

В.М. Пугач

Інститут ядерних досліджень НАН України, Київ

ПОЗИЦІЙНО-ЧУТЛИВИЙ КРЕМНІЄВИЙ ДЕТЕКТОР ДЛЯ РЕНТГЕНІВСЬКОЇ ДИФРАКТОМЕТРІЇ ШВИДКОПЛИННИХ ПРОЦЕСІВ



Наведено результати розробки та застосування позиційно-чутливих мікродетекторів для досліджень методом швидкісного рентгенографування динаміки швидкоплинних процесів в металах та їх сплавах при нагріванні/охолодженні.

Ключові слова: позиційно-чутливі детектори, мікропіксельний кремнієвий детектор TimePix, мікροстріпові металеві детектори, швидкісне рентгенографування, динаміка фазових перетворень.

Для формування властивостей конструкційних матеріалів за сучасними мікро- та нанотехнологіями необхідно знати кінетику швидкоплинних фазово-структурних перетворень, які відбуваються за короткий час. Інформацію про динаміку швидкоплинних процесів зміни структурних факторів зразків, що зазнають нагрівання/охолодження, одержують, вимірюючи зміну положення дифракційних піків в кутовому розподілі рентгенівських квантів, розсіяних на досліджуваному зразку. Чим краще позиційна чутливість та часова роздільна здатність детекторного пристрою, тим вищу точність та детальнішу динаміку фазових перетворень можна досягти при визначенні характеристик фазових станів. Про дослідження фазових переходів з використанням мікропіксельних детекторів в пікосекундному діапазоні при комплексному опроміненні зразків лазерним та синхротронним випромінюванням (Advanced Photon Source, USA) повідомляється, наприклад, у роботі [1]. Висока інтенсивність рентгенівського випромінювання, необ-

хідна для дослідження швидкоплинних процесів, ускладнює проблему радіаційної стійкості детекторів. Усі відомі детекторні системи характеризуються значними факторами радіаційного впливу на якість їх роботи. Перехід до використання рентгенівських джерел наступного (4-ого) покоління (лазери на вільних електронах) з підвищенням інтенсивності на 3–4 порядки відкриває нові горизонти досліджень швидкоплинних процесів (фемтосекундний рівень), але при цьому вимагає створення нового типу детекторів з надзвичайно високою радіаційною стійкістю.

У рамках фундаментальних досліджень з фізики високих енергій за бюджетними темами НАН України в ІЯД НАН України створено новий тип детекторів для вимірювання просторового розподілу інтенсивності заряджених частинок та синхротронного випромінювання — металеві мікро-детектори (ММД). У співробітництві з Колаборацією MEDIPIX (CERN) продемонстровано можливість їх застосування для вимірювання потоків низькоенергетичних іонів (лазерний мас-спектрометр ІПФ НАН України) та синхротронного випромінювання

(ESRF, Grenoble). Оціночні виміри показали також достатню чутливість гібридних детекторів TimePix (CERN) для дослідження динаміки фазових переходів в металах на швидкісній рентгенівській установці (ІПМ НАН України).

У даній роботі представлено перші результати по розробці та застосуванню позиційно чутливого мікродетектора рентгенівського випромінювання як елемента експериментальних методик для дослідження швидкоплинних процесів з динаміки фазових переходів в металах та їх сполуках при нагріванні/охолодженні або стискуванні/розтягу. Результати одержано з використанням мікростріпових та мікропіксельних детекторів як прототипів, в тому числі на основі радіаційно-стійких металевих мікросенсорів, створюваних за оригінальною технологією в ІЯД НАН України [2]. Дослідження проводилися на модернізованій установці швидкісного рентгенографування Інституту проблем матеріалознавства НАН України [3] із застосуванням кремнієвого мікропіксельного детектора TimePix [4].

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА МЕТОДИКА

Поштовхом для розробки позиційно чутливого мікродетектора стало ефективне застосування кремнієвих позиційно чутливих детекторів, створених для експериментальної фізики високих енергій, в установках для реєстрації іонів низьких енергій [4] та синхротронного випромінювання [5]. Маючи також на меті згадувану вище проблему радіаційної стійкості сенсорів, в ІЯД НАН України у співробітництві із Колаборацією MEDIPIX (CERN) та ІПФ НАН України було розроблено та досліджено на пучках заряджених частинок та синхротронного випромінювання прототипи металевих мікропіксельних та мікростріпових детекторів, яким радіаційна стійкість притаманна за їх фізико-технічним принципом [6].

