

ОБЩАЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ
ТЕХНИКА

УДК 530.1+53.08+681.2

РЕГИСТРАЦИЯ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗОБРАЖЕНИЯ С ПОМОЩЬЮ
ДЕТЕКТОРА НА ОСНОВЕ МИКРОКАНАЛЬНЫХ ПЛАСТИН

© 2023 г. Ю. М. Ярмошенко^a, И. Э. Кантур^{a,*}, В. Е. Долгих^a, Т. В. Кузнецова^{a,b}

^aИнститут физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН
Россия, 620108, Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18

^bУральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина
Россия, 620002, Екатеринбург, ул. Мира, 19

*e-mail: il.kantur@mail.ru

Поступила в редакцию 31.07.2022 г.

После доработки 13.10.2022 г.

Принята к публикации 15.01.2023 г.

Описана система регистрации рентгеновского изображения, состоящая из детектора, содержащего две микроканальные пластины, из оптического объектива и цифровой видеокамеры. На рентгеновском флуоресцентном спектрометре с изогнутым кристаллом кварца и с горизонтальной фокусировкой методом Иоганна получены изображения K-спектров Ca, Ti, Mn, Fe, Co. Измерения выполнены с использованием детекторов с коэффициентами усиления 10^6 , 10^7 и двух видеокамер, имеющих разные характеристики и размеры пикселей. Достигнута высокая скорость измерения спектров с приемлемой статистикой. Измерение спектров продублировано на одномерном позиционном детекторе.

DOI: 10.31857/S003281622303028X, EDN: CXDTEL

ВВЕДЕНИЕ

В стандартных лабораторных источниках рентгеновского излучения, маломощных по сравнению с синхротронными, помимо детекторов рентгеновского излучения на основе полупроводниковых технологий, используются двумерные детекторы с микроканальными пластинами (МКП). Они имеют ряд преимуществ при работе в лабораторных условиях, поскольку обладают не только высоким пространственным разрешением и эффективностью, но и большим временем эксплуатации при малой мощности рентгеновского излучения и относительно невысокой ценой. Отметим несколько ключевых работ из более чем 50-летней истории создания детекторов на основе МКП. В комбинации с волоконной оптикой и сцинтилятором МКП впервые была использована для регистрации электронов. Одним из первых был сконструирован двумерный детектор рентгеновского изображения, созданный в 1976 г. в Center for Astrophysics, Harvard College Observatory, and Smithsonian Astrophysical Observatory, Cambridge, Massachusetts 02138 [1]. Он состоял из МКП, фотокатода и проволочной сетки с диаметром проволоки 100 мкм в качестве двумерного позиционно-чувствительного детектора. Квантовая эффективность МКП варьировалась от 29% при 0.28 кэВ до 5% при 3 кэВ. Этот детектор обеспечивал рентгеновское

изображение в фокальной плоскости телескопа. С разными фотокатодами детектор мог использоваться для регистрации однофотонного изображения в ультрафиолетовом, видимом и ближнем ИК-диапазонах. Во всех случаях при очень низком темновом счете скорость регистрации событий достигала 10^4 с⁻¹.

Через 10 лет в Англии был сконструирован детектор также на основе МКП [2]. В нем применялась технология линии задержки. Детектор работал в области длин волн 12–30 Å, был установлен в плоскости фокусировки кристалла радиусом 25 см спектрометра Иоганна и использовался для регистрации экспериментальных спектров при диверторной инжекции на токамаке (DITE).

В работе [3] описан двумерный позиционный детектор размером 160 × 100 мм для спектроскопии высокотемпературной плазмы. Пространственное разрешение для одного измерения составляет 200 мкм, а для другого – 2–5 мм. Интегральная нелинейность составляет 0.08% для первого и 1% для второго измерения. В статье [4] представлена разработка рентгеновского пиксельного детектора с зарядовой связью (MPCCD – multi-port charge-coupled device) для экспериментов с рентгеновским лазером на свободных электронах. Хорошо известно применение МКП-детекторов для наблюдения изображения в инфракрасном излучении. В по-

