

О. С. Ковальчук¹, В. В. Бурдін², В. О. Кива¹, В. М. Міліція¹, Н. В. Мінаков²,
Є. О. Петренко¹, В. М. Пугач¹, Д. І. Сторожик¹, Й. Хойзер³, С. О. Фірстов², А. В. Чаус¹

¹ Інститут ядерних досліджень НАН України, Київ, Україна

² Інститут проблем матеріалознавства НАН України, Київ, Україна

³ GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung, Darmstadt, Germany

МІКРОДЕТЕКТОРНА СИСТЕМА ДЛЯ ШВИДКІСНОЇ РЕНТГЕНОГРАФІЇ

Представлено характеристики 512-канальної мікродетекторної системи, створеної для дослідження швидкоплинних процесів у металах при їхньому нагріванні/охолодженні на установці швидкісної рентгенографії. Положення, ширина та інтенсивність дифракційних піків розсіяних рентгенівських квантів вимірюються та відображаються в реальному часі залежно від температури досліджуваного зразка (20 - 1500 °C). Позиційна чутливість системи на основі мікροстріпових кремнієвих сенсорів, зчитуваних комерційною системою накопичення даних XDAS, становить 40 мкм у діапазоні кутів розсіяння рентгенівських квантів $30^\circ < \Theta < 75^\circ$.

Ключові слова: рентгенівська дифрактометрія, позиційно чутливі детектори, швидкоплинні фазові перетворення, температурна залежність фазових перетворень у металах, мікροстріпові кремнієві детектори.

Вступ

Для формування властивостей конструкційних матеріалів за сучасними технологіями необхідно досліджувати кінетику швидкоплинних фазово-структурних перетворень, які можуть відбуватися за долі секунд. Актуальною є розробка та автоматизація методів швидкісного рентгеноструктурного аналізу для дослідження таких процесів у реальному часі [1, 2]. Нещодавно на оригінальній установці швидкісної рентгенографії Інституту проблем матеріалознавства (ІПМ) НАН України [3] було випробувано прототипи новітніх позиційно чутливих мікродетекторів та систем зчитування для дослідження еволюції положення та розподілу рентгенівських квантів у дифракційних максимумах, спостережуваних на металевих зразках при їхньому нагріванні чи охолодженні [4 - 7]. Найбільш ефективну функціональність продемонстрували вимірювання з мікропиксельними детекторами TimePix [5, 6]. На жаль, комерційні широкодіапазонні двовимірні

системи, сконструйовані за схожим принципом, мають надзвичайно високу вартість [8].

У статті наводяться результати тестування економічно ефективною одновимірною широкодіапазонною 512-канальною детекторною системою на основі мікροстріпових кремнієвих сенсорів як елемента експериментальної методики для дослідження швидкоплинної динаміки фазових переходів у металах та їхніх сполуках при нагріванні/охолодженні.

Експериментальна методика

Відповідно до умов експериментальної методики для швидкісної рентгенографії ІПМ НАН України [1, 2] було визначено оптимальні характеристики мікродетекторної системи для реєстрації рентгенівських квантів, розсіяних на металевих зразках, що нагріваються пропусканням через них електричного струму. Система складається з двох груп детекторних модулів, зчитуваних системою накопичення та обробки даних XDAS [9].

