

СИНХРОНИЗИРОВАННОЕ ДЕТЕКТИРОВАНИЕ РЕНТГЕНОВСКОГО И ВТОРИЧНОГО ФЛУОРЕСЦЕНТНОГО ИЗЛУЧЕНИЙ ОБРАЗЦА МОНОФОТОННЫМИ СЕНСОРАМИ

© 2023 г. А. П. Калинин¹, В. В. Егоров^{2*}, А. И. Родионов³, И. Д. Родионов³, И. П. Родионова³

¹Институт проблем механики им. А.Ю. Ишлинского Российской академии наук, Москва, Россия

²Институт космических исследований Российской академии наук, Москва, Россия

³Федеральный исследовательский центр химической физики им. Н.Н. Семёнова Российской академии наук, Москва, Россия

*E-mail: victor_egorov@mail.ru

Поступила в редакцию 16.01.2023;

после доработки 16.02.2023;

принята в печать 20.02.2023

Приводится описание структуры и принципов функционирования устройства, предназначенного для детектирования рентгеновских и оптических фотонов, исходящих от образца, облучаемого синхротронным излучением или излучением рентгеновской трубки. Работа устройства заключается в определении времени задержки указанных оптических фотонов относительно рентгеновских. Приведены блок-схемы основных узлов устройства: монофотонного датчика рентгеновского излучения, монофотонного датчика оптического излучения и блока определения временной задержки с изложением принципов их функционирования. Указываются области научного и прикладного использования информации, получаемой с помощью рассматриваемого устройства.

Ключевые слова: рентгеновское излучение, флуоресценция, фотон, фотокатод, временная задержка, микроканальная пластина, синхроимпульс.

DOI: 10.31857/S0207401X23070087, EDN: YBPOIC

1. ВВЕДЕНИЕ

Для проведения элементного, структурного и химического анализов активно применяются методы, при которых используется облучение исследуемого образца достаточно интенсивным рентгеновским или лазерным излучением с последующей регистрацией рассеянного или вторичного излучения от образца [1–4]. Следует выделить особенно рентгенофлуоресцентные методы исследования [5–9]. Эти методы основаны на измерении зависимости интенсивности рентгеновской флуоресценции от концентрации элемента в образце и широко используются в самых различных областях науки, промышленности, геологии, искусстве, экологии и др. Рентгенофлуоресцентный анализ – это быстрый, неразрушающий и безопасный для окружающей среды метод анализа, обладающий высокой точностью и воспроизводимостью результатов. Он заключается в регистрации характерного “вторичного” (флуоресцентного) излучения, исходящего из материала, который был возбужден в результате бомбардировки высокоэнергетическим рентгеновским излуче-

нием. При поглощении в веществе рентгеновского кванта возникают вторичные процессы передачи энергии, приводящие к излучению квантов с большей длиной волны и задержками по времени. Поэтому для изучения динамики процессов в веществе, кроме регистрации рассеянных рентгеновских квантов, необходима регистрация и оптического излучения, а также определение времени задержки последнего относительно импульса рентгеновского излучения. При этом точность определения задержки по времени для быстрых процессов может составлять единицы наносекунд. В частности, определение указанной выше задержки особенно актуально при рентгеноструктурном анализе с разрешением по времени.

Наиболее ярким примером уникальных структурных исследований, которые стали возможны только благодаря рентгеновскому излучению, являются исследования строения промежуточных и возбужденных структур в различных химических реакциях. В случае использования в качестве источника излучения синхротрона или рентгеновской трубки с фокусирующей оптикой рентге-

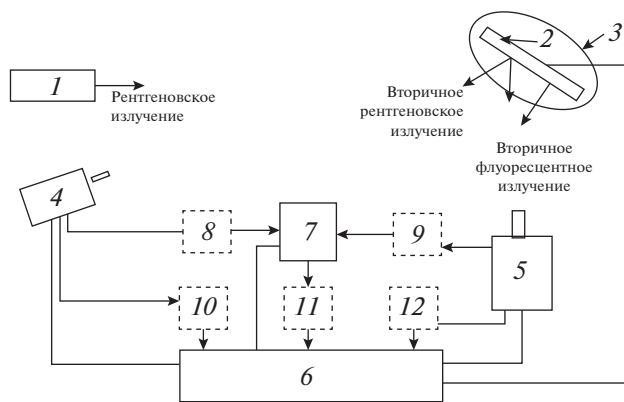


Рис. 1. Функциональная схема, поясняющая работу устройства (описание см. в тексте).