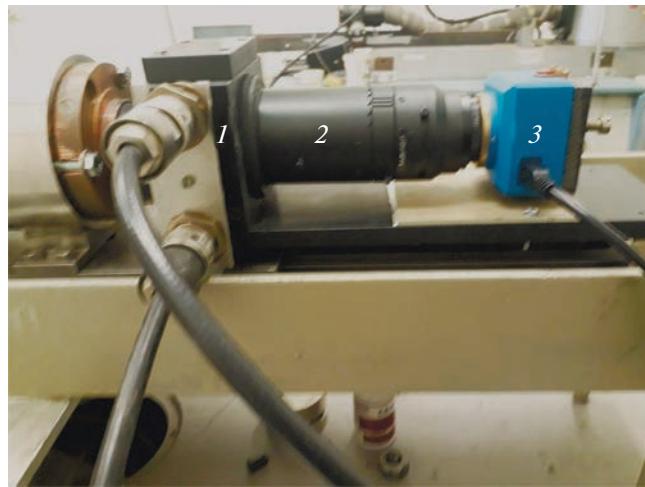


Рис. 1. Система регистрации. 1 – детектор в диэлектрическом кожухе, 2 – объектив TAMRON, 3 – цифровая видеокамера BMR-1400HM-U.

следние годы отечественными специалистами созданы системы наблюдения на основе МКП-детекторов в ультрафиолетовом (УФ) диапазоне. Выбор УФ-частоты обеспечивается специальными фильтрами и для регистрации излучения в одинофотонном режиме использована быстродействующая электроника [5].

При изучении рентгеновского излучения часто возникает проблема регистрации спектрального распределения низкой интенсивности с подходящей статистикой и пространственным разрешением. На спектральных приборах, установленных в синхротронных каналах, сравнительно легко достигаются требуемые параметры статистики и энергетического разрешения. Однако далеко не всегда такие приборы доступны рядовому экспериментатору. Нашей целью является создание такого оборудования, которое доступно для проведения исследований непосредственно в лаборатории.

ДЕТЕКТОР И РЕГИСТРАЦИЯ СПЕКТРОВ

Представляемый в данной статье детектор на основе МКП предназначен для регистрации рентгеновского излучения в условиях его малой интенсивности в области длин волн 0.1–0.7 нм в дифрактометрах и рентгеновских спектрометрах. Фирма Hamamatsu [6] предлагает серию близких по конструкции детекторов для измерения изображения в ультрафиолетовом и рентгеновском диапазонах. Наша система регистрации состоит из детектора рентгеновского излучения “Циркон Р”, оптического объектива и видеокамеры, связанной с компьютером (рис. 1). Опытные образцы детектора “Циркон Р” разработаны во Владикавказском технологическом центре “Баспик”

при участии НИЦ “Курчатовский институт” – ВИАМ и авторов этой статьи. “Циркон Р” применялся для регистрации рентгеновских спектров в различных диапазонах длин волн: от $\text{Ca}K_{\beta_1}$ ($\lambda = 3.089 \text{ \AA}$; $E = 4.012 \text{ кэВ}$), $\text{Ti}K_{\alpha}$ ($\lambda = 2.75 \text{ \AA}$; $E = 4.5 \text{ кэВ}$) до $\text{Co}K_{\alpha}$ ($\lambda = 1.66 \text{ \AA}$; $E = 7.46 \text{ кэВ}$).

Рентгеновское характеристическое излучение возбуждалось в образце чистых металлов Ti, Mn, Fe, Ni, Co. Применяемый рентгеновский спектрометр с фокусировкой по Иоганну [7, 8] предназначен для измерений рентгеновских спектров в широком диапазоне длин волн с энергией фотонов 2–10 кэВ. Для разложения в спектр в зависимости от условий эксперимента использованы кристаллы кварца с плоскостями отражения $(10\bar{1}1)$, $(10\bar{1}\bar{0})$ и $(13\bar{4}0)$ и соответствующими радиусами изгиба $R_1 = 140 \text{ см}$, $R_2 = 150 \text{ см}$, $R_3 = 128 \text{ см}$. Рентгеновский спектрометр регистрирует вторичное характеристическое излучение образцов. Для возбуждения флуоресцентного излучения применяется рентгеновская трубка БХВ-9 с рениевым анодом в режиме работы 24 кВ, 20 мА. В рабочем объеме спектрометра поддерживается давление порядка 10^{-3} Торр .

