

07 Метод коррекции слабых пространственных неоднородностей плоскопанельного рентгеновского CCD-детектора

© Ю.А. Бронвальд¹, С.Б. Вахрушев¹, О.А. Алексеева¹, А.С. Будаев²

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

² Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: yuramel@gmail.com

Поступило в Редакцию 12 сентября 2024 г.

В окончательной редакции 12 сентября 2024 г.

Принято к публикации 7 октября 2024 г.

В матричных CCD-детекторах, используемых в рентгеновских монокристалльных дифрактометрах, могут проявляться искажения, связанные с неоднородностью их поверхности. Наличие такой неоднородности приводит к искажению дифракционных данных. Рассматривается простой и эффективный метод компенсации слабых искажений дифракционных снимков, вызванных пространственной неоднородностью поверхности детектора. Метод основан на использовании опорных снимков калибровочных порошков и заключается в создании специальной коррекционной маски. Показано, что описанный подход позволяет значительно улучшить точность сбора данных.

Ключевые слова: CCD-детектор, рентгеновский дифрактометр, коррекция искажений CCD-детектора.

DOI: 10.61011/PJTF.2025.03.59820.20118

В последнее время все большее значение приобретают дифракционные исследования функциональных материалов при приложении внешних воздействий (электрическое и магнитное поля, механические нагрузки и др.) в режимах, близких к используемым в условиях практического применения устройств на базе этих материалов („орегандо“-эксперименты). При этом крайне информативными оказываются эксперименты в режиме „кино“, когда происходит последовательная запись кадров с позиционно-чувствительного детектора (CCD), без перемещения элементов дифрактометра. В этом случае крайне важным оказывается детальное знание эффективности и разрешения каждого элемента детектора. Далее рассматривается методика получения карты искажений двумерного CCD-детектора (CCD — coupled charge device) и введения коррекций в экспериментально измеряемую дифракционную картину.

Детектор является ключевым элементом современных дифрактометров. За последние десятилетия конструкция рентгеновских детекторов прошла путь развития от простейших фотопленок до высокотехнологичных плоскопанельных многоэлементных устройств. Среди современных типов рентгеновских детекторов следует выделить двумерные зонные детекторы. Они представляют собой матричную систему детектирующих элементов (пикселей) и могут считаться наиболее прогрессивными, так как позволяют получать распределение интенсивности рассеяния сразу в большом диапазоне углов. Наибольшее распространение среди серийных двумерных зонных детекторов получила технология CCD. Такие детекторы обладают рядом важных преимуществ, в том числе высокой скоростью сбора данных, низким шумом и высокой чувствительностью. Спектр приложе-

ний таких детекторов широк и включает кристаллографию белков, монокристалльную дифракцию, диффузное рассеяние, изучение ориентации зерен и деформации в поликристаллах [1–3]. Однако использование CCD-детекторов приносит и некоторые технические сложности, связанные с их слабой пространственной однородностью, необходимостью их калибровки и последующей обработки данных [4]. Важным недостатком некоторых CCD-детекторов также может являться выпуклость их поверхности, которая ведет к появлению пространственных искажений и неравномерности отклика [5]. Для достижения высокой геометрической и фотометрической точности такой системы обнаружения необходимо определить и применить ряд поправок [6]. Считается, что после применения соответствующих коррекций поверхность детектора можно рассматривать как идеальную плоскость. Однако даже при применении всех рекомендуемых поправок поверхность устройства может все еще отклоняться от идеальной плоскости. В настоящей работе излагается простая техника для учета слабых паразитных деформаций плоского детектора с CCD-матрицей, используемая для компенсации неидеальности его поверхности и получения высококачественных рентгеновских изображений.

Перечислим основные технические характеристики используемого дифрактометра:

- дифрактометр „Supernova“ KM4CCD, Agilent Technologies (Oxford Diffraction);
- материал анода — микрофокусный источник излучения (MoK_α);
- детектор отраженных рентгеновских лучей — двумерный высокоскоростной CCD (2048×2048);
- калибровочный образец — порошок LaB_6 .