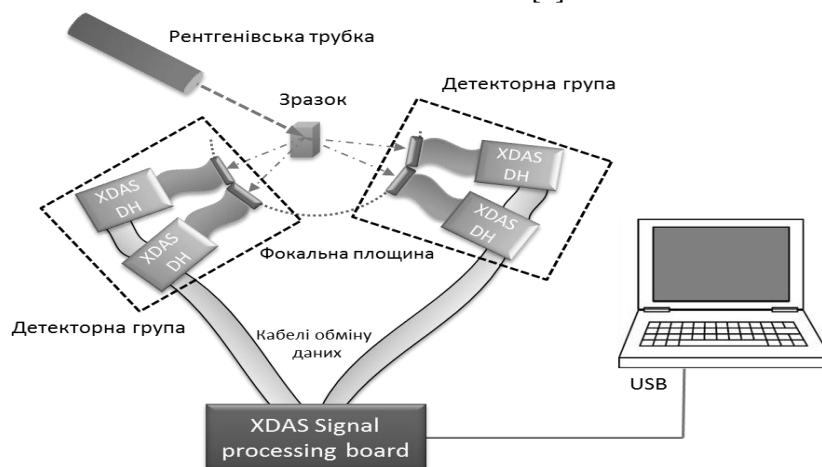


Рис. 1. Блок-схема широкодіапазонної мікродетекторної системи для установки швидкісного рентгенографування.

© О. С. Ковальчук, В. В. Бурдін, В. О. Кива, В. М. Міліція, Н. В. Мінаков, Є. О. Петренко, В. М. Пугач, Д. І. Сторожик, Й. Хойзер, С. О. Фірстов, А. В. Чаус, 2016

Блок-схема створеної мікродетекторної системи представлена на рис. 1. Система складається з детекторних плат (XDAS-DH) для розміщення мікростріпових сенсорів та модуля обробки даних (XDAS Signal Processing Board, SPB) з 16-бітним цифровим виходом. Кожна з чотирьох детекторних плат забезпечує зчитування даних із 128 мікростріпових сенсорів. Через USB2-порт вихідні дані передаються до персонального комп'ютера. Дві детекторні групи (2×128 вимірювальних каналів) перекривають по 30° кутового діапазону фокальної площини установки. Одна група встановлюється в області малих кутів, а друга – в області великих кутів розсіяння рентгенівських квантів. В якості позиційно чутливих детекторів використано кремнієві мікростріпові сенсори – CMS mini-sensor [10], дані з яких зчитуються зарядово-чутливими підсилювачами. На кремнієвих пластинах (n – кремній, $\rho = 5 \text{ k}\Omega \cdot \text{см}$) товщиною 300 мкм розташовано 128 стріпів шириною 36 мкм з кроком 120 мкм та довжиною 10 мм. Як відомо, при цифровому зчитуванні даних із мікростріпових сенсорів позиційна чутливість визначається кроком стріпів і становить приблизно $1/3$ частину від цього кроку, у той час як зчитування аналогових сигналів у міжстріповому проміжку може забезпечити суттєве покращення просторової роздільної здатності [11]. У режимі найвищої чутливості система здатна зареєструвати сигнал від одиничних рентгенівських квантів з енергією близько 10 кеВ. Частота зчитування даних 10 - 100 Гц. Такі характеристики системи дозволяють досліджувати еволю-

цію дифракційних максимумів розсіяного рентгенівського випромінювання зі зміною температури, забезпечуючи якісний та кількісний аналіз фазо-структурних змін при дослідженні швидкоплинних процесів на установці швидкісного рентгенографування ІПМ НАН України.

Оскільки найменший крок входів у системі зчитування XDAS становить 400 мк, було розроблено та виготовлено з використанням мікрокабельної технології [12] адаптери кроку для переходу від 120 мк на мікростріпових кремнієвих сенсорах до 400 мк на входах системи XDAS. Мікрокабель з'єднується із сенсором методом контактного ультразвукового зварювання на спеціально розробленій друкованій платі, яка забезпечує контакт із детекторною платою системи XDAS. На рис. 2 наводиться фото двох детекторних модулів (без панелі для екранування електромагнітних наводок). Зарядові підсилювачі (XDAS-DH) мають низький електронний шум у динамічному діапазоні по максимальному заряду на вході від 3 до 60 пКл. Мінімальний час інтегрування сигналу становить 60 мкс при одночасному накопиченні даних та їхньому зчитуванні. Аналогово-цифрове перетворення сигналів у кожному каналі здійснюється в діапазоні від 1 до 65536 відліків. Детекторний модуль з'єднується з модулем накопичення та обробки даних (SPB) системи XDAS 40-контактним гнучким плоским кабелем і розташовується у вакуумній камері під заданим кутом розсіяння рентгенівських квантів.