После разложения вторичного рентгеновского излучения в спектр кристаллом-анализатором характеристическое излучение попадает в детектор “Циркон Р”, расположенный на круге Роуланда. С точки зрения оптической фокусировки кристалл-анализатор, на который направлено флуоресцентное рентгеновское излучение образца, является фактически источником излучения для детектора. Расстояние от этого источника до входного окна детектора, в зависимости от выбора образца, изменяется и составляет около 1 м. Отрицательный потенциал V_1 на входном бериллиевом окне запирает обратное движение электронов, положительный потенциал V_2 ускоряет поток электронов в однородном электрическом поле (рис. 2а). На рис. 2б представлен фрагмент реальной МКП. Фотоны, проникая через бериллиевое окно толщиной 150 мкм, возбуждают в МКП поток электронов, который формирует изображение на люминофорном экране внутри детектора (рис. 2а). Это изображение фокусируется оптическим объективом. Задний фокус объектива совпадает с плоскостью видеокамеры на основе прибора с зарядовой связью (ПЗС). Ось индивидуального канала МКП (рис. 2) по отношению к поверхности пластины расположена под углом смещения (углом, образованным осью канала и осью, перпендикулярной поверхности пластины). Диаметр индивидуального канала МКП в детекторах равен 5 мкм. Угол смещения выбирается с учетом эффективности обнаружения излучения, предотвращения прохождения падающих фотонов через каналы и простран-

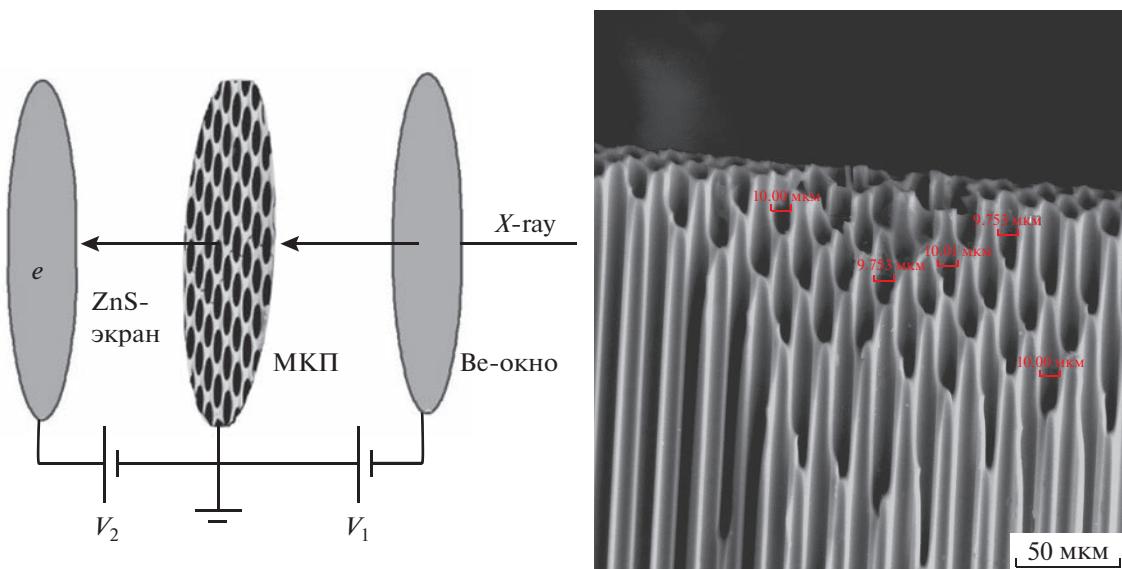


Рис. 2. а – МКП и принципиальная схема детектора; б – микрофотография фрагмента МКП.

ственного разрешения. Оптимальное значение угла смещения обычно составляет от 5° до 15°.

Существенное влияние на качество полезного сигнала всей системы регистрации оказывает шум, связанный с работой самого детектора и видеокамеры. Шум детектора определяется величиной темнового тока. Темновой ток в детекторе обусловлен в основном ионизацией остаточных газов, локальных разрядов в сильном электрическом поле и остаточной фотоэмиссией, создаваемой сцинтилляцией конструктивных частей МКП. Источники темнового тока, вызванные локальным разрядом, устраняются путем оптимизации условий изготовления МКП и улучшения структуры сборки и материалов. Во всяком случае, типичные МКП имеют очень низкий темновой ток, который составляет менее 0.5 пА/см² при напряжении питания 1 кВ. Тем не менее, в случаях, когда уровень входного сигнала чрезвычайно мал, например 10 с⁻¹, работа в режиме стробирования эффективна, поскольку МКП работает только при поступлении сигналов. Поскольку отдельные каналы МКП являются независимыми, пространственное разрешение МКП зависит от диаметра каналов и расстояния между ними в двух измерениях. Пространственное разрешение также зависит от расстояния между МКП и люминофорным экраном, а также от ускоряющего напряжения. Электроны, умноженные в МКП, попадают на люминофорный экран и конвертируются в видимый свет. Изображение фокусируется объективом на поверхности ПЗС в камере. Предельное разрешение определено наименьшим количеством регистрируемых фотонов. В этих условиях предельное разрешение достигает 20–25 мкм (от 40 до 50 пар линий/мм) при коэффициенте усиления

