

АНАЛИТИЧЕСКАЯ УСТАНОВКА ДЛЯ ЯДЕРНО-ФИЗИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА

*В.Н. Бондаренко, Л.С. Глазунов, А.В. Гончаров, А.В. Зац,
В.Я. Колот, В.В. Кузьменко, В.В. Левенец, А.П. Омельник,
В.М. Пистряк, В.И. Сухоставец, А.А. Щур*
Украина, г. Харьков, Институт физики твердого тела,
материаловедения и технологий ННЦ ХФТИ

Разработка новых материалов и технологий, решение ряда задач в области экологии, медицины, биологии, сельского хозяйства и т.д. требует аналитического обеспечения. В настоящее время широкое применение находят инструментальные аналитические методы, такие как масс-спектрометрия, лазерная масс-спектрометрия, масс-спектрометрия вторичных ионов, электронная Оже-спектроскопия, рентгено-флуоресцентный анализ, рентгеноспектральный микроанализ, лазерная спектроскопия и др.

Но, несмотря на большое количество существующих аналитических методов даже их комплексное применение не может полностью удовлетворить запросы современной науки и технологий. Поэтому идет непрерывное совершенствование существующих методов аналитики, а также разработка новых.

В последние 25 лет интенсивно развиваются ядерно-физические методы с использованием пучков заряженных частиц. Как показал опыт прошедших лет, ядерно-физические методы анализа являются хорошим дополнением к существующим методам анализа, а в ряде случаев позволяют решать задачи, которые не могут быть решены другими методами.

Ядерно-физические методы анализа позволяют решать широкий спектр задач:

-количественное определение элементного состава вещества (конструкционные материалы, материалы электроники, геологические образцы, объекты окружающей среды, медицины и др.);

-изучение распределения примесей по поверхности и объему образца с высоким пространственным разрешением;

-изучение физико-химических процессов (коррозия, термическая и радиационно-стимулированная диффузия, ионное легирование, ионно-плазменное напыление и др.).

В ННЦ ХФТИ отдельные работы по разработке и применению ядерно-физических методов анализа проводились еще в шестидесятых-семидесятых годах. При этом использовалось оборудование, созданное для проведения исследований в области ядерной физики. В 1983 г. в ННЦ ХФТИ была создана специальная аналитическая установка ядерно-физических методов анализа на пучках заряженных частиц [1, 2]. Принцип действия установки основан на регистрации атомных и ядерных излучений, возбуждаемых в веществе ускоренными ионами, обработке спектров излучений и получении количественной информации об элементном составе исследуемого образца.

Одновременно с разработкой аналитической установки в конце 70-х годов в ННЦ ХФТИ интенсивно проводятся работы по разработке ядерно-физических методов анализа [3].

Внешний вид установки представлен на рис.1. Установка состоит из следующих основных элементов:

-электростатического ускорителя горизонтального типа с выходными устройствами;

-экспериментальных камер для применения набора ядерно-физических методов анализа;

-измерительно-вычислительного оборудования, позволяющего автоматизировать обработку результатов эксперимента.

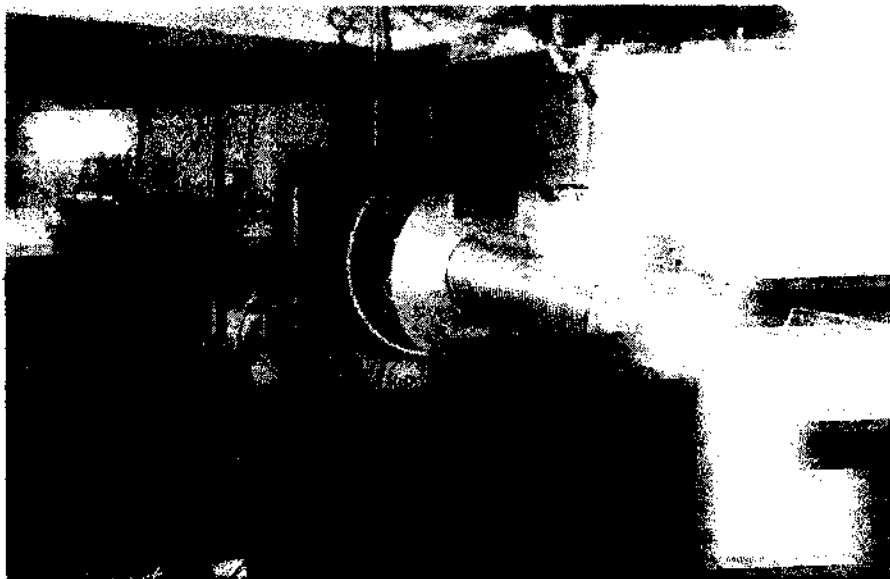


Рис. 1. Внешний вид аналитической установки для ядерно-физических методов анализа.