Використання мікродетекторів в установці швидкісного рентгеноструктурного аналізу дозволяє позбавитись недоліків механічного скасування, оскільки кутовий розподіл рентгенів-

ських квантів вимірюється окремими мікросенсорами (з типовими розмірами приблизно 50 мкм) миттєво і одночасно в усьому геометричному аксептансі детектора. Фактично реалізується режим «електронної фотоплівки» з можливістю цифрового відображення положення дифракційних максимумів як функцій різноманітних фізичних факторів (часу, температури, тиску та ін.). Це дозволяє значно розширити одержувану інформацію про етапи та механізми фазових та структурних перетворень шляхом відповідного аналізу еволюції дифракційної картини.

Установка швидкісного рентгенографування (рис. 1), на якій проведено дослідження, описана в роботі [3].

РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕНЬ

Гібридний мікропіксельний кремнієвий детектор TimePix (Колаборація MEDIPIX (ЦЕРН, Женева) детально описаний в роботі [4]. Він складається з 300-мікронного шару кремнієвого напівпровідникового сенсора, сполученого вкрапленнями індію («bump-bonding»-технологія) зі зчитуючим мікропіксельним чіпом, виготовленим за промисловою КМОН-0,25 мкм технологією в шести металевих шарах. Геометрія обох частин однакова: матриця — (256×256) пікселів з площею кожного в (55×55) мкм² (рис. 2). Тобто чутлива область детектора становить (14×14) мм². У кожному пікселі зчитувального мікрочіпа (на основі понад 400 транзисторів) є попередній підсилювач, дискримінатор та лічильник (максимальна кількість відліків — 11 840). Завдяки надзвичайно малій ємності на вході підсилювача (~1 фФ), забезпеченій «bump-bonding»-технологією сполучення, еквівалентний шум кожного каналу не перевищує 750 електронів. При попаданні в сенсорний шар рентгенівського кванта (енергія 10 кеВ) мікрочіп генерує сигнал у вигляді кількості відліків, пропорційній амплітуді за принципом ToT — «час сигналу над порогом».

Зчитування даних до персонального комп'ютера здійснювалось через USB-порт за допомо-