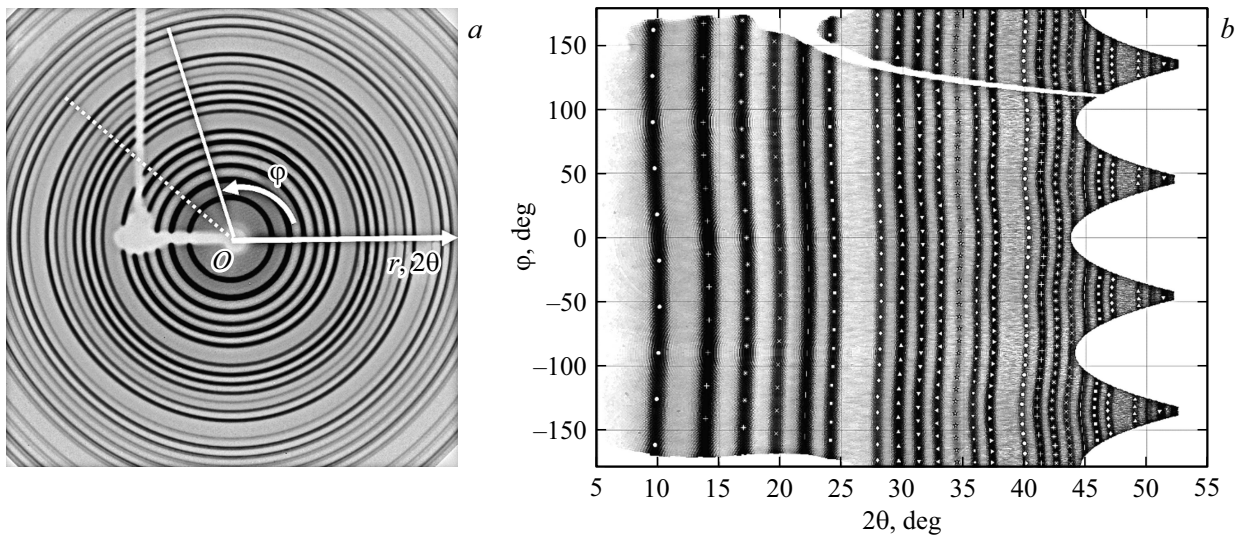


Рис. 1. *a* — демонстрация перевода дифракционных изображений из системы координат детектора (x, y) в полярную систему координат $(2\theta, \varphi)$. *b* — карта рассеяния в координатах $2\theta-\varphi$. Хорошо заметна непрямолинейность изолиний интенсивности, вызванная неоднородностью поверхности детектора. Точками отмечены найденные при аппроксимации положения центров узких угловых сегментов дифракционных колец.

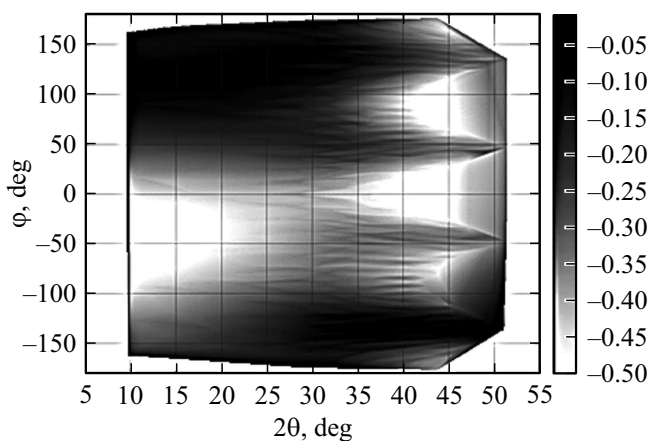


Рис. 2. Двумерная коррекционная маска смещений пикселей в координатах $2\theta-\varphi$. Значения смещения, отмеченные на градиентной шкале, показывают, насколько положение пикселя отклонено от своего номинального положения вдоль 2θ -луча. Для идеально плоского детектора карта будет залита однородным цветом.

Предлагаемый метод учета неоднородности поверхности детектора заключается в построении калибровочной маски — матрицы малых смещений пикселей планарного детектора от их номинального положения — и включает в себя несколько этапов. На первом этапе проводится серия измерений на порошках с использованием калибровочного образца; по полученным изображениям находится приблизительный центр дифракционных колец. На втором этапе двумерная карта распределения интенсивности переводится в новую полярную систему координат с равными интервалами по азимуту;

найденный ранее центр используется в качестве начала координат. Третий этап состоит в определении точных положений центров пиков, лежащих вдоль колец, путем аппроксимации их профилей гауссианом в полярных координатах. Далее вычисляется разность между детектируемым и ожидаемым положениями каждого пика. После этого вычисленные смещения пиков переводятся в декартову систему координат и интерполируются на всю поверхность детектора. Построенная матрица может быть использована при последующих измерениях для компенсации неравномерности поверхности детектора.