Внешний вид электростатического ускорителя показан на рис.2. Ускоритель имеет следующие параметры:

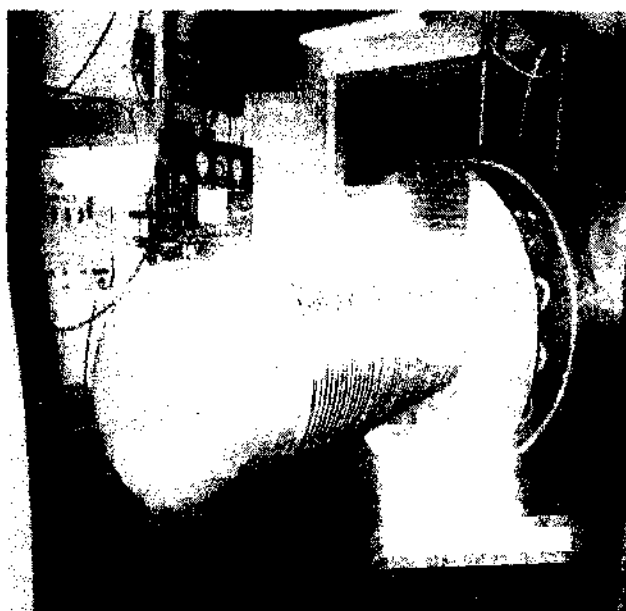


Рис.2. Внешний вид электростатического ускорителя.

- энергия ускоренных однозарядных ионов – 0,2...2 МэВ;
 - стабильность и моноэнергетичность ионов – 0,04...0,07%;
 - ток ионов пучка на прямом выходе – 50 мкА;
 - ток ионов пучка после анализатора – 20 мкА;
 - ускоряемые ионы – водород и гелий;
 - ресурс работы – 3000 часов в год.
- Выходные устройства состоят из ионопроводов с системами наблюдения и изме-

рения пучка и раздаточного магнита. Раздаточный магнит одновременно является масс-анализатором и позволяет отклонять пучок ускоренных ионов заданной массы по четырем экспериментальным каналам ($\pm 45^\circ$; $\pm 26^\circ$). По прямому каналу (0°) проходят ионы без разделения по массам.

На четырех каналах установлены экспериментальные камеры, позволяющие проводить исследования с помощью следующих ядерно-физических методов:

- мгновенного излучения из ядерных реакций (NRA, PIGE);
- характеристического рентгеновского излучения, возбуждаемого протонами (PIXE);
- обратного резерфордского рассеяния (RBS);
- вторичного рентгеновского излучения (PXX);
- метод ядер отдачи (ERD);
- исследования с помощью ядерного микрозонда.

Экспериментальный канал, расположенный под углом 45° , предназначен для ядерного микрозонда (ЯМЗ). ЯМЗ включает в себя систему формирования пучка на основе дублета магнитных квадрупольных линз и экспериментальную камеру. ЯМЗ предназначен для локального анализа различных материалов с пространственным разрешением в несколько мкм с помощью методов PIXE, PIGE, RBS. Основные параметры ЯМЗ приведены в табл. 1.