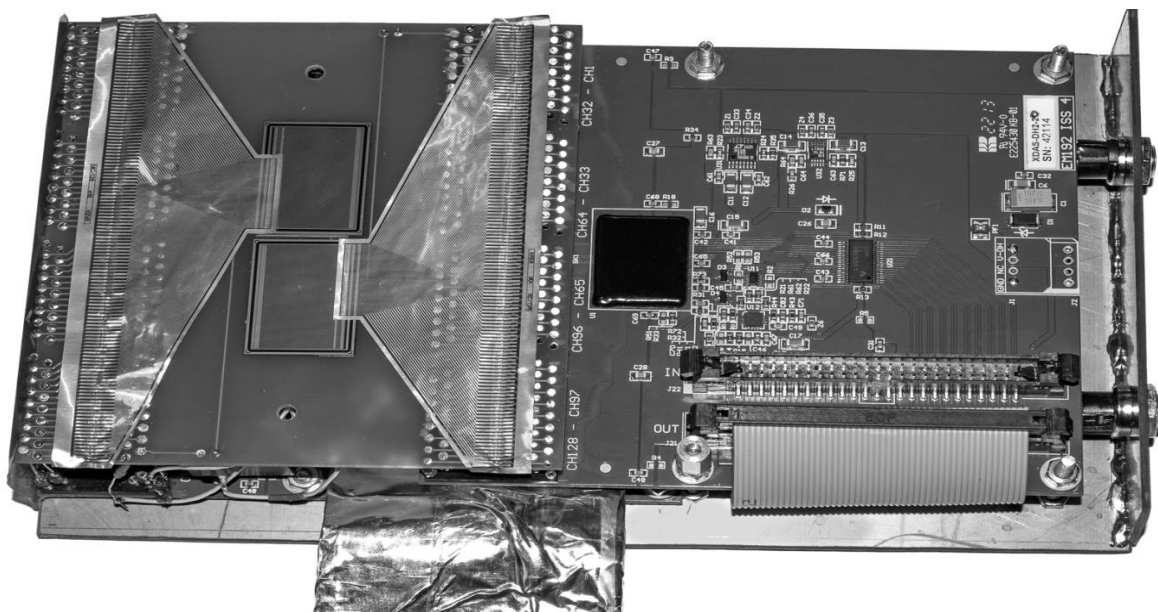


Рис. 2. Фото двох 128-каналних детекторних модулів для установки швидкісної рентгенографії: праворуч – детекторна плата XDAS-DH із 128-каналним зарядовим мікропідсилювачем; ліворуч – друкована плата із двома мікростріповими кремнієвими сенсорами (прямокутники в центрі) та двома сполучувальними мікрокабелями на поліамідній основі.