При дифракции на порошках отраженные лучи образуют прямой круговой дифракционный конус с вершиной в образце. Изображение, создаваемое лучами, падающими на идеально плоский двумерный детектор, представляет собой коническое сечение. В общем случае плоский 2D-детектор, расположенный ортогонально падающему рентгеновскому лучу, будет иметь небольшой наклон (в пределах долей градуса). Это связано с тем, что идеальная ортогональность труднодостижима технически. Таким образом, дифракционное кольцо, полученное на идеально плоском планарном 2D-детекторе, в действительности описывается эллипсом. Следует отметить, что проецируемое на детекторе положение падающего луча (величина неприведенного волнового вектора $Q = 0$) не совпадает ни с центром эллипса, ни с одним из его фокусов, а находится между ними [7,8]. Для нахождения положения падающего луча применялась аппроксимация дифракционных колец с наименьшим радиусом, так как изогнутость поверхности детектора сказывается на них слабее всего.

После нахождения приблизительного центра распределение интенсивностей преобразуют из собственной

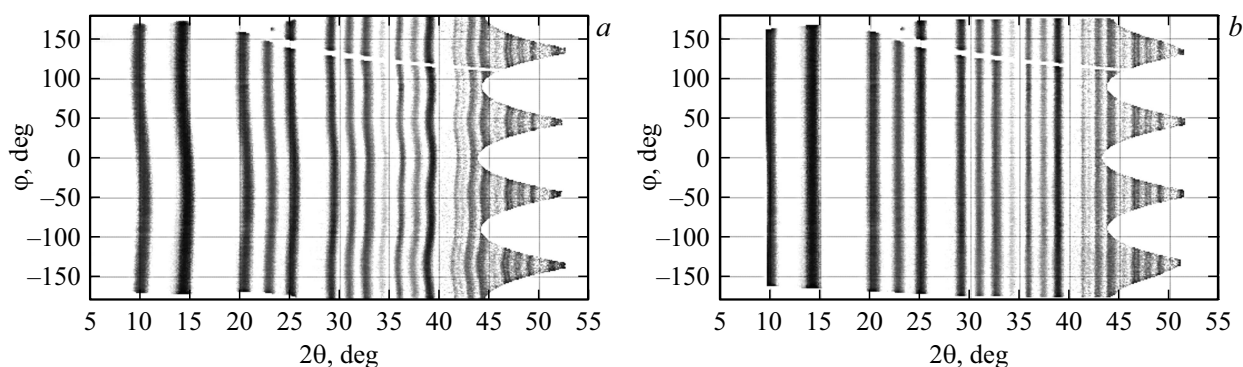


Рис. 3. Двумерные карты рассеяния на поликристалле KNN в координатах $2\theta-\varphi$. *a* — до применения маски смещений, *b* — после применения маски. Детектор находится в номинально перпендикулярном положении по отношению к первичному пучку.

декартовой системы координат детектора (x, y), когда координаты каждого пикселя соответствуют индексам, содержащим его строку и столбец, в полярные координаты ($2\theta, \varphi$). При этом в качестве радиальной координаты берут угол рассеяния 2θ . Полярный угол φ — это угол поворота пикселя на снимке вокруг первичного пучка. Начало координат (полус) совпадает с найденным ранее положением $Q = 0$. Полярная ось строится параллельно одной из геометрических осей детектора (рис. 1, *a*).

В полярных координатах выделяют набор 2θ -лучей, исходящих из полюса O , равноотстоящих по азимуту φ . Интервал по радиальной координате задается равным ширине отдельного пикселя детектора (в случае, когда ширины дифракционных колец захватывают сразу несколько пикселей). С целью минимизации потери координатной точности на этом этапе используется кратное повышение разрешения исходного изображения путем линейной интерполяции.

После перевода карты рассеяния в полярную систему координат дифракционные кольца разбивают на предельно малые угловые участки — дуги — и проводят поиск положений центров этих участков. Для того чтобы определить координаты каждого углового элемента кольца в $2\theta-\varphi$ -пространстве, необходимо отделить его область видимости от соседних дифракционных колец. Для этого $2\theta-\varphi$ -карта суммируется вдоль φ в рамках широкого углового диапазона в несколько градусов. После этого строится полная одномерная порошкограмма, соответствующая каждому угловому сектору, дающая график зависимости средней интенсивности от 2θ . Из нее получают положения локальных максимумов (это будут усредненные значения в пределах φ -сектора) и локальных минимумов, соответствующих границам области наблюдения отдельных пиков. Этот метод хорошо подходит как для полных, так и для пятнистых колец и эффективен для экспериментов с сильнозашумленными данными. Также он предпочтителен в случаях, когда соседние кольца могут быть плохо разделяемы.

