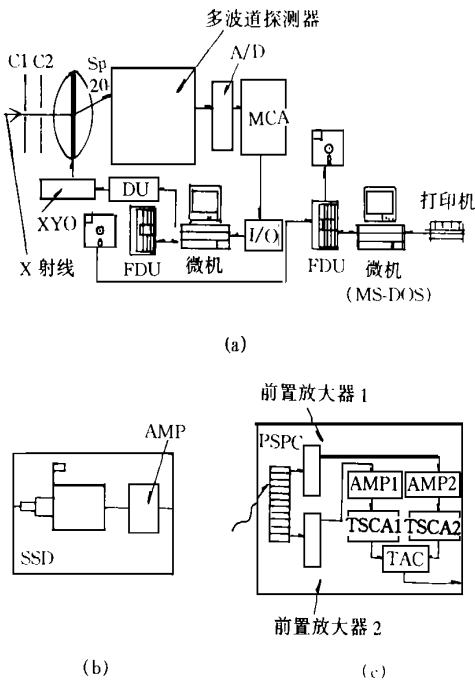


图 2 X 射线光谱散射成像示意图

2 结果与讨论

2.1 X 射线散射成像在轮胎检测中的应用

轮胎是复合材料产品的代表,由胶料、钢丝帘线和有机纤维帘布组成。研究用试样是从轮胎上切下的厚约 10 mm 的适合用于透射的试样。钢丝帘线在普通 X 射线吸收成像中容易测到,有机纤维帘线却几乎测不到。这是因为有机纤维的原子密度与橡胶基质几乎完全相同。普通 X 射线吸收成像还很难区分不同种类的橡胶。使用 $\text{MoK}\alpha$ 时,来自轮胎的散射 X 射线具有图 3 所示的 X 射线能谱。在光谱中可

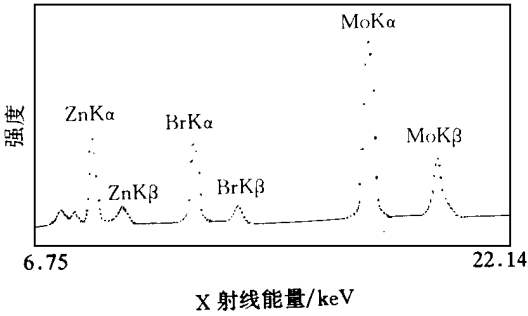


图 3 轮胎典型的 X 射线能谱

以看到对应于 $\text{MoK}\alpha$, $\text{ZnK}\alpha$ 和 $\text{BrK}\alpha$ 能量的 X 射线, 而来自轮胎部件的 $\text{ZnK}\alpha$ 和 $\text{BrK}\alpha$ 是荧光 X 射线。

图 4 为 $\text{MoK}\alpha$, $\text{ZnK}\alpha$ 和 $\text{BrK}\alpha$ 辐射波道数的胎面侧位散射成像。旁边竖条所示的色标度(略)表示检测到的 X 射线相对强度。其中 a 和 b 清楚地示出了有机纤维帘布和胶层结构, c 示出了溴化丁基橡胶(BIIR)胶层(气密层)状况。

图 5 为胎体胎侧部位成像。X 射束垂直辐射到部件表面, 可以分辨出有机纤维帘线的存在和 BIIR 气密层厚度的差异。

图 6 为紧靠近三角胶的胎体胎侧部位成像。从图 6 可以清楚看到胶层结构和有机纤维帘线的存在。

2.2 X 射线散射成像在未硫化压延胶片检测中的应用

检测了两种不同的未硫化压延胶片。其中一种由胶料和尼龙纤维帘布组成, 另一种由胶料和聚对苯二甲酸乙二酯(PET)纤维帘布组成。胶料中含有氧化锌。散射成像使用 $\text{ZnK}\alpha$ 辐射的波道数获得。只有胶料的区域的 $\text{ZnK}\alpha$ 辐射比夹有纤维帘线的区域强。从图 7 和 8 可