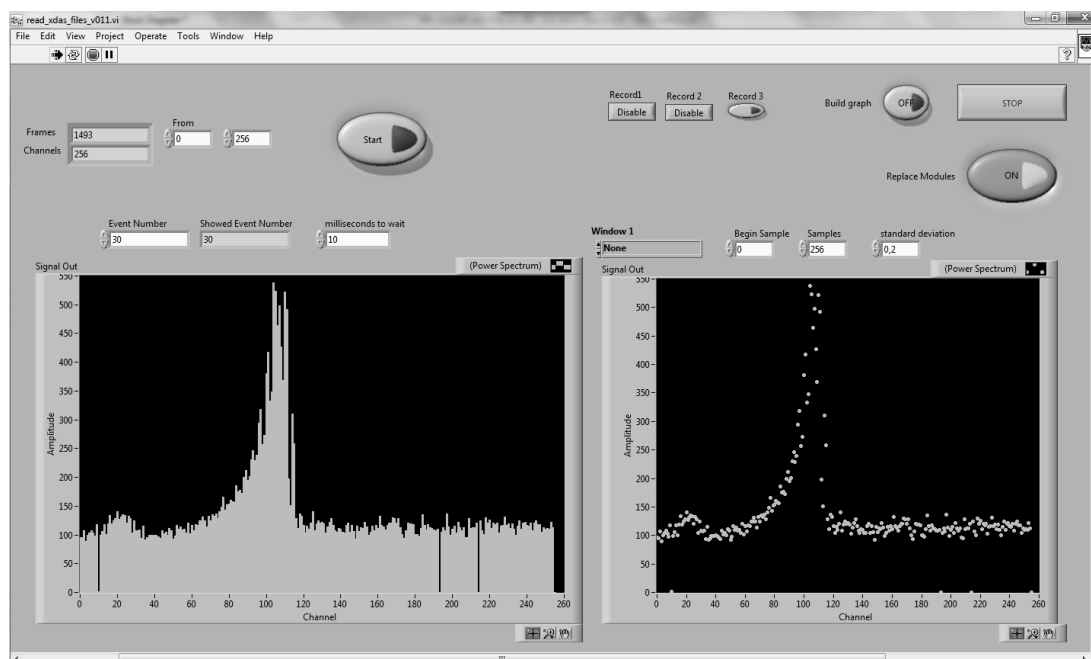


Рис. 3. Вікно програми відображення та обробки характеристичного спектра, виміряного широкодіапазонною мікродетекторною системою.

Для керування системою було розроблено спеціалізоване програмне забезпечення [13], яке сумісно із стандартною програмою керування системою XDAS дає змогу в реальному часі візуально спостерігати досліджуваний спектр рентгенівських квантів (рис. 3), змінювати параметри роботи детекторної системи та зберігати дані для подальшої обробки. Одночасно із запуском системи для накопичення даних запускається блок, що нагріває досліджуваний зразок (за рахунок пропускання електричного струму). Програмне забезпечення дозволяє вилучати фон, виконувати пошук та визначення положення дифракційного максимуму, його інтенсивності та ширини залежно від температури досліджуваного зразка.

Результати досліджень

Характеристики створеної 512-канальної мікродетекторної системи [14] було досліджено на установці швидкісної рентгенографії ІПМ НАН України. Детекторні модулі були встановлені у фокальній площині установки в області малих кутів (256 каналів) та в області великих кутів (256 каналів) для спостереження піків (110) та (211) α -фази ARMCO-заліза ($<0,04$ C) у характеристичному FeK_{α} та FeK_{β} випромінюванні.

Змінюючи температуру зразка, ініціювали в ньому фазові перетворення, відповідно до яких спостерігали зміну положення дифракційних піків у кутовому розподілі розсіяних рентгенівських квантів.

На рис. 4 представлено комбінований розпо-

діл інтенсивності розсіяних рентгенівських квантів, зареєстрований одночасно чотирма 128-канальними детекторними модулями, розташованими двома групами в області малих кутів – лінія (211) та в області великих кутів – лінія (110).

Однією з найважливіших характеристик при дослідженні швидкоплинних процесів у металах є зміна положення дифракційних максимумів характеристичного випромінювання зразка. Як видно з рис. 5, при переході від кадру, знятого при температурі зразка 20 °C, до кадру при температурі зразка 500 °C, положення дифракційних максимумів суттєво змінюється. На третьому кадрі (920 °C) уже спостерігається дифракційний максимум, який відповідає вже γ -фазі – лінія (111) γ .

Визначено максимальну швидкість системи при вимірюванні дифракційних максимумів – близько 1 мкс. При цьому при даній чутливості системи значно зменшується інтегральна інтенсивність ліній і це не дозволяє реєструвати слабкі лінії.

Підсумовуючи дослідження створеної 512-канальної мікродетекторної системи, можна зробити висновок про високу ефективність системи, широкі можливості автоматизації та обробки рентгенівських даних при дослідженні динаміки фазових і структурних перетворень у металах при їхньому нагріванні або охолодженні в реальному часі. Розроблена мікродетекторна система може бути використана також для створення компактних рентгенівських дифрактометрів.