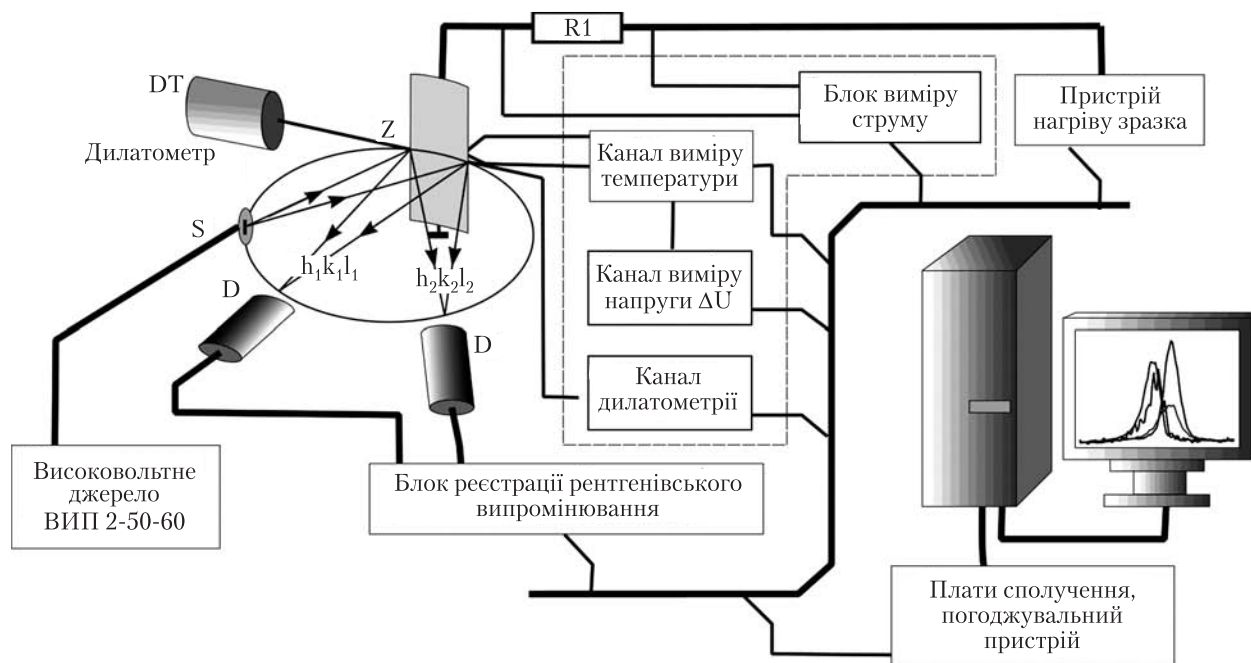


Рис. 1. Блок-схема установки швидкісного рентгенографування: S – фокус джерела рентгенівського випромінювання, Z – досліджуваний металевий зразок, DT – дилатометр, D – мікродетектори рентгенівського випромінювання

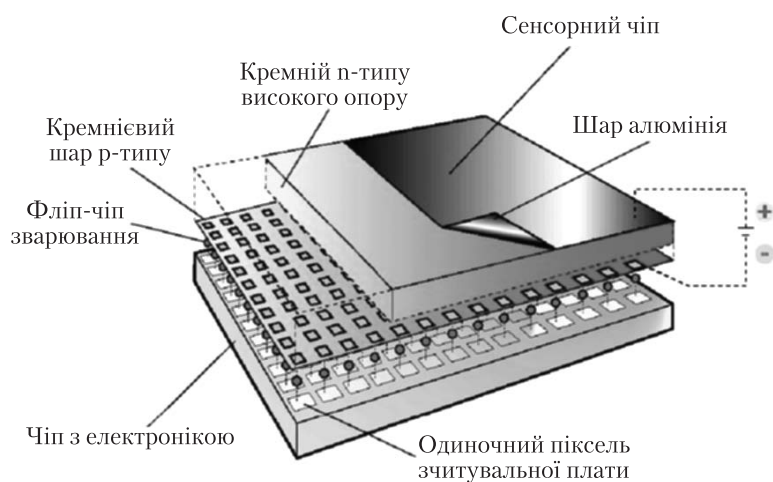


Рис. 2. Схематичне зображення гібридного детектора TimePix. Верхня частина – напівпровідниковий кремнієвий сенсор з (256×256) -мікропіксельною структурою, виготовлений із високоомного кремнію *n*-типу; нижня частина – (256×256) каналів) – зчитувальний мікročіп, виготовлений із низькоомного кремнію та сполучений із сенсорною матрицею

гою нового інтерфейсного пристрою «FitPix» та програмного забезпечення «PIXELMAN», створеного в Інституті експериментальної та прикладної фізики (м. Прага) [8]. Новий інтерфейс дозволяє здійснювати експозиції з частотою до 100 Гц. Дослідження виконувались

при експозиціях від кількох десятків до кількох сотень мілісекунд. Геометричні розміри чутливої поверхні детектора, забезпечуючи просторову точність визначення положення дифракційного максимуму ~ 20 мкм, покривають при цьому 14° кута (у шкалі 4θ – по Зеєману–Бо-