1000. В случае двух сопряженных МКП пространственное разрешение ниже по сравнению с одной МКП. Причина этого заключается в том, что электроны, размноженные в канале МКП первой ступени, распространяются на несколько каналов МКП последней ступени при входе в нее. Однако основной вклад в шум дает видеокамера.

На рис. 3, 4 представлены соответственно результаты измерений рентгеновских эмиссионных спектров в виде изображений и графиков зависимости интенсивности от энергии. Время накопления спектров с одинаковой статистикой при использовании двумерного детектора сокращено по крайней мере в 10² раз по сравнению с одномерным позиционным детектором (оригинальный детектор собственного изготовления) при равном пространственном разрешении.

Одномерный позиционный детектор по конструкции принципиально не отличается от детектора, представленного в работе [9]. В этом детекторе “рабочим телом” – источником полезного сигнала – является газовая смесь Ar(10%)+CH₄, протекающая через него. Детектор [9] имеет Ве-окно и содержит вольфрамовую нить длиной несколько сантиметров, расположенную перпендикулярно направлению распространения рентгеновского излучения. Рентгеновское излучение, попадая в объем детектора, порождает вторичные электроны (продукт ионизации, в основном CH₄), которые под действием электрического поля устремляются к вольфрамовой нити. Сигнал, распространяющийся вдоль нити, регистрируется на ее концах. Разность фаз или временя является аналогом координаты.

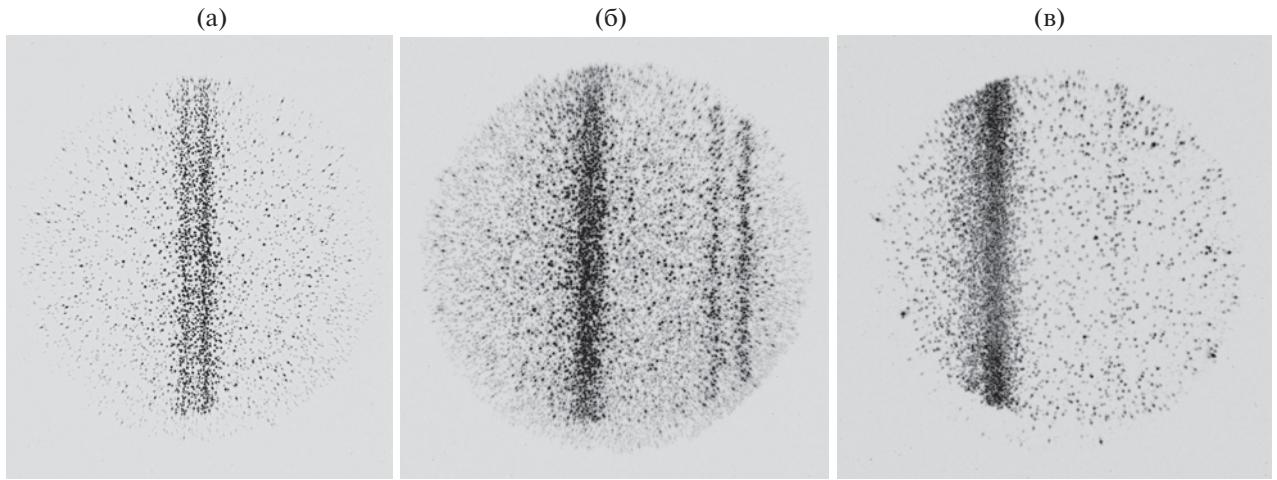


Рис. 3. Результаты измерений рентгеновских эмиссионных спектров: **а** – $\text{Ti}K_{\alpha 1,2}$ -спектр, кристалл-анализатор с плоскостью отражения $(10\bar{1}1)$; **б** – $\text{Ti}K_{\beta 1,3}$ -спектр титана и “примесного” $\text{Ni}K_{\alpha 1,2}$, кристалл-анализатор с плоскостью $(10\bar{1}0)$; **в** – $\text{Co}K_{\beta 1,3}$ -спектр, кристалл-анализатор с плоскостью отражения $(13\bar{4}0)$.