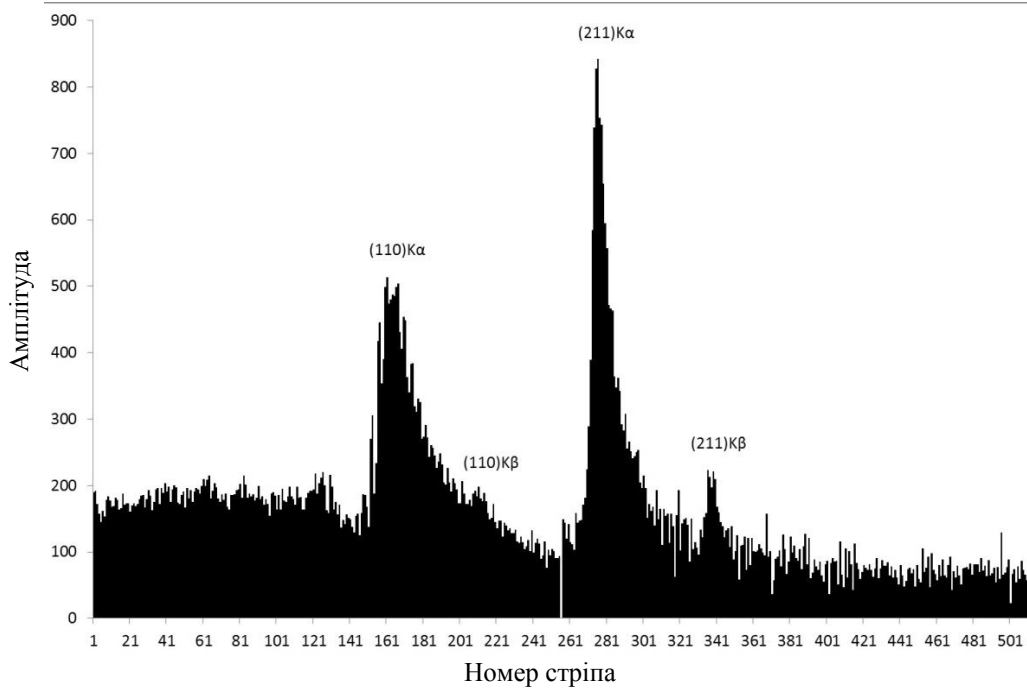


Рис. 4. Розподіл інтенсивності рентгенівських квантів у лінях (110)Ka та (211) Ka – фази ARMCO-заліза при кімнатній температурі, виміряний широкодіапазонною мікродетекторною системою в області малих кутів – лінія (110) – перша детекторна група: 1 - 256 каналів) та в області великих кутів – лінія (211) друга детекторна група: 257 - 512 каналів).