Таблица 1

Параметры системы формирования ЯМЗ на базе дублета магнитных квадруольных линз

Расстояние от первой диафрагмы до первой линзы дублета, м	2,5
Длина линз, м	0,043
Радиус апертуры линзы, м	0,0065
Эффективная длина линз, м	0,05
Расстояние между линзами дублета, м	0,05
Расстояние от второй линзы до плоскости мишени, м	0,1
Возбуждение первой линзы	0,632895
Возбуждение второй линзы	-0,843644
Магнитная индукция на полюсе, первая линза, Тл	0,21301
Магнитная индукция на полюсе, вторая линза, Тл	-0,37849
Допустимая величина секступольной компоненты, %	<0,3
Допустимая величина октупольной компоненты, %	<0,5
Точность установки полюсов, мкм	±5
Допустимая величина вращательной разъюстировки линз, мрад	0,03
Допустимая величина поперечных смещений линз, мкм	±50
Коэффициент уменьшения в горизонтальной плоскости M_x^{-1}	-6,0187
Коэффициент уменьшения в вертикальной плоскости M_y^{-1}	-37,932
Коэффициенты хроматической аберрации, мкм/(мрад*%)	56,8
C_{px}	
C_{py}	52,5
Собственные коэффициенты сферических аберраций 3-го порядка, (мкм/мрад ³)	
$\langle x/x^3 \rangle$	-2,6
$\langle x/x^2 y^2 \rangle$	-16,5
$\langle y/y^3 \rangle$	-14,9
$\langle y/y^2 x^2 \rangle$	-2,6
Энергия протонов, МэВ	2
Разброс по энергии, %	0,05
Фазовый объем пучка размерами 1×1 мкм ² , мкм ² мрад ²	0,31
Ожидаемое значение тока пучка размерами 1×1 мкм ² , пА	~39
Фазовый объем пучка размерами 3×3 мкм ² , мкм ² мрад ²	12,8
Ожидаемое значение тока пучка размерами 3×3 мкм ² , пА	~1600,9

Камера ядерно-физических методов исследований установлена после анализирующего магнита на 26-градусном канале. В камере реализованы следующие методы анализа материалов: PIXE, RBS, NRA, PIGE, ERD.

Общий вид и схема камеры для исследования твердых образцов ядерно-физическими методами представлены на рис. 3, 4. Анализирующий пучок из ускорителя коллимируется диафрагмами Щ1 (на схеме не показана) и Щ2, расположенными на расстоянии 3 м друг от друга. Рассеянная на этих диафрагмах компонента пучка задерживается антирассеивающей диафрагмой Щ3, проходя которую, пучок попадает на мишень.

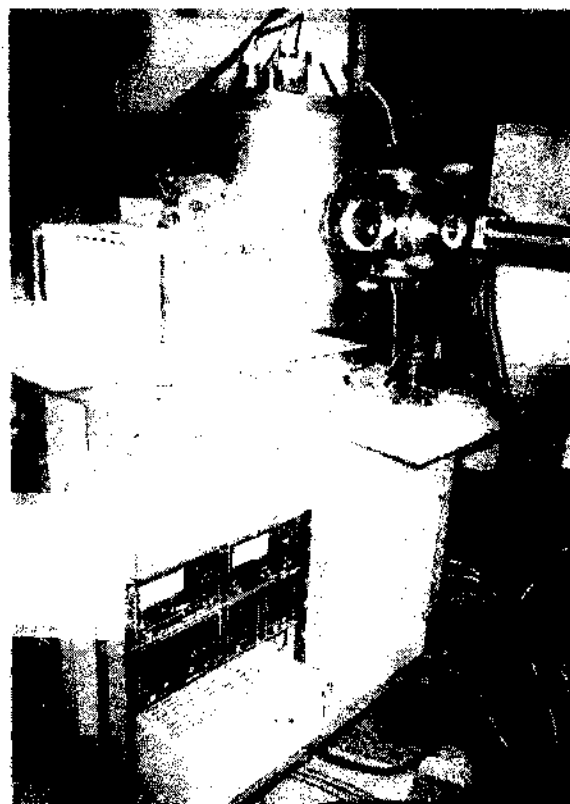
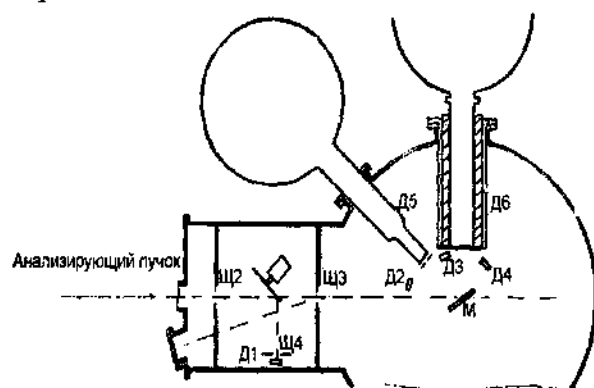


Рис. 3. Камера ЯФМА

Между диафрагмами Щ2 и Щ3 расположен прерыватель пучка, представляющий собой двухлепестковую вращающуюся мишень из тантала, которая через редуктор приводится в движение малогабаритным электродвигателем. Относительное время перекрытия пучка составляет 7%.

