

DÉVELOPPEMENTS EXPÉRIMENTAUX POUR LA DIFFRACTION X SOUS CHOC

Analyser et modéliser le comportement d'un matériau sous choc en identifiant notamment ses changements de phase cristalline est actuellement un défi. Dans ce but, le CEA – Gramat a développé un banc de diffraction X sous choc original **1** associant un lanceur à gaz et une source X impulsionnelle de type X-pinch. Cette source, alimentée par un générateur de courant impulsionnel très compact, a été étudiée dans le but de caractériser son intérêt pour la diffraction X. Des essais de diffraction X en statique ont ensuite été réalisés avant de définir la configuration des essais sur lanceur. La géométrie de diffraction, la synchronisation du générateur X avec la propagation du choc et la protection du détecteur 2D ont été mises au point sur des premières expériences dynamiques.

Des données expérimentales sont nécessaires pour comprendre les changements de phase sous sollicitation dynamique des matériaux et mettre au point des équations d'état à plusieurs phases. Jusqu'ici, les mesures de vitesse et de température ont permis une description macroscopique de l'état de la matière. Accéder à la structure cristallographique du matériau permettrait d'améliorer la compréhension des mécanismes de changement de phase et de leur cinétique. Ces vingt dernières années, un grand nombre d'expériences de diffraction X sous choc ont vu le jour. Les sources X étaient générées soit sur de grandes installations laser ou sur synchrotron, soit à l'aide de générateurs de haute tension **2**.

Au CEA – Gramat, un générateur de hautes puissances pulsées très compact (encombrement < 0,3 m³) a été développé pour alimenter une source X-pinch, rendant possibles, pour la première fois avec ce type de générateur, des essais de diffraction X en laboratoire. Un lanceur à gaz permet la génération d'un choc pour amener la

matière vers une transition solide-solide ou solide-liquide. La mesure dynamique sous choc, dont la configuration est présentée en **figure 1**, doit préciser la phase cristalline en présence, par analyse de la figure de diffraction obtenue. Ces mesures seront exploitées pour déterminer les début et fin de transformation dans le diagramme de pression et de température du matériau étudié.

SOURCE X-PINCH

Une charge X-pinch (**figure 2**) est généralement constituée de 2 à 4 fils métalliques de quelques dizaines de micromètres de diamètre que l'on croise pour former une croix X entre les électrodes sous vide d'un générateur impulsionnel à fort courant (> 100 kA). La décharge du courant dans le X-pinch provoque l'explosion des fils puis la formation d'un plasma dense et chaud, comprimé par la pression magnétique au point de croisement des fils. Ce plasma émet un rayonnement X thermal de quelques nanosecondes avec un spectre en énergie inférieur à 10 keV. Le processus

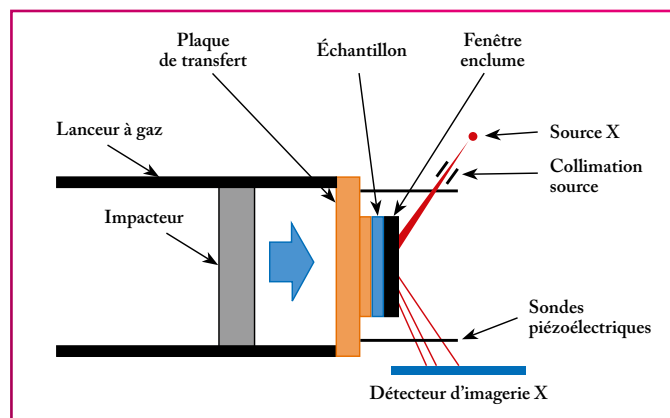


Figure 1

Configuration expérimentale des essais de diffraction X sous choc. L'impacteur est mis en vitesse par un lanceur à gaz. Les sondes piézoélectriques, déclenchées par le débouché du choc à l'arrière de la plaque de transfert, permettent le déclenchement du générateur X. La source X est collimatée et sonde la face arrière de l'échantillon maintenu sous choc par une fenêtre enclume. Un détecteur d'imagerie X permet la détection des points de diffraction.

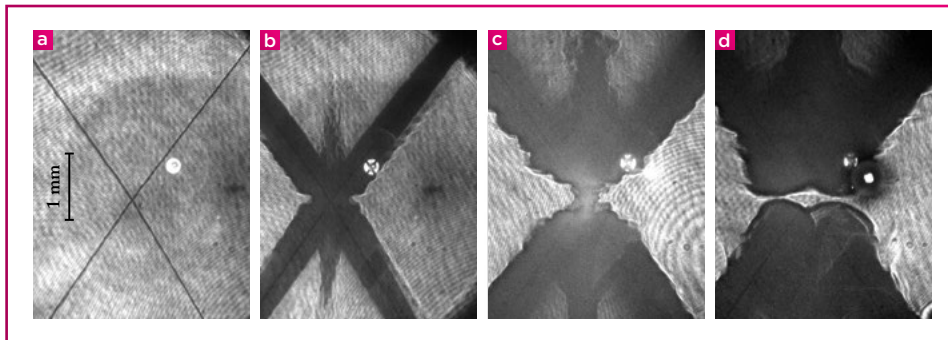


Figure 2

➔ Imagerie laser (ombrosopie) du processus de fonctionnement d'une charge X-pinch. (a) Avant essai - $t = 0$ ns : la charge est constituée de deux fils métalliques micrométriques croisés entre les électrodes du générateur. (b) $t = 85$ ns : la décharge de courant provoque l'explosion des fils et génère un plasma (en noir). (c) $t = 165$ ns : au point de croisement, ce plasma, comprimé magnétiquement et chauffé par effet Joule, émet un rayonnement X thermal (< 10 keV). (d) $t = 205$ ns : en fin de compression, la colonne de plasma se rompt, des électrons libres sont accélérés et freinés au travers d'une diode plasma, entraînant l'émission d'un rayonnement X de freinage (10-100 keV).

du X-pinch se poursuit par une rupture de la colonne de plasma et par la formation d'une diode plasma. L'augmentation de la tension à ses bornes provoque l'accélération puis le freinage d'électrons libres dans le plasma des fils : un rayonnement X de plusieurs dizaines de nanosecondes est alors émis avec un spectre en énergie compris entre 10 et 100 keV. C'est ce rayonnement de freinage, plus énergétique, qui est exploité pour les expériences de diffraction X.