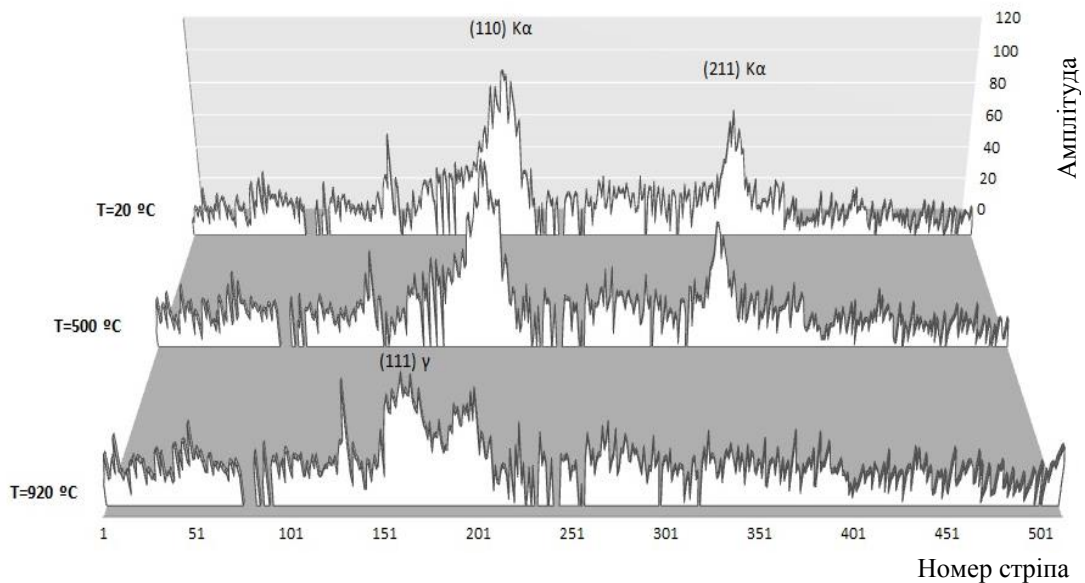


Рис. 5. Зміна положення дифракційних максимумів (211) та (110) α -фази при нагріванні ARMCO-заліза та поява (111) γ – фази при 920 °C.

Основні результати та висновки

1. Для установки швидкісної рентгенографії ПМ НАН України сконструйовано та виготовлено широкодіапазонну (512 каналів) систему реєстрації рентгенівських квантів, розсіяних на зразках металів та їхніх сполук у процесі їхнього нагрівання та охолодження,

2. Створена система дає змогу знімати до 1000 рентгенограм за секунду. Для цього у фока-

льній площині встановлено 4 детекторних модуля (кожен по 128 каналів) у двох групах по 2 модулі, кожна з яких перекриває по 30° в області малих та великих кутів відповідно та реєструє потоки розсіяних рентгенівських променів з енергією близько 10 кеВ при експозиціях у діапазоні 1 - 10 мкс. Виміряна позиційна чутливість становить величину близько 40 мк.

3. Кожен із детекторних модулів містить мікростріпові кремнієві сенсори (по 128 стріпів із

кроком 120 мк), сполучені мікрокабелями через спеціально розроблені плати-адаптери зі 128-канальними мікропідсилювачами системи накопичення та відображення даних XDAS (Sens-Tech, UK). Група із двох модулів змонтована в окремий екранований корпус для захисту від електромагнітних наводок. За допомогою USB2-адаптера вихідні дані передаються до керуючого комп'ютера.

4. Розроблено програмні засоби автоматизованої обробки даних із метою вилучення фону, пошуку та визначення положення піка дифракційного розсіяння, інтенсивності та ширини залежно від температури досліджуваного зразка.

5. Виконано характеристичні дослідження нової детекторної системи на еталонному зразку заліза. Вимірюючи зміну положення дифракційних піків у кутовому розподілі рентгенівських

квантів, розсіяних на досліджуваному зразку, ідентифіковано фазові переходи при нагріванні до високих температур.

б. Новостворена детекторна система, маючи значну перевагу по собівартості, не поступається подібним системам за просторовою та часовою роздільною здатністю. Чутлива область системи може бути легко розширена на весь діапазон фокальної площини рентгенівської установки завдяки модульній конструкції.