Прерыватель пучка вместе со щелью Щ4 и поверхностно-барьерным детектором Д1 составляют систему мониторинга пучка. Ионы, рассеянные на Та мишени, проходя щель Щ4, размеры которой можно изменять дистанционно в процессе эксперимента с помощью шагового двигателя, регистрируются детектором. Измерения показали, что стабильность мониторинга

не хуже 0,3% на протяжении четырех часов измерений.



Р и с . 4 . Схема камеры ЯФМА

В камере установлен гониометр с тремя вращательными и одной поступательной степенью свободы. Гониометр позволяет осуществлять угловое сканирование мишени под пучком с точностью $0,02^\circ$ и поступательное перемещение с точностью $0,01$ мм.

Камера оснащена тремя поверхностно-барьерными детекторами Д2, Д3, Д4, детектором рентгеновского излучения Д5 и детектором γ -излучения Д6.

Детекторы Д2, Д3, Д4 имеют независимые поступательные и вращательные степени свободы. Детектор Д2 предназначен для измерения спектров обратного рассеяния и располагается обычно под углом 170° по отношению к пучку. Детектор Д3 большой площади со сменными поглотителями предназначен для регистрации продуктов реакций (p, α) и (α, p). Детектор Д4 располагается под углами $30 \dots 60^\circ$ и предназначен для регистрации протонов отдачи при анализе образцов на содержание водорода.

Рентгеновское излучение, возбуждаемое протонами, проходит через коллиматор в Si(Li) детектор Д5, расположенный под углом 140° по отношению к пучку. Для уменьшения интенсивности мягкой компоненты рентгеновского излучения за коллиматором могут быть установлены фольги-поглотители.

Ge(Li) – детектор Д6, расположенный под углом 90° по отношению к пучку, окружен свинцовым цилиндрическим экраном толщиной 20 мм для уменьшения фона.

Откачка камеры до остаточного давления 10^{-4} Па обеспечивается турбомолекулярным насосом с азотной ловушкой, расположенной непосредственно в камере.

В сочетании с измерительной аппаратурой установка позволяет проводить измерения несколькими детекторами одновременно, что дает более полную информацию об исследуемом объекте.

На другом 45 -градусном выходе расположена аппаратура по измерению характеристического рентгеновского излучения (х.р.и.) – камера с названием ХРИ. В камере ХРИ существует два канала для регистрации рентгеновского излучения. Детекторы располагаются симметрично по отношению к пучку протонов под углом 135° . Плоскость облучаемой мишени перпендикулярна падающему пучку. При этом первый детектор имеет меньшую чувствительную площадь, толщину, лучшее энергетическое разрешение и предназначен для регистрации х.р.и. от легких элементов. Второй детектор обладает значительной толщиной и площадью и предназначен для регистрации х.р.и. К-серии от атомов элементов с порядковыми номерами > 40 . Первый, как правило, Si(Li) детектор, второй может быть как Si(Li), так и HfGe, в отдельных случаях на это место может быть установлен Ge(Li) детектор. Перед каждым из детекторов располагается коллиматор рентгеновского излучения и набор избирательных поглотителей. В мишенном диске может быть закреплено до 24 толстых или тонких мишеней. Камера изолирована от ионопровода и юстировочного стола и является цилиндром Фарадея для измерения высадившегося на мишени заряда.

На 26° выходе установлена установка «Рентген», которая позволяет выпускать пучок протонов в атмосферу и проводить неразрушающий анализ крупногабаритных объектов, раритетных предметов, жидкостей и т.д.

Вывод пучка из вакуумной системы ускорителя осуществляется через фольгу или через маленькое отверстие. Для изготовления фольг широко используются органические пленки из каптона толщинами в диапазоне от $7,5$ мкм до 25 мкм, а также фольги из алюминия, бериллия и некоторых других материалов. Характерные толщины фольг из этих материалов находятся в пределах от одного до нескольких микрон. Радиационные повреждения, образующиеся в фольгах, под воздействием пучка приводят к ограни-

ченному сроку их службы. В установке «Рентген» пучок выпускается через фольгу из алюминия толщиной 15 мкм. Эксплуатация установки в течение длительного времени показала хорошие прочностные характеристики такой фольги.