новый луч может быть остронаправленным и очень интенсивным. В то же время интенсивность рассеянного образцом рентгеновского сигнала и вторичного флуоресцентного излучения относительно невелика. Интенсивность же воздействия на исследуемый образец ограничена возможностью его разрушения. Таким образом, использование высокочувствительных и, в частности, монофотонных датчиков регистрации излучения остается всегда актуальным [10–12].

В связи с этим цель настоящей статьи заключается в описании конструкции и функционирования устройства, состоящего из монофотонных датчиков регистрации рентгеновского излучения и вторичного излучения оптического диапазона, исходящих от образца, а также блока измерения временной задержки импульса вторичного оптического излучения относительно импульса рентгеновского излучения.

2. ФУНКЦИОНАЛЬНАЯ СХЕМА УСТРОЙСТВА И ПРИНЦИП ЕГО РАБОТЫ

Функциональная схема устройства регистрации рентгеновского и вторичного флуоресцентного излучений, и определения времени задержки второго относительно первого при облучении образца синхротронным излучением представлена на рис. 1. Соответственно, устройство состоит из трех узлов: датчика регистрации рассеянного образцом рентгеновского излучения, датчика регистрации вторичного оптического излучения и блока определения времени задержки оптического сигнала относительно рентгеновского.

Предлагаемый способ синхронизированной регистрации рентгеновского излучения и вторичного флуоресцентного излучения в монофотонном режиме при облучении образца рентгенов-

ским излучением реализуется с помощью последовательности следующих операций (см. рис. 1). В качестве источника рентгеновского излучения может использоваться как обычная рентгеновская трубка, так и синхротрон. Отличие синхротронного излучения от излучения рентгеновских трубок состоит в следующем: синхротронное излучение имеет широкий непрерывный спектр; сильно поляризовано; возникает короткими импульсами; сильно коллимировано (его лучи распространяются узким пучком типа света прожектора); обладает яркостью, на много порядков превышающей яркость излучения рентгеновских трубок.

Рентгеновское излучение, создаваемое источником 1 (рис. 1), попадает на исследуемый образец 2, размещенный на сканере 3, и вызывает рентгеновское и вторичное оптическое излучения образца. Излученные образцом вторичные рентгеновские фотоны в диапазоне длин волн 0.08–100 нм с энергией 15 кэВ – 100 эВ попадают на вход монофотонного детектора рентгеновского излучения (МДРИ) 4, в котором определяется угловая координатная информация 10 рентгеновского фотона, передаваемая затем на управляющую ЭВМ 6. Также в детекторе МДРИ формируется сигнал Start1 прихода рентгеновского фотона (8), который поступает на блок 7 определения временной задержки. Фотоны вторичного оптического излучения в диапазоне длин волн 0.25–0.8 мкм попадают на вход монофотонного детектора оптического излучения (МДОИ) 5, в котором определяется угловая координатная информация 12 оптического фотона, передаваемая затем на управляющую ЭВМ 6. Также в детекторе МДОИ формируется сигнал Start2 прихода оптического фотона (9), который поступает на блок 7 определения временной задержки. В этом блоке определяется время задержки T_3 вторичного оптического излучения относительно времени регистрации рентгеновского излучения (11) образца (см. рис. 2). Алгоритм определения времени T_3 состоит в следующем. Сигнал Start1 запускает работу блока определения времени $\Delta t_{p,ф}$ прихода рентгеновского фотона относительно ближайшего синхроимпульса (сигнал Stop1), который генерируется внутренним генератором блока измерения задержки. Сигнал Start2 запускает работу блока определения времени прихода $\Delta t_{o,ф}$ оптического фотона относительно ближайшего синхроимпульса (сигнал Stop2), который также генерируется внутренним генератором блока измерения задержки. Полученные временные интервалы при известном периоде $T_{син}$ следования синхроимпульсов позволяют определить время задержки