Автори висловлюють вдячність Міжвідомчій раді з приладобудування при Президії НАН України за фінансову підтримку. Частково ця робота підтримувалась у рамках договору ЦО-4-1-2015.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Бурдин В.В. Фазовые превращения в железе и сталях при скоростных нагревах // *Металлофизика и новейшие технологии*. - 2010. - Т. 31, № 10. - С. 1343 - 1360.
2. Бурдин В.В. Определение плотности вероятности дефектов упаковки в аустените при непрерывном нагреве и охлаждении // *Порошковая металлургия*. - 2010. - № 7-8. - С. 51 - 55.
3. Бурдин В.В., Шуригин Б.В. Лабораторна установка для мікроструктурних досліджень / Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України: Програма технологічної зустрічі «Нанотехнології та наноматеріали для бізнесу і технологічної сфери» (Київ, 22 листопада 2013 р.).
4. Пугач В.М. Позиційно-чутливий кремнієвий детектор для рентгенівської дифрактометрії швидкоплинних процесів // *Наука та інновації*. - 2014. - Т. 10, № 2. - С. 25 - 30.
5. Милиця В.М., Бурдин В.В., Кемпбел М. та ін. Детектор TimePix у дослідженні дифрактометрії швидкоплинних процесів в сплавах заліза та титану // *Тези доп. XXI щоріч. наук. конф. Ін-ту ядерних дослідж. НАН України (Київ, 27 - 31 січня 2014 р.)*. - К., 1914. - С. 62.
6. Пугач М.В., Бурдин В.В., Кемпбел М. та ін. Використання мікропиксельного детектора TimePix для спостереження динаміки фазових переходів у металах // *Ядерна фізика та енергетика*. - 2013. - Т. 13, № 4. - С. 382 - 386.
7. Ковальчук О.С., Пугач В.М., Сторожик Д.І. та ін. Розробка на базі координатно-чутливого кремнієвого детектора системи реєстрації та обробки рентгенограм при дослідженні швидкоплинних процесів // *Тези доп. XXI щоріч. наук. конф. Ін-ту ядерних дослідж. НАН України (Київ, 27 - 31 січня 2014 р.)*. - К., 1914. - С. 45.
8. *Режим доступу до ресурсу: <http://www.dectris.com/>*
9. *Режим доступу до ресурсу: <http://www.sens-tech.com/>*
10. Borrello L., Messineo A., Focardi E., Macchiolo A. Sensor Design for the CMS Silicon Strip Tracker // *CMS NOTE*. 2003-020.
11. Pugatch V.M., Rosenfeld A.B., Litovchenko P.G. et al. Submicron position sensitive detector // *Nucl. Instr. Meth.* - 1992. - Vol. B70. - P. 574 - 578.
12. Перевертайло В.Л., Жора В.Д., Грунянская В.П. и др. Применение гибких носителей при сборке кремниевых детекторов // *Технология и конструирование в электронной аппаратуре*. - 2009. - №1 (79). - С. 40 - 45.
13. Ковальчук О.С., Пугач В.М., Сторожик Д.І. та ін. Широкодіапазонна мікродетекторна система для установки швидкісного рентгенографування // *Тези доп. XXII щоріч. наук. конф. Ін-ту ядерних дослідж. НАН України (Київ, 26 - 30 січня 2015 р.)*. - К., 1915. - С. 53.
14. Милиця В.М., Бурдин В.В., Ковальчук О.С. та ін. 512-канальна детекторна система реєстрації та обробки рентгенограм при дослідженні швидкоплинних процесів в металах при нагріванні та охолодженні // *Тези доп. XXIII щоріч. наук. конф. Ін-ту ядерних дослідж. НАН України (Київ, 01 - 05 лютого 2016 р.)*. - К., 2016. - С. 65.

А. С. Ковальчук¹, В. В. Бурдин², В. А. Кива¹, В. М. Милиця¹, Н. В. Минаков²,
Е. А. Петренко¹, В. М. Пугач¹, Д. И. Сторожик¹, Й. Хойзер³, С. А. Фирстов², А. В. Чаус¹

¹ Інститут ядерних досліджень НАН України, Київ, Україна

² Інститут проблем матеріалознавства НАН України, Київ, Україна

³ GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung, Darmstadt, Germany

МИКРОДЕТЕКТОРНАЯ СИСТЕМА ДЛЯ СКОРОСТНОЙ РЕНТГЕНОГРАФИИ

Представлены характеристики 512-канальной микродетекторной системы, созданной для исследования быстропротекающих процессов в металлах при их нагревании/охлаждении на установке скоростной рентгено-

графіи. Положення, ширина і інтенсивність дифракційних піків розсіяних рентгеновських квантів змінюються і відображаються в реальному часі в залежності від температури досліджуваного зразка (20 - 1500 °С). Позиційна чутливість системи на основі мікрострипових кремнієвих сенсорів, считуваної комерційною системою накоплення даних XDAS, становить 40 мкм в діапазоні кутів розсіяння рентгеновських квантів $30^\circ < \Theta < 75^\circ$.

Ключевые слова: рентгеновська дифрактометрія, позиційно чутливі детектори, швидкопротекаючі фазові превращення, температурна залежність фазових превращення в металах, мікрострипові кремнієві детектори.