Функционально установка «Рентген» может быть разделена на три части. Первая содержит систему электростатического отклонения пучка протонов. Она предназначена для уменьшения радиационной и тепловой нагрузки на анализируемый объект, а также для улучшения вида спектра рентгеновского излучения при интенсивных нагрузках спектрометрического тракта и осуществляет увод пучка протонов с мишени на время обработки зарегистрированного рентгеновского кванта.

Поскольку есть вероятность повреждения выпускной фольги и, как следствие, повреждения элементов аналитического комплекса, установка «Рентген» содержит аварийную защиту – аварийный клапан с механизмами взвода и срабатывания, а также систему детектирования давления в ионопроводе. При рабочем давлении 5×10^{-4} Па срабатывание защиты происходит при давлении 10^{-1} Па.

Третьим узлом является аналитический блок с элементами выпуска пучка, крепления мишеней и детектирующей аппаратуры, юстировочных устройств. Внешний вид установки «Рентген» показан на рис.5.

При анализе на выведенном пучке облучение анализируемого объекта производится или непосредственно в воздухе, или в замкнутом объеме, заполняемом азотом или гелием. Лучшие характеристики анализа достигаются при использовании гелия. Сравнение вариантов метода ХРИ вакуумного и с выведенным пучком ионов показывает, что для многих аналитических задач их возможности равнозначны.

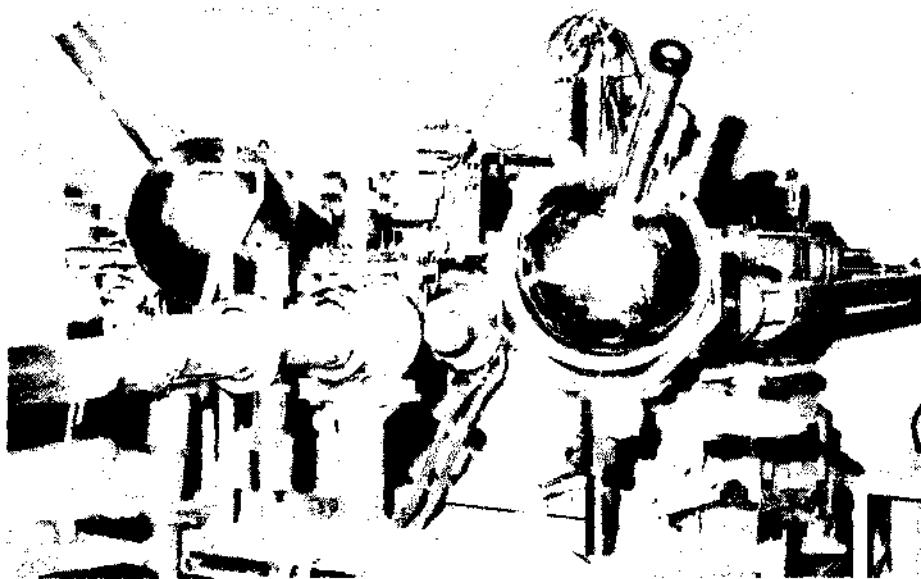
В настоящее время все более широко применяется рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный анализ. Но в его традиционном варианте существуют ограничения, связанные с высоким фоном в выходном канале, образующимся из-за рассеяния первичного излучения рентгеновской трубки на анализируемом объекте. Кроме того, спектр возбуждающего излучения имеет

сложный вид – в нем присутствует непрерывное тормозное излучение пучка электронов трубки и характеристическое излучение материала анода. Соотношение их зависит от напряжения на трубке. Возможно улучшить ситуацию, если вместо электронов использовать пучок протонов, тогда на выходе можно иметь интенсивное квазимонохроматическое рентгеновское излучение. Изменяя облучаемый материал, можно подобрать необходимую энергию первичного излучения и осуществить высокоселективный анализ. Аналитический метод с возбуждением первичного квазимонохроматического рентгеновского излучения пучком протонов и регистрацией вторичных характеристических рентгеновских квантов от анализируемой мишени называется методом РХХ.