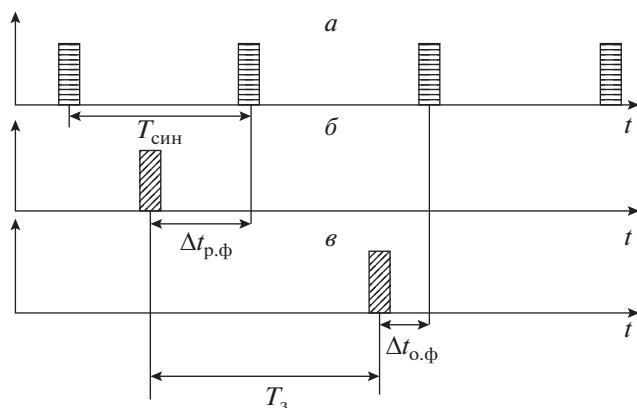


Рис. 2. Временные эпюры синхронизации и определения времен задержек рентгеновского и оптического сигналов относительно синхроимпульса: *a* – синхроимпульсы; *б* – импульс прихода рентгеновского фотона, исходящего от образца; *в* – импульс прихода оптического фотона, излученного образцом.

прихода оптического фотона относительно рентгеновского (см. рис. 2):

$$T_z = \Delta t_{р.ф.} + nT_{син} - \Delta t_{о.ф.}$$

Число *n* зависит от частоты следования синхроимпульсов. На рис. 2 показан вариант для случая *n* = 1.

Такая схема определения времен задержки дает возможность работать с синхротронным источником. В случае использования рентгеновской трубки синхроимпульсы, генерируемые внутренним генератором блока измерения временной задержки, могут быть применены для управления работой рентгеновской трубки в импульсном режиме. При этом сигналом Start запуска работы блока определения времени задержки служит сигнал прихода импульса рентгеновского фотона (Start1), а сигналом Stop будет служить сигнал Start2 прихода оптического фотона. Информация о времени задержки рентгеновского и оптического излучений (11) и их координатах (10 и 12) поступает в управляющую ЭВМ 6.

3. МОНОФОТОННЫЙ ДАТЧИК РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

Блок-схема монофотонного датчика рентгеновского излучения, регистрирующего его пространственное распределение на основе счета отдельных фотонов с высоким пространственно-временным разрешением и синхронизированного относительно заданного временного строба, а также с монофотонным датчиком оптического излучения представлена на рис. 3. Здесь 4 – монофотонный датчик рентгеновского излучения; 6 – управляю-

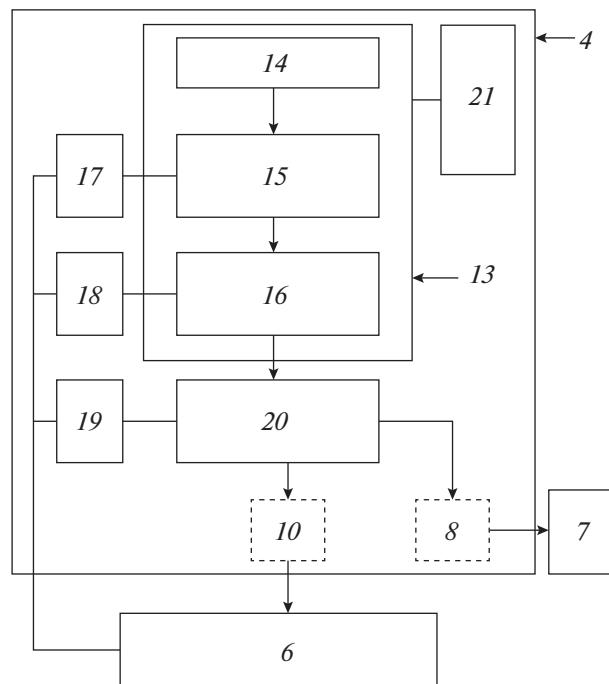


Рис. 3. Блок-схема монофотонного датчика рентгеновского излучения (подробнее см. в тексте).