**O. S. Kovalchuk¹, V. V. Burdin², V. A. Kyva¹, V. M. Militsiya¹, M. V. Minakov²,
Ie. O. Petrenko¹, V. M. Pugatch¹, D. I. Storozhik¹, J. Heuser³, S. O. Firstov², A. V. Chaus¹**

¹ *Institute for Nuclear Research, National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine*

² *Institute for Problems in Materials Science, National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine*

³ *GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung, Darmstadt, Germany*

MICRODETECTOR SYSTEM FOR SPEEDY X-RAY STUDIES

Characteristics of 512-channel micro-detection system for the study of fast processes in metals during heating/cooling at high-speed radiography installation was presented. The position, width and intensity of diffraction peaks of the scattered X-rays was measured and displayed in real time depending on the temperature of the test sample (20 - 1500 °C). The position sensitivity of the system based on silicon microstrip sensors read out by commercial XDAS data acquisition system is 40 μm for the scattering angle of X-rays $30^\circ < \Theta < 75^\circ$.

Keywords: X-rays diffraction, position sensitive detectors, transient phase transformations, temperature dependence of phase transformations in metals, microstrip silicon detectors.

REFERENCES

1. *Burdin V.V.* // *Metallofizika i novejshe tekhologii.* - 2010. - Vol. 31, No. 10. - P. 1343 - 1360. (Rus)
2. *Burdin V.V.* // *Poroshkovaya metallurgiya.* - 2010. - No. 7-8. - P. 51 - 55. (Rus)
3. *Burdin V.V., Shurygin B.V.* Laboratory installation for microstructural investigations / I. M. Frantsevich Institute of Material Sciences, NAS of Ukraine: Program of the technological meeting "Nanotechnology and nanomaterials for business and technological sphere" (Kyiv, 22 November 2013). (Ukr)
4. *Pugach V.M.* // *Nauka ta innovatsiyi.* - 2014. - Vol. 10, No. 2. - P. 25 - 30. (Ukr)
5. *Militsiya V., Burdin V., Campbell M. et al.* // *Book of Abstracts of the XXI Annual Scientific Conf. of INR, NAS of Ukraine* (Kyiv, 27 - 31 January 2014). - Kyiv, 2014. - P. 62. (Ukr)
6. *Pugach M.V., Burdin V.V., Kempbel M. et al.* // *Yaderna fizyka ta energetyka* (Nucl. Phys. At. Energy). - 2013. - Vol. 13, No. 4. - P. 382 - 386. (Ukr)
7. *Kovalchuk O.S., Pugach M.V., Storozhik D.I. et al.* // *Book of abstracts of the XXI Annual Scientific Conf. of INR, NAS of Ukraine* (Kyiv, 27 - 31 January 2014). - Kyiv, 2014. - P. 45. (Ukr)
8. *Access to resource:* <http://www.dectris.com/>
9. *Access to resource:* <http://www.sens-tech.com/>
10. *Borrello L., Messineo A., Focardi E., Macchiolo A.* Sensor Design for the CMS Silicon Strip Tracker // CMS NOTE. 2003-020.
11. *Pugatch V.M., Rosenfeld A.B., Litovchenko P.G. et al.* Submicron position sensitive detector // *Nucl. Instr. Meth.* - 1992. - Vol. B70. - P. 574 - 578.
12. *Perevertajlo V.L., Zhora V.D., Grunianskaya V.P. et al.* // *Tekhnologiya i konstruirovaniye v elektronnoy apparature.* - 2009. - No. 1 (79). - P. 40 - 45. (Rus)
13. *Kovalchuk O.S., Pugach M.V., Storozhik D.I. et al.* // *Book of abstracts of the XXII Annual Scientific Conf. of INR, NAS of Ukraine* (Kyiv, 26 - 30 January 2015). - Kyiv, 2015. - P. 53. (Ukr)
14. *Militsiya V.N., Burdin V.V., Kovalchuk O.S. et al.* // *Book of abstracts of the XXIII Annual Scientific Conf. of INR, NAS of Ukraine* (Kyiv, 01 - 05 February 2016). - Kyiv, 2016. - P. 45. (Ukr)

Надійшла 14.07.2016

Received 14.07.2016