Pour valider cette source X-pinch, des essais de diffraction X ont été réalisés en statique, en mode transmission sur des échantillons d'aluminium et de fluorure de lithium (figure 3). Les points des figures de diffraction obtenues sont parfaitement reproduits par un logiciel de cristallographie reprenant les conditions expérimentales initiales : chaque point correspond à un plan cristallin bien identifié suivant la loi de Bragg. L'analyse des figures de diffraction montre non seulement les raies d'émission caractéristiques du matériau des fils (ici en molybdène), mais aussi le continuum du spectre, qui ont contribué à la formation de points de diffraction. Potentiellement, le X-pinch peut donc être exploité pour la diffraction X en mode monochromatique (raie caractéristique) ou large bande, offrant ainsi plus de possibilités d'expérimentations.

PREMIERS ESSAIS DYNAMIQUES

L'expérience sous sollicitation dynamique intègre cette source X-pinch sur un lanceur à gaz. La géométrie de diffraction se fait à faible incidence par rapport à la surface de l'échantillon choqué, de manière à ce que le

générateur X et le détecteur d'imagerie X, un écran radioluminescent à mémoire (ERLM), soient en dehors de la gerbe d'éclats. Dans ces conditions, pour satisfaire la loi de Bragg et mettre en valeur des points de diffraction utiles pour renseigner sur la structure cris-

tallographique de la matière, le spectre X d'intérêt se situe entre 10 et 30 keV. Ce spectre, peu pénétrant, est en partie absorbé par la fenêtre enclume nécessaire au maintien sous pression de l'échantillon et par les protections mises en œuvre devant l'ERLM. La configuration expérimentale a donc été optimisée pour maximiser le flux reçu par l'ERLM.

Des expériences préliminaires ont été menées sur le lanceur pour, d'une part, valider la synchronisation du flash X avec le débouché du choc à l'interface échantillon/fenêtre enclume et, d'autre part, définir une cible limitant l'expansion radiale de la gerbe d'éclats en direction de l'ERLM.

Par la suite, des figures de diffraction X ont été obtenues sur du chlorure de potassium (KCl) sous choc et sous changement de phase solide-solide. Les premiers résultats sont prometteurs et des études sont en cours pour améliorer la détection et la résolution des points de diffraction : évaluation de détecteurs d'imagerie numériques et de charges X-pinch hybrides 3.

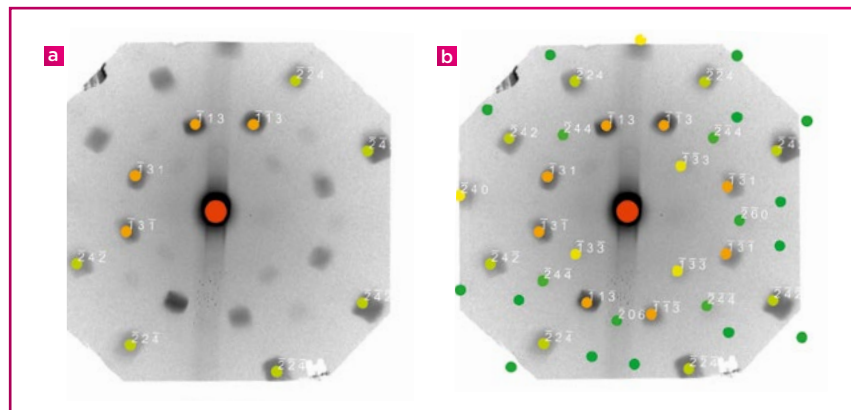


Figure 3

➔ Résultats de diffraction X en transmission d'un échantillon LiF d'épaisseur 1 mm avec une source X-pinch en molybdène. (a) Points diffractés par les raies K du molybdène (17 à 20 keV). (b) Points diffractés par les raies K du molybdène et par le continuum couvrant un spectre de 15 à 35 keV. Les points de diffraction prédits par la cristallographie (en couleur, la couleur dépendant de l'intensité diffractée et les chiffres correspondant au plan cristallin) sont superposés à l'image expérimentale : l'analyse cristallographique permet d'identifier le cristal en présence. Le X-pinch est potentiellement exploitable en diffraction X monochromatique et large bande.

RÉFÉRENCES

- 1 F. ZUCCHINI, C. CHAUVIN, S. N. BLAND *et al.*, "A novel setup for time-resolved X-ray diffraction on gas gun experiments", *Proceedings of the Shock Compression of Condensed Matter Conference*, Tampa Bay, USA, June 14-19, 2015, *AIP Conference Proceedings*, **1793**, 060001 (2017).
- 2 T. D'ALMEIDA, Y. M. GUPTA, "Real-Time X-Ray Diffraction Measurements of the Phase Transition in KCl Shocked along [100]", *Phys. Rev. Lett.*, **85**, p. 330-333 (2000).
- 3 T. A. SHELKOVENKO *et al.*, "Hybrid X-pinch with conical electrodes", *Phys. Plasmas*, **17**, 112707 (2010).