щая ЭВМ; 7 – блок измерителя временной задержки; 8 – сигнал Start1 стартового канала, фиксирующего факт поступления рентгеновского фотона на детектор; 10 – пространственная координата рентгеновского фотона; 13 – вакуумная камера; 14 – входное окно; 15 – фотоприемник; 16 – блок предварительной электроники, интегрированной с катодом; 17 – источник питания фотоприемника; 18 – источник питания блока предварительной электроники; 19 – источник питания вычислителя временной и координатной информации; 20 – блок вычислителя для обработки временной и координатной информации; 21 – турбомолекулярный насос.

Характеристики МДРИ приведены в табл. 1. Требуемые характеристики МДРИ по быстродействию и пространственному разрешению обеспечиваются монофотонным подходом, в рамках которого в качестве чувствительного элемента фотоприемного устройства выбирается фотокатод из пленки Au, совмещенной с пленкой CsI. Изменяя толщину пленки, можно регулировать данный узел в части достижения наилучшей чувствительности фотокатода. В результате воздействия рентгеновского кванта на фотокатод образуются фотоэлектроны. Последние умножаются сборкой из нескольких микроканальных пластин (МКП) [8]

Таблица 1. Основные технические характеристики МДРИ

Характеристика	Значение
Частота импульсов воздействия	до 1 МГц
Точность привязки к временному стробу	не хуже 10 нс
Пространственное разрешение	не хуже 20 мкм
Точность временной привязки к оптическому сенсору	не хуже 10 нс
Диапазон регистрируемых энергий	от 100 эВ до 15 кэВ
Скорость счета рентгеновских фотонов в секунду	до 100000
Размер чувствительной поверхности	не менее 20 мм

Таблица 2. Основные технические характеристики МДОИ

Характеристика	Значение
Частота импульсов воздействия	до 1 МГц
Точность привязки к временному стробу	не хуже 10 нс
Пространственное разрешение	не хуже 20 мкм
Точность временной привязки к рентгеновскому сенсору	не хуже 10 нс
Диапазон регистрируемых энергий	от 0.25 до 0.8 мкМ
Скорость флуоресцентных фотонов в секунду	до 100000
Размер чувствительной поверхности фотоприемника	не менее 18 мм

до уровня возможности их регистрации зарядовыми усилителями. Это обеспечивает возможность монофотонной регистрации с определением времени поступления фотона на поверхность фотокатода с точностью до нескольких наносекунд. При этом одновременно определяются координаты поступления фотона на поверхность фотокатода. Также с последней МКП снимается сигнал Start1 прихода рентгеновского фотона, который передается на блок измерения временных задержек.

4. МОНОФОТОННЫЙ ДАТЧИК ОПТИЧЕСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

Блок-схема монофотонного датчика оптического излучения, регистрирующего его пространственное распределение на основе счета отдельных оптических фотонов с высоким пространственно-временным разрешением и синхронизированного относительно заданного временного строба, а также с монофотонным датчиком рентгеновского излучения представлена на рис. 4, где 5 – монофотонный датчик оптического излучения (МДОИ), 6 – управляющая ЭВМ, 7 – блок измерителя временной задержки, 9 – информация о временной задержке оптического сигнала относительно рентгеновского, 10 – координатная информация зарегистрированного фотона, 22 – объектив, 23 – фотоприемник, 24 – считывающая координатная и временная

электроника, 25 – модуль питания сборки из МКП; 26 – модуль питания блока электроники. Характеристики МДОИ приведены в табл. 2.