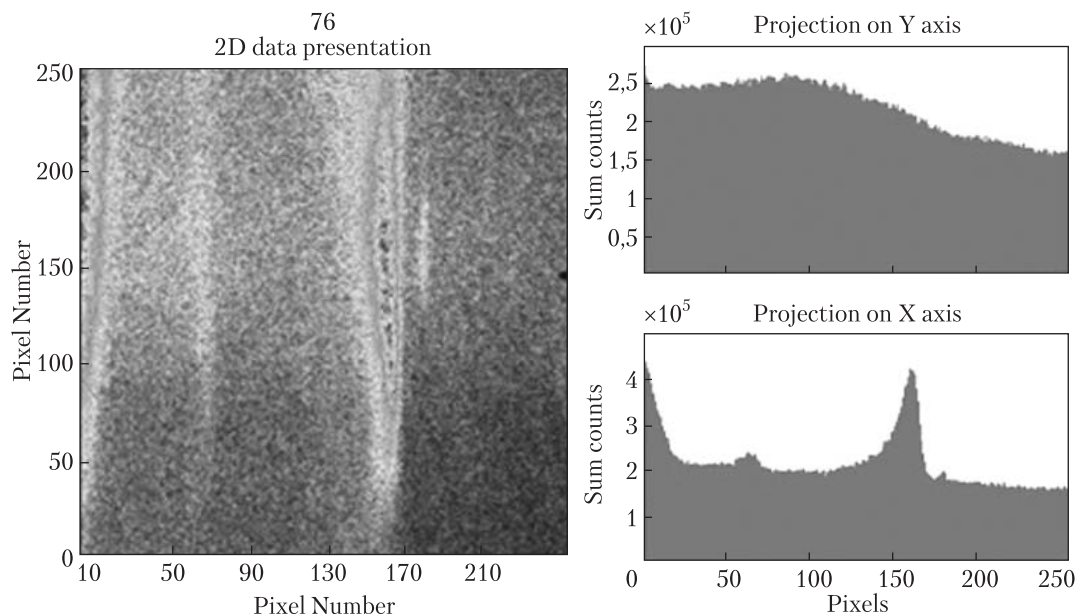


Рис. 3. Зліва — розподіл інтенсивності рентгенівських квантів, розсіяних на металевому зразку, виміряний кремнієвим детектором TimePix в установці швидкісного рентгенографування. Справа — проєкції цього двовимірного розподілу на осі Y та X

ліну) при кутовій роздільній здатності $0,017^\circ$. TimePix по суті являє собою електронну «фотоплатівку», здатну відображати в реальному часі динаміку швидкоплинних перетворень.

З одержаних за допомогою TimePix двовимірних розподілів інтенсивності рентгенівських квантів, розсіяних на металевому зразку, визначалося положення дифракційного максимуму. Нагрівання зразка зі швидкістю $V_{\text{наг}} \approx 250^\circ\text{C}/\text{с}$ здійснювалося пропусканням через нього електричного струму; охолодження здійснювалося у вакуумі зі швидкістю $V_{\text{ох}} \approx 50^\circ\text{C}/\text{с}$ у діапазоні температур $20\div 1500^\circ\text{C}$. Дискретність одержуваних даних задавалася установленим у TimePix часом експозицій, який у різних досліджах варіювався від кількох десятків до кількох сотень мілісекунд. При повному циклі вимірювань протягом 10–20 с це означало накопичення кількох сотень числових (256×256) матриць, кількість відліків у кожній з 65 536-и комірок відповідає інтенсивності зареєстрованих квантів. Енергія квантів становила 10 кеВ.

На рис. 3 представлено розподіл інтенсивності рентгенівських квантів, розсіяних на металевому зразку, виміряний в одній із експозицій кремнієвим детектором TimePix. Кожна експозиція відповідає певному часу після старту експерименту, який запускає також систему поступового збільшення електричного струму через зразок, а отже, збільшення температури зразка. Час (у секундах після старту експерименту) позначено великими літерами (76) над двовимірними розподілами («2D data presentation»), в яких осі X, Y мають по 256 градацій відповідно до кількості пікселів у детекторі TimePix. Іntenсивність зареєстрованих у пікселях рентгенівських квантів у детекторі TimePix відображається кольором (синій колір — мала інтенсивність; числа відліків від 0 до 5; червоний колір — велика інтенсивність; числа відліків від 20 до 25) чи відповідною градацією співвідношення темно-білого кольору. Для одержання даних про еволюцію положення дифракційного максимуму залежно від температури двовимірні розподіли були спроектовані на вісь X (нижній рисунок справа на кожному кадрі).