На предыдущем этапе были получены приблизительные центры и границы отдельных областей в системе координат $2\theta-\varphi$, каждая из которых содержит один пик.

Теперь необходимо определить точные местоположения пиков вдоль каждого из 2θ -лучей. Всем пикам вдоль всех лучей можно присвоить точные координаты по 2θ и φ путем аппроксимации их профилей функцией Гаусса в каждой найденной области. Точным положением пика по 2θ будет центр полученного гауссиана (рис. 1, *b*).

Далее вычисляется ожидаемое положение каждого пика по 2θ исходя из длины волны, параметров решетки и расстояния до детектора. Разница между экспериментально наблюдаемым и ожидаемым положениями пиков — это искомое смещение. На основе множества значений смещений всех пиков создается двумерная матрица смещений (рис. 2). Вычисленные смещения пиков переводятся в декартову систему координат и интерполируются на всю поверхность детектора.

При дальнейшей работе с дифрактометром для компенсации неоднородности поверхности детектора остается лишь применить заранее составленную маску смещений к дифракционным снимкам. Полученная маска может быть использована при обработке дифракционных карт, снятых при тех же инструментальных параметрах, что и в случае калибровочного образца. Каждому положению детектора будет соответствовать своя уникальная маска. На рис. 3 показаны дифракционные снимки тестового образца $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ (KNN) в полярной системе координат без применения маски смещений (*a*) и с примененной маской (*b*), заранее подготовленной с использованием калибровочного образца LaB_6 .

Таким образом, был разработан метод коррекции дифракционных снимков, получаемых с использованием двумерного позиционно-чувствительного детектора. Анализ существующих подходов показал, что они не дают удовлетворительных результатов. Предлагаемый метод прост в реализации и основан на использовании дифрактограммы эталонного образца с последующим преобразованием полученной картины в полярную систему координат. В дальнейшем осуществляются предварительная идентификация и определение точного положения пиков. На основе полной карты вычисленных положений формируется двумерная матрица коррекций. Построенная коррекционная маска используется при

последующих измерениях для учета слабых искажений дифракционных снимков, вызванных пространственной неоднородностью поверхности детектора. Описанный метод позволяет быстро и эффективно компенсировать наличие слабых пространственных неоднородностей поверхности детектора. Демонстрационный эксперимент показал, что за счет калибровки и коррекции было достигнуто значительное улучшение точности дифракционных снимков.

Финансирование работы

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 22-12-00328 (<https://rscf.ru/project/22-12-00328/>).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] J.R. Helliwell, Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res., **201** (1), 153 (1982). DOI: 10.1016/0167-5087(82)90023-0
- [2] A. Evans, N. Jones, D. Rugg, T. Lindley, D. Dye, J. Nucl. Mater., **424** (1-3), 123 (2012). DOI: 10.1016/j.jnucmat.2012.02.013
- [3] T. Sui, G. Landini, A. Korsunsky, AIP Conf. Proc., **1394**, 113 (2011). DOI: 10.1063/1.3649941
- [4] C. Ferreira, M. François, R. Guillén, Mater. Sci. Forum, **524-525**, 761 (2006). DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.524-525.761
- [5] A.P. Hammersley, K. Brown, W. Burmeister, L. Claustre, A. Gonzalez, S. McSweeney, E. Mitchell, J.-P. Moy, S.O. Svensson, A.W. Thompson, J. Synchrotron Rad., **4** (2), 67 (1997). DOI: 10.1107/S0909049596015087
- [6] W.A. Paciorek, M. Meyer, G. Chapuis, J. Appl. Cryst., **32**, 11 (1999). DOI: 10.1107/S0021889898005172
- [7] M.L. Hart, M. Drakopoulos, C. Reinhard, T. Connolley, J. Appl. Cryst., **46**, 1249 (2013). DOI: 10.1107/S0021889813022437
- [8] A. Cervellino, C. Giannini, A. Guagliardi, M. Ladisa, J. Appl. Cryst., **41**, 701 (2008). DOI: 10.1107/S0021889808019092