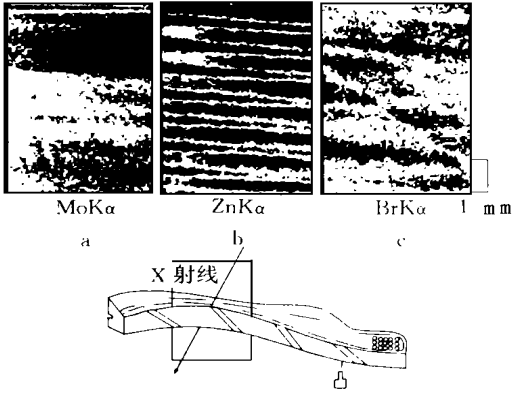


图 5 胎体胎侧部位的 X 射线散射成像

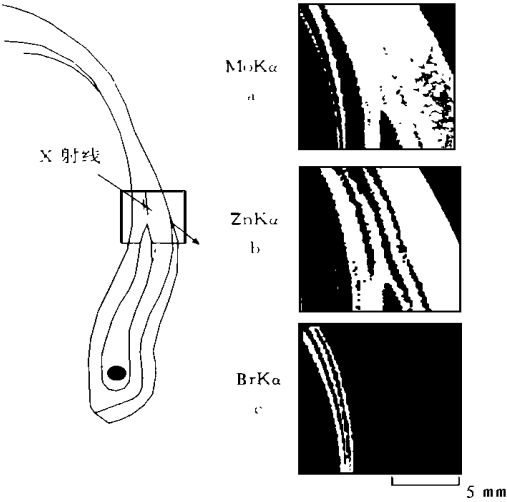


图 6 紧靠近三角胶的胎体胎侧部位的 X 射线散射成像

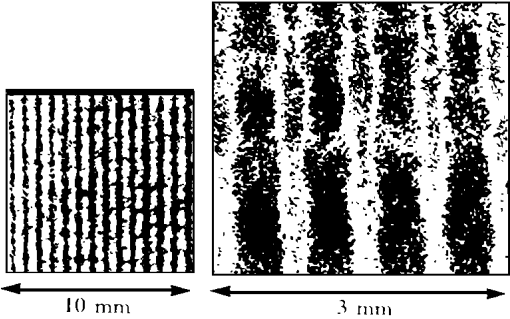


图 7 尼龙纤维帘布未硫化压延胶片的 X 射线散射成像

以看出, 胶料中纤维帘线的位置被清楚地检测出来。

在探测纤维帘线之间只有胶料的区域时, 可以沿纤维帘线平行切割未硫化压延胶片, 而

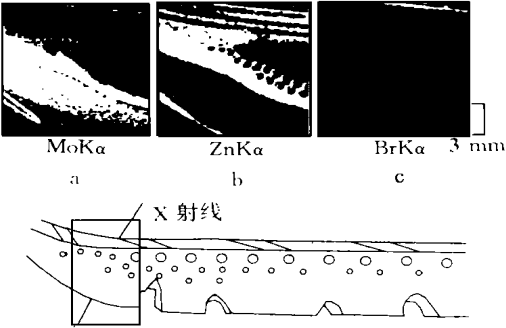


图 4 胎面侧位的 X 射线散射成像

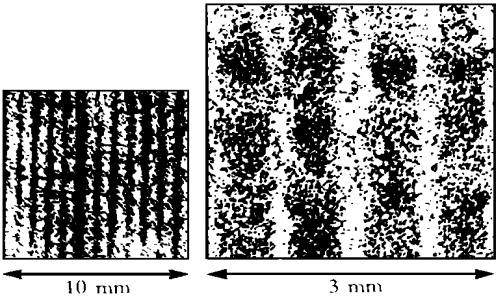


图 8 PET 纤维帘布未硫化压延胶片的
X 射线散射成像

对纤维帘线没有丝毫破坏。

2.3 X 射线散射成像在硫化胶片检测中的应用

检测 2 mm 厚的硫化胶片(胶料配方为: 橡胶 100; 炭黑 50; 氧化锌 5; 硬脂酸锌 3; 防老剂 1; 促进剂 1; 硫黄 1.8)。X 射线束垂直辐射到试样表面。从图 9(略)所示的成像中可以看到不规则的结构。已经知道硬脂酸锌形成不规则的球粒, 从成像中观察到的特性(单体、尺寸)来判断, 认为不规则结构与球粒的不

规则性有密切关系。

本文介绍了 X 射线光谱散射成像的一些实例, 但该方法的应用并不仅限于本文所列材料, 而可适用于用先进技术生产的各种材料。随着分辨率的提高和强 X 射线源(同步加速器辐射)的应用, 这种方法将会有助于解决没有弄清的问题。

3 结论

X 射线光谱散射成像已成功地应用到以橡胶为基础的复合材料上。具体应用可以分为以下几类:

- 轮胎内的不同胶层和有机纤维帘线;
- 夹有有机纤维帘布的未硫化胶片;
- 硫化橡胶的不规则结构。

有了这套成像系统, 就可以探测用普通的 X 射线吸收成像技术还不能检测到的材料内部结构。

译自美国“Rubber World”, 215[4],
31 ~ 33(1997)