Температура зразка змінювалася в діапазоні $20 \div 1250$ °С. Кутове положення дифракційного максимуму для альфа-фази зразка змінилося від $21,5$ до $24,7^\circ$, при цьому його інтегральна інтенсивність (після віднімання фону, інтерпольованого з-за меж дифракційного піка в його область) знизилася майже в 15 разів, відображаючи практичне зникнення альфа-фази в нагрітому зразку.

Детальні дані були одержані за допомогою спеціального програмного забезпечення для зразка армко-заліза, хімічний склад якого відповідає складу сталі АРМКО/Е12 у відпаленому стані (домішки міді, марганцю, кремнію не перевищували 0,3 %, а сірки, фосфору та вуглецю — 0,025 %). Ці дані представлені у вигляді температурної залежності параметра альфа- і гамма-фаз у температурному діапазоні $20 \div 1250$ °С (рис. 4). Початкові стадії перетворення надійно фіксувались за зміною інтенсивності альфа-фази, що перетворювалась, а кінець — за зміною інтенсивності гамма-фази, що утворювалась. Висока часова роздільна здатність методу швидкісної рентгенівської зйомки дозволила з достатньою точністю визначити часовий інтервал альфа-гамма-перетворення ($\sim 0,05$ с) при швидкостях нагрівання ~ 250 °С/с і побудувати кінетичні криві перетворення (див. рис. 4). Точність одержаних даних для альфа- та гамма-параметрів становить $1,2 \times 10^{-3}$ Å.

До переваг детектора TimePix належать висока роздільна здатність двовимірних розподілів (розмір пікселя 55×55 μm^2), можливість спостерігати результати вимірів, подані у реальному часі (з частотою до 100 Гц). Недоліком приладу є обмежені розміри детектора (14×14) mm^2 , а також висока вартість детекторних модулів.

Результати нещодавно виконаних досліджень з прототипами одновимірних детекторів свідчать про перспективність розробки економічно ефективної широкодіапазонної позиційно-чутливої детекторної системи для дослідження динаміки фазових переходів на основі одновимірних кремнієвих мікростріпових детекторів [9] та

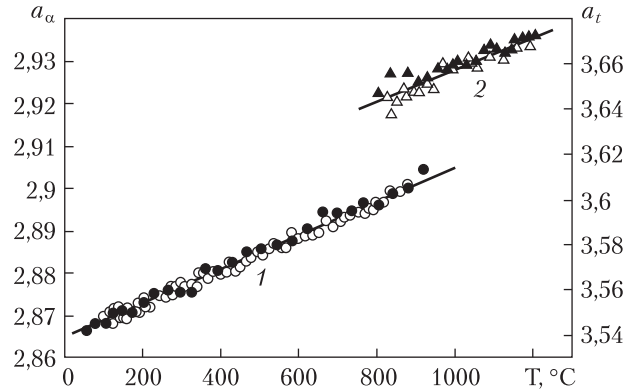


Рис. 4. Параметр альфа- (ферит) та гамма- (аустеніт) фаз кристалічної ґратки досліджуваного зразка в залежності від температури зразка. Темні символи — дані, одержані при нагріванні зразка; світлі — при його охолодженні

комерційної системи зчитування даних з них XDAS [10]. Планується виготовлення трьох 128-каналних детекторних модулів для встановлення у фокальній площині установки з метою рентгеноструктурних досліджень швидкоплинних процесів в ІПМ НАН України.

ВИСНОВКИ

На установці швидкісного рентгеноструктурного аналізу із застосуванням кремнієвого мікропіксельного детектора TimePix спостерігали еволюцію положення дифракційних максимумів розсіяних рентгенівських квантів по мірі нагрівання чи охолодження досліджуваного зразків з позиційною точністю приблизно 20 мкм. Це дозволило визначити параметри альфа- та гамма-фаз в армко-залізі в температурному діапазоні $20 \div 1200$ °С при переході від фериту до аустеніту з точністю $\pm 1,2 \times 10^{-3}$ Å. Одержано дані по фазових переходах в металах (Fe, Cr, Ti, Zr, Hf) та новітніх зразках мікропорошкових сплавів. Створено технічні пристрої та програмне забезпечення на основі комерційних систем зчитування даних для багатоканальних мікροстріпових детекторів, які покладено в основу розробки широкодіапазонної позиційно чутливої детекторної системи для забезпечення нового рівня досліджень швидкоплинних процесів та властивостей матеріалів

лів з використанням дифракції рентгенівських променів на зразках, створюваних за сучасними мікро- та нанотехнологіями для промисловості та матеріалознавства.