Вторичное ультрафиолетовое излучение образца, вызванное рентгеновским облучением, пройдя через объектив 22, поступает в фотоприемник 23. В результате воздействия УФ кванта на фотокатод фотоприемника образуются фотоэлектроны. По-

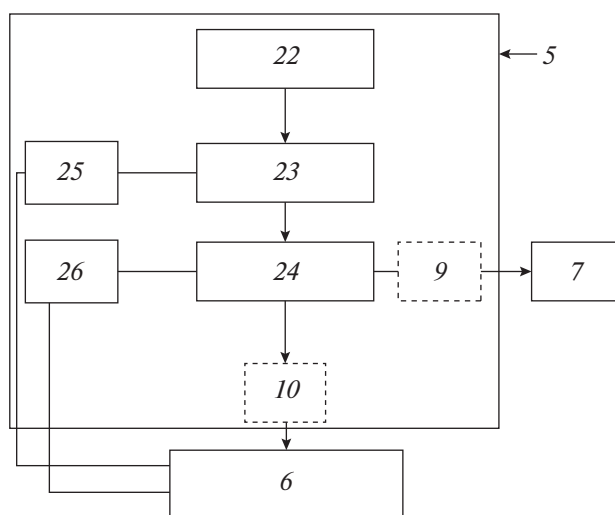


Рис. 4. Блок-схема монофотонного датчика оптического (ультрафиолетового) излучения (описание см. в тексте).

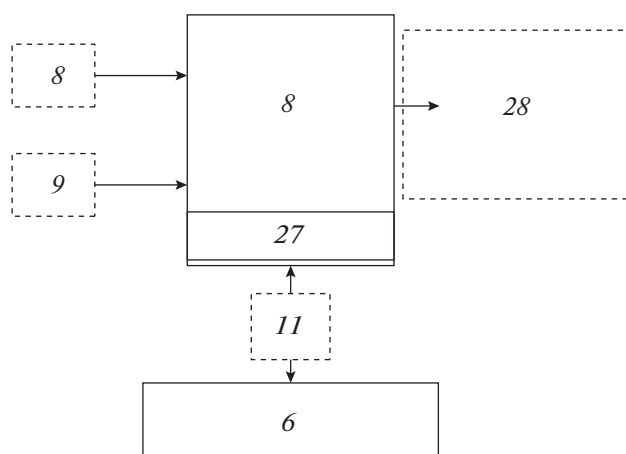


Рис. 5. Блок- схема блока определения временной задержки (подробнее см. в тексте).

следние умножаются сборкой из нескольких МКП до уровня возможности их регистрации зарядовыми усилителями. Это обеспечивает возможность монофотонной регистрации с определением времени поступления фотона на поверхность фотокатода с точностью до нескольких наносекунд. При этом одновременно определяются координаты поступления фотона на поверхность фотокатода с помощью управляющей ЭВМ. Также со второй МКП снимается сигнал Start2 прихода оптического фотона, который передается на блок измерения временных задержек.

5. БЛОК ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВРЕМЕННОЙ ЗАДЕРЖКИ ОПТИЧЕСКОГО СИГНАЛА ОТНОСИТЕЛЬНО РЕНТГЕНОВСКОГО

Блок-схема определения временных задержек представлена на рис. 5. Здесь 6 – управляющая ЭВМ; 7 – блок измерения временной задержки; 8 – сигнал Start1 от МДРИ, фиксирующего факт поступления рентгеновского фотона на фотокатод, 9 – сигнал Start2 от стартового канала, фиксирующего факт поступления оптического фотона на фотокатод; 11 – информация о временной задержке; 27 – внутренний генератор (генератор синхроимпульсов), 28 – рентгеновская трубка.