АНАЛИЗ ПОЛУЧЕННЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ

Для изучения качества регистрации изображения и спектров в нашем распоряжении было два детектора с разными коэффициентами усиления и две видеокамеры. Как предполагает производитель, коэффициент усиления детектора “Циркон 1” $K_1 = 10^7$, а детектора “Циркон 2” $K_2 = 10^6$. Оба детектора содержат по две сопряженные МКП. Видеокамеры – BMR-1400HM-U (№ 1) и ZWO 485 MC (№ 2) – относятся к бюджетному ряду. Ниже приведены характеристики видеокамер.

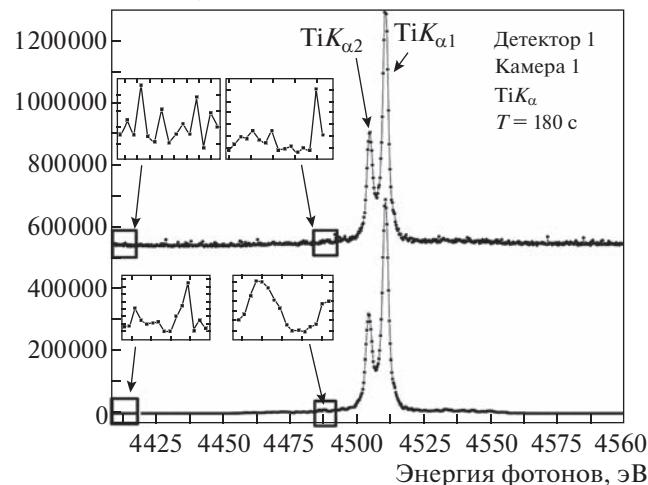
BMR-1400HM-U (№ 1). Камера оснащена ПЗС-фотоприемником (2/3)" (ICX285AL), размер одного пикселя составляет 6.45×6.45 мкм. Тип разложения прогрессивный. Соотношение сторон фотоэлектронного преобразователя 4 : 3. Разрешающая способность матрицы более 1000 ТВЛ. Пороговая чувствительность 0.012 лк, предельная чувствительность 0.001 лк. Динамический диапазон более 69 дБ, отношение сигнал/шум составляет 64 дБ.

ZWO 485 MC (№ 2). Максимальная емкость пикселя 13 000 е (электронов). Цветная матрица Sony IMX485 с обратной засветкой имеет высокую квантовую эффективность, которая составляет примерно 85% на длине волны 530 нм. Матрица также имеет относительно высокую квантовую эффективность, примерно 44% от максимальной, в инфракрасной области (в области длин волн 800–850 нм). Размеры пикселя равны 2.9×2.9 мкм при рабочей области 11.13×6.26 мм (диагональ 12.86 мм). Формат матрицы соответствует стандарту 4K 16 : 9 с разрешением 3840×2160 пикселей (8.28 мегапикселя). Разрядность АЦП равна 12 бит (4096 уровней).

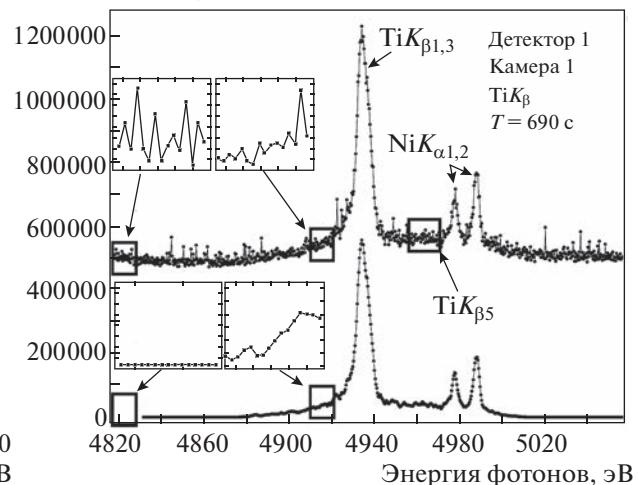
Важными характеристиками ПЗС-камер являются отношение сигнал/шум, скорость передачи кадров, временное разрешение, размер пикселя и пространственное разрешение, спектральный диапазон, квантовый выход и динамический диапазон.