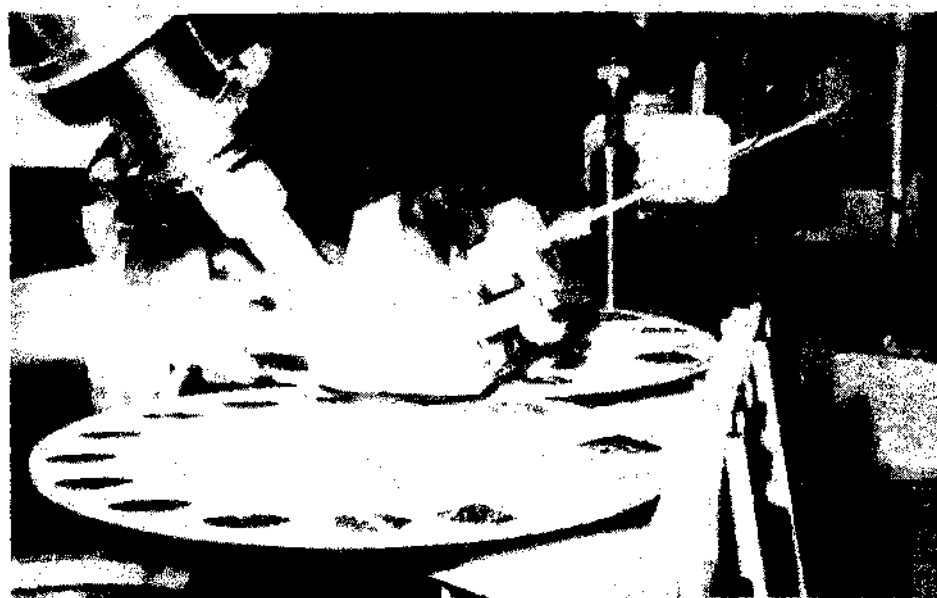
Метод РХХ используется в двух вариантах: вакуумный, когда конвертор (вторичный излучатель) и анализируемый объект расположены в вакууме, и невакуумный – когда анализируемый объект расположен в атмосфере, а пучок квазимоноэнергетического рентгеновского излучения выводится через фольгу. Во втором варианте возможно усовершенствование, связанное с поляризацией и фокусировкой первичного излучения. Предпочтительность размещения объектов в атмосфере очевидна, можно проводить анализ жидкостей и во многих случаях значительно облегчить пробоподготовку.

Для получения больших потоков возбуждающего излучения отбор первичного характеристического излучения производится под углом 90° к пучку протонов, а конвертор и анализируемая мишень расположены под 45° к пучку. Однако, для улучшения отношения сигнал/фон в отбор первичного характеристического излучения лучше производить под углом 135° – такая геометрия осуществлена в установке РХХ, входящей в комплектацию аналитического комплекса.

Внешний вид установки показан на рис. 6. С учетом изотропии первичного рентгеновского излучения возможно реализовать одновременно два аналитических канала. В состав установки также входит система аварийной защиты от прорыва выпускающей фольги и отклонения пучка протонов.



Р и с . 5. Установка «Рентген»: 1 - система отключения пучка протонов; 2 - система аварийного перекрытия ионопровода; 3 - полупроводниковые детекторы.



Р и с . 6. Установка аналитического метода РХХ.

На рисунке видны два барабана с мишенями, полупроводниковый Si(Li) детектор и блок вторичных излучателей (ВИ), в котором размещены 6 ВИ, представляющих собой фольги из сверхчистых металлов. ВИ охлаждаются водой.

Установка РХХ позволяет решать задачи анализа непроводящих объектов, жидкостей или объектов, содержащих наложения матричных элементов и примесей.

В заключение в табл. 2 приведем некоторые усредненные характеристики ЯФМА, применяемые на аналитической установке.

Таблица 2

Аналитические характеристики ЯФМА

Методы	Определяемые элементы, Z	Разрешение по глубине, А	Анализируемый слой, мкм	Предел обнаружения, вес. %	Погрешность, %
NRA, PIGE	≥ 1	50...300	1...10	$10^{-7}...10^{-5}$	3...5
PIXE	≥ 11	5000	1...10	$10^{-7}...10^{-6}$	5
RBS	≥ 2	100	1...3	$10^{-7}...10^{-6}$	1...3
ERD	1	1000	1...3	$10^{-7}...10^{-3}$	3...5

Библиографический список

1. Вергунов А.Д., Левченко Ю.З., Новиков М.Т., Пистряк В.М., Сторижко В.Е., Чеканов С.Я. // ВАНТ. Сер: Общая и ядерная физика. -1983. -Вып.3(24).- С.13-15.