Сигнал Start1 (8) от МДРИ (см. рис. 1), фиксирующий факт поступления рентгеновского фотона на фотокатод, и сигнал Start2 (9) от МДОИ, фиксирующий факт поступления оптического фотона на фотокатод, подаются в блок 7 измерения временной задержки (см. рис. 5), в котором проводится определение временного положения рассеянного рентгеновского импульса и вторичного оптического сигнала относительно соответствующих синхроимпульсов, на основе которых

определяется временная задержка (11) поступления оптического фотона относительно прихода рентгеновского фотона. Информация о величине временной задержки подается на управляющую ЭВМ 6. При использовании в качестве источника рентгеновского излучения стандартной рентгеновской трубки 28 синхроимпульсы могут подаваться на этот источник.

6. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Использование рентгеновского излучения для решения задач элементного, структурного и химического анализов вещества становится все более актуальным. В частности, это касается вопросов рентгеноструктурного анализа с разрешением по времени. В этой связи разработка описываемого выше устройства по измерению задержки по времени вторичного оптического излучения относительно исходящего от образца рентгеновского излучения при его облучении синхротроном или рентгеновской трубкой представляется злободневной и важной. Решению указанных выше задач во многом способствует использование высокочувствительных монофотонных датчиков рентгеновского и оптического (ультрафиолетового) излучений. Измерение временной задержки проводится с точностью не хуже 10 нс. Кроме того, устройство дает возможность определять координаты фотонов, исходящих от образца, что несомненно важно при структурном анализе исследуемого вещества. Это позволяет утверждать, что описанное устройство может стать эффективным инструментом во многих научных и прикладных областях, таких как кристаллография, химия, биология, медицина, рентгенография металлов и сплавов и др.

Работа выполнена при поддержке грантом Министерства высшего образования и науки РФ № 075-15-2021-1362 и частично поддержана средствами из госбюджета по госзаданию (тема № АААА-А20-120011690135-5).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Андреев П.В., Трушин В.Н., Фаддеев М.А. Рентгеновский фазовый анализ поликристаллических материалов. Н. Новгород: Нижегородский ГУ, 2012.
2. Анфимов Д.Р., Голяк Иг.С., Небритова О.А., Фуфурин И.Л. // Хим. физика. 2022. Т. 41. № 10. С. 10.
3. Матвеева И.А., Шашкова В.Т., Любимов А.В. и др. // Хим. физика. 2019. Т. 38. № 9. С. 30.
4. Гласкер Дж.П., Трублад К.Н. Анализ кристаллической структуры. М.: Мир, 1974.

5. *Чижев П., Левин Э., Митяев А., Тимофеев А.* Приборы и методы рентгеновской и электронной дифракции. М.: МФТИ, 2011.
6. *Синицын Д.О., Лунин В.Ю., Грум-Гржимайло А.Н. и др.* // Хим. физика. 2014. Т. 33. № 7. С. 21.
7. *Жорин В.А., Киселев М.Р., Мухина Л.Л., Пуряева Т.П., Разумовская И.В.* // Хим. физика. 2008. Т. 27. № 2. С. 39.
8. <https://vk.com/@luconpro-vse-o-metode-rentgeno-fluorescentnogo-analiza-rfa-kak-eto-rab>
9. *Черноруков Н.Г., Нипрук О.В.* Теория и практика рентгенофлуоресцентного анализа. Электронное учебно-методическое пособие. Н. Новгород: Нижегородский ГУ, 2012.
10. *Belov A.A., Korovin N.A., Rodionov A.I. et al.* // Automation Remote Control. 2014. V. 75. № 8. P. 1479.
11. *Родионов И.Д., Родионов А.И., Родионова И.П. и др.* // Хим. физика. 2019. Т. 38. № 11. С. 1; <https://doi.org/10.1134/S0207401X19070136>
12. *Родионов А.И., Родионов И.Д., Родионова И.П. и др.* // Хим. физика. 2021. Т. 40. № 10. С. 61; <https://doi.org/10.31857/S0207401X21100113>