Сравнение экспериментальных результатов, полученных в различных комбинациях пары детектор–камера, показало (рис. 4), что качество изображения и соответствующих спектров значительно выше для детектора “Циркон 1” с коэффициентом усиления $K_1 = 10^7$. На рис. 4 выделены участки графиков, практически идентичные для выбранной камеры. При этом аналогичный участок для другой камеры будет отличаться. Это означает, что каждая камера обладает индивидуальной характеристикой (шума), которая частично воспроизводится в процессе измерений. Кроме того, для небольшой части пикселей наблюдается аномальная интенсивность при отсутствии освещения ПЗС-матрицы. Эту информацию легко использовать для исправления спектра. Структура фона частично обусловлена выбором конкретной камеры. Неравномерный шум имеет тепловое происхождение и при этом также связан с технологией изготовления ПЗС-чипа, расположенного в камере. Для учета шума мы используем стандартные алгоритмы частотного анализа методом фурье-преобразования экспериментальных спектров и ограничения частотного интервала. Эта процедура применяется индивидуально для каждого эксперимента и камеры. Управление процессами измерения, наблюдения и обработки экспериментальных результатов выполняется при помощи визуального интерфейса [10]. Программа формирует массив, содержащий инфор-

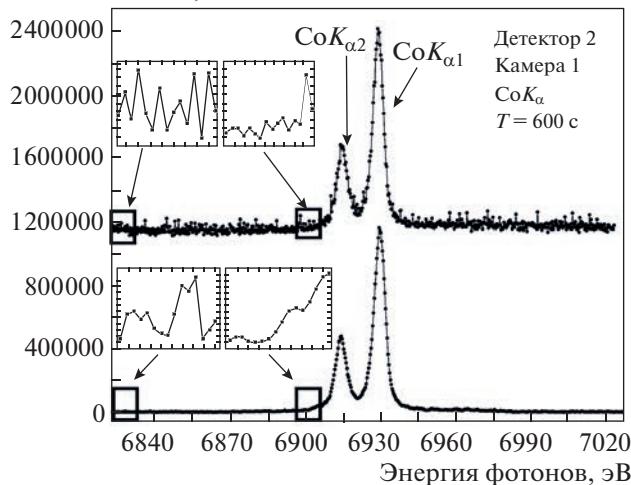
Интенсивность, отн. ед.



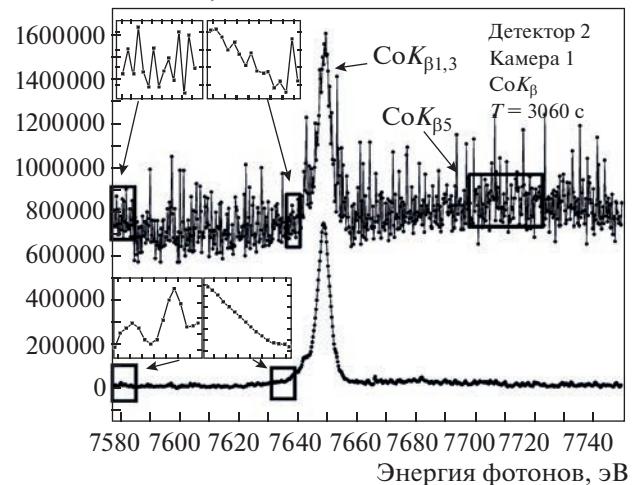
Интенсивность, отн. ед.



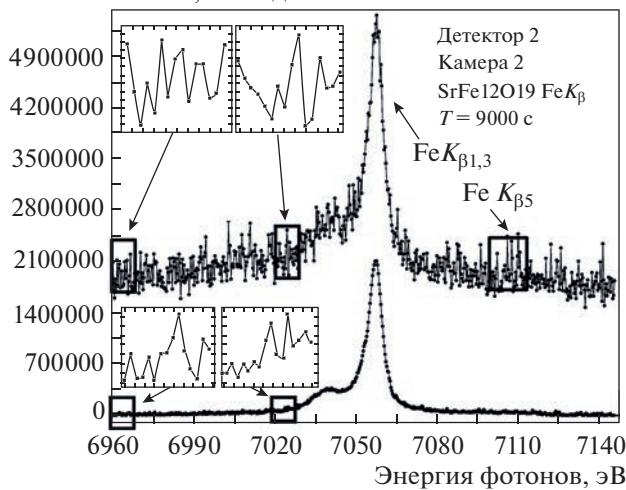
Интенсивность, отн. ед.