Результати, представлені в цій статті, були одержані у приймній для автора співпраці з *В.В. Бурдіним, М. Кемпбелом, О.С. Ковальчуком, К. Ллопартом, Б.В. Мінаковим, С. Постішілом та В.М. Міліцією*. Висловлюємо подяку Колаборації MEDPIX-2 (ЦЕРН) за надану можливість виконати дослідження з детектором TimePix.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Ejdrup T. et al.* Picosecond time-resolved laser pump/X-ray probe experiments using a gated single-photon-counting area detector // *Synchrotron Rad.* — 2009. — 16. — P. 387–390.
2. *Pugatch V. et al.* Plasma technologies for manufacturing of micro-strip metal detectors // *Voprosi atomnoi nauki i techniki (in Russian)*. — 2007. — № 1. — P. 173–175.
3. *Бурдин В.В.* Фазовые превращения в железе и сталях при скоростных нагревах // *Металлофизика и новейшие технологии*. — 2010. — Т. 31, № 10. — С. 1343–1360.
4. *Llopart X. et al.* Timepix, a 65k programmable pixel readout chip // *Nucl. Instr. and Meth.* — 2007. — A581. — P. 485–489.
5. *Pugatch V.M.* Position sensitive micro-strip and micro-pixel detectors // *Science and Innovation*. — 2012. — 8, № 2. — С. 26–33.
6. *Pugatch V. et al.* Metal and Hybrid TimePix Detectors Imaging Beams of Particles // *Nucl. Instr. and Meth.* — 2011. — A 650. — P. 194–197.
7. *Pugatch V. et al.* Metal micro-detector TimePix imaging synchrotron radiation beams at the ESRF Bio-Medical Beamline ID17 // *Nucl. Instr. and Meth.* — 2012. — A 682. — P. 8–11.
8. *Kraus V. et al.* FITPix – fast interface for Timepix pixel detectors // *J. of Instrum.* — 2011. — V. 6. — № 1. — C01079–C01079.

9. *Пугач М.В., Бурдін В.В., Кемпбел М. та ін.* Використання мікропиксельного детектора TimePix для спостереження динаміки фазових переходів у металах // *Ядерна фізика та енергетика*. — 2012. — Т. 13, № 4. — С. 382–386.
10. Режим доступу: <http://www.sens-tech.com>.
11. *Fedorovich O., Kovalchuk O., Pugatch V. et al.* Metal micro-detectors: Development of «transparent» position sensitive detector for beam diagnostics // *Problems of Atomic Science and Technology, Series «Plasma Physics»* — 2012. — V. 6 (82). — P. 196–198.

В.М. Пугач

ПОЗИЦИОННО-ЧУВСТВИТЕЛЬНЫЙ КРЕМНИЕВЫЙ ДЕТЕКТОР ДЛЯ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ БЫСТРОТЕЧНЫХ ПРОЦЕССОВ

Представлены результаты разработки и применения позиционно-чувствительных микродетекторов для исследований методом скоростного рентгенографирования динамики быстротечных процессов в металлах и их сплавах при нагревании/охлаждении.

Ключевые слова: позиционно-чувствительные детекторы, микропиксельный кремниевый детектор TimePix, микростриповые металлические детекторы, скоростное рентгенографирование, динамика фазовых преобразований.

V.M. Pugatch

POSITION-SENSITIVE SILICON DETECTOR FOR X-RAY DIFRACTOMETRY OF FAST TRANSIENT PROCESSES

The results of the development and application of position-sensitive microdetectors to study dynamics of fast transient processes in metals and alloys under heating/cooling by means of high-speed radiography are presented.

Key words: position-sensitive detectors, silicon micropixel detector TimePix, microstrip metal detectors, high-speed X-ray radiography, the dynamics of phase transformations.

Стаття надійшла до редакції 16.12.13