2. Батвинов Л.П., Вергунов Ф.Д., Глазунов Л.С. и др. Малогабаритный электростатический ускоритель на 2 МэВ горизонтального типа (предварительные испытания) // ВАНТ. Сер.: Техника физического эксперимента. -1985.- Вып.1(22).- С26-28.

3. Сторижко В.Е. Применение электростатических ускорителей в народном хозяйстве // ВАНТ. Сер.:Общая и ядерная физика.-1983. -Вып.3(24). - С.3-5.

ИССЛЕДОВАНИЕ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ В КРИСТАЛЛАХ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ

И.Н. Кузьменко, М.Н. Роганин

г. Белгород, Белгородский государственный университет (E-mail: kin@bsu.edu.ru)

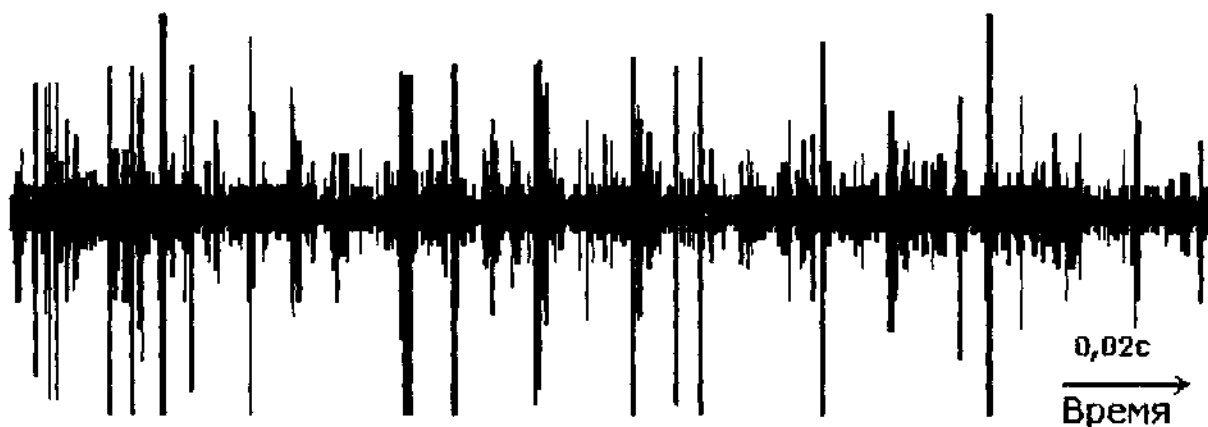
Термином акустическая эмиссия обозначают процессы излучения материалом механических волн, вызванных локальной динамической перестройкой внутренней структуры материала [1]. Одним из источников акустической эмиссии являются термоупругие мартенситные превращения, благодаря которым проявляется эффект памяти формы. В процессе фазовых превращений мартенситного типа образуются (исчезают) частицы новой фазы. При возникновении (исчезновении) таких частиц и появляются механические волны.

В данной статье приведены результаты исследования акустической эмиссии кристаллов с памятью формы при их пластической деформации и в процессе восстановления их формы при нагреве. Регистрация сиг-

налов осуществлялась пьезодатчиками с полосой пропускания 0,02-0,20 МГц и 0,10-0,80 МГц. Датчики подключались к аналого-цифровому преобразователю (АЦП) компьютера, позволяющему производить измерения с частотой до 3 МГц. Обработка результатов производилась в математическом пакете Maple.

На рис.1, 2 приведены осциллограммы акустической эмиссии при деформации образца нагрее, соответственно.

На рис.3, 4 приведены примеры одиночных импульсов акустической эмиссии (растянутые во времени импульсы на рис.1, 2) при деформации образца и последующем нагреве его, соответственно. Частота снятия показаний АЦП 1МГц.



Р и с .1. Осциллограмма сигналов акустической эмиссии при деформации образца.