Интенсивность, отн. ед.



Интенсивность, отн. ед.



Интенсивность, отн. ед.

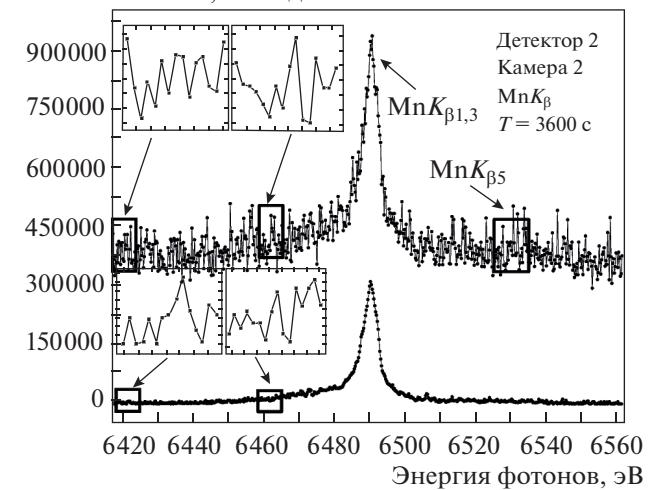


Рис. 4. Спектры, измеренные при использовании различных комбинаций пар “детектор–видеокамера”. Верхняя кри-
вая – спектр с шумами, нижня – после фильтрации.

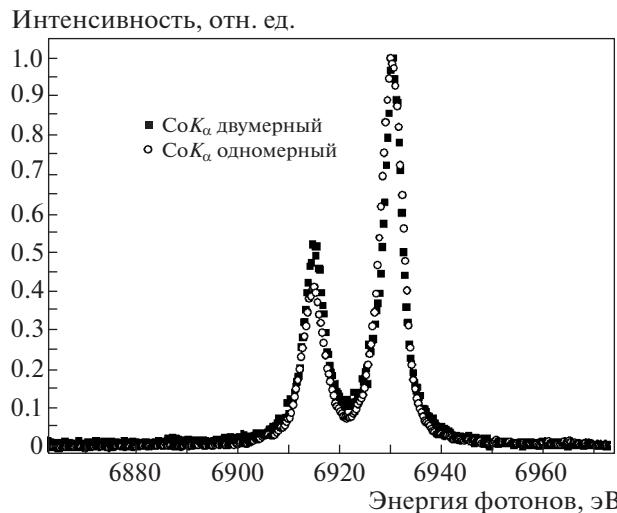


Рис. 5. Сравнение CoK_α -спектров, полученных с помощью одномерного позиционного и двумерного детекторов.

мацию об интенсивности каждого пикселя в изображении. Далее применяется программный фильтр для минимизации влияния дефектов и шумов на изображение. После такой обработки проводятся суммирование интенсивности по координате X пикселя в изображении и калибровка по энергии фотонов, после чего выводится окончательный график зависимости интенсивности в относительных единицах от энергии фотонов.

На рис. 4 приведены спектры в двух вариантах: полученные в результате накопления в течение указанного времени (верхняя кривая) и после применения программного фильтра (нижняя кривая). Размерность интенсивности на рисунках привязана к количеству электронов (электронно-дырочных пар), которые накоплены в пикселе ПЗС за цикл измерений, размерность определена емкостью пикселя и величиной двоичного кода передачи из камеры в компьютер. В наших измерениях величина кода составляла 12 двоичных разрядов. Например, емкость пикселя камеры № 2 составляет $13000 e$, а 12 разрядов соответствуют десятичному числу 4096 условных уровней контраста изображения. Один уровень серого соответствует около $3 e$. Поэтому интенсивность фактически измеряется в e – количестве электронов. В настоящее время на рынке появляются новые модели камер, для которых производитель обещает существенное понижение их собственных шумов путем использования встроенной системы охлаждения до температуры ниже 0°C .

МАСШТАБ ПО ЭНЕРГИИ ФОТОНОВ

Энергетический масштаб зависит от условий эксперимента и выбора камеры. При съемке ка-

мерой № 1 $\Delta E/\Delta N \approx 0.15$ эВ, где E – энергия фотонов, N – число пикселей. Например, для дублета $\text{CoK}_{\alpha 1,2}$ $\Delta E = 15$ эВ или 96 пикселей, $\Delta E/\Delta N = = 0.156$ эВ. На всех графиках, полученных с помощью первой камеры, масштаб уменьшен в два раза. При съемке камерой № 2 масштаб на графиках уменьшен в три раза и $\Delta E/\Delta N \approx 0.3$ эВ. Линейный размер междублетного расстояния $\text{CoK}_{\alpha 1,2}$ спектра равен $96 \cdot 6.45 \text{ мкм} \approx 620 \text{ мкм}$. Уменьшение масштаба не приводит в конкретных условиях съемки к ухудшению разрешения и равносильно увеличению размера пикселя. Это важно для выбора камеры, поскольку от размера пикселя в ПЗС критически зависят характеристики шума, который уменьшается с увеличением пикселя. Поэтому для изучения спектров вполне пригодны камеры с размером пикселя примерно 10 мкм . На рис. 5 совмещены спектры $\text{CoK}_{\alpha 1,2}$, полученные с помощью линейного позиционного и двумерного детекторов в одинаковых условиях фокусировки. Они практически совпадают по форме.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Продемонстрирована работа системы регистрации рентгеновских спектров и изображений, в состав которой входят детектор, оптический объектив и цифровая камера. При проведении измерений использовались два детектора: “Циркон 1” и “Циркон 2” – соответственно с коэффициентами усиления 10^7 и 10^6 .

Проведенные эксперименты продемонстрировали более высокую эффективность применения детекторов на основе МКП для регистрации рентгеновских спектров по сравнению с одномерным позиционным детектором. В среднем время накопления спектров с одинаковой статистикой сократилось в 10^2 раз.

БЛАГОДАРНОСТИ

Авторы выражают благодарность научному сотруднику Лаборатории цветных сплавов ИФМ УрО РАН Н.В. Николаевой за получение микрофотографий МКП на сканирующем микроскопе.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа выполнена в рамках государственных заданий Минобрнауки России (темы: “Спин”, г.р. № 122021000036-3; “Электрон”, г.р. № 122021000039-4) и при частичной финансовой поддержке гранта № 20-02-00541 Российского фонда фундаментальных исследований.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Kellogg E., Henry P., Murray S., van Speybroeck L., Bjorkholm P.* // Rev. Sci. Inst. 1976. V. 47. Iss. 3. P. 282. <https://doi.org/10.1063/1.1134632>
2. *Duval B.P., Bateman J.E., Peacock N.J.* // Rev. Sci. Inst. 1986. V. 57. Iss. 8. P. 2156. <https://doi.org/10.1063/1.1138715>
3. *Thorn D., Beiersdorfer P.* // Rev. Sci. Inst. 2004. V. 75. Iss. 10. P. 3937. <https://doi.org/10.1063/1.1789251>
4. *Takashi Kameshima, Shun Ono, Togo Kudo, Kyosuke Ozaki, Yoichi Kirihara, Kazuo Kobayashi, Yuichi Inubushi, Makina Yabashi, Toshio Horigome, Andrew Holland, Karen Holland, David Burt, Hajime Murao, Takaaki Hatsui* // Rev. Sci. Inst. 2014. V. 85. Iss. 3. P. 033110. <https://doi.org/10.1063/1.4867668>
5. *Белов А.А., Егоров В.В., Калинин А.П., Коровин Н.А., Родионов А.И., Родионов И.Д., Степанов С.Н.* // Датчики и системы. 2012. № 12. С. 58.
6. Hamamatsu MCP documentation. https://www.hamamatsu.com/resources/pdf/etd/MCP_assembly_T-MCP0003E.pdf
7. *Johann H.H.* // Zeitschrift für Physik. 1931. V. 69. № 3/4. P. 185.
8. *Блохин М.А.* Методы рентгеноспектральных исследований. М.: Гос. изд-во физ.-мат. лит-ры, 1959. С. 154.
9. *Dolgikh V.E., Cherkashenko V.M., Kurmaev E.Z., Gogyanov D.A., Ovchinnikov E.K., Yarmoshenko Yu.M., Toporkova T.P.* // ПТЭ. 1985. № 1. С. 186.
10. *Кантур И.Э., Долгих В.Е., Ярмошенко Ю.М., Кузнецова Т.В.* Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2022660528 // Опубл. 06.06.2022.