

## **ДИАГНОСТИКА И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ**

УДК 539.128.4;669.788

### **АВТОМАТИЗИРОВАННЫЙ ГОНИОМЕТР ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МЕСТОПОЛОЖЕНИЯ ПРИМЕСНЫХ АТОМОВ В МОНОКРИСТАЛЛАХ МЕТОДОМ КАНАЛИРОВАНИЯ ИОНОВ**

*А.А. Внученко, А.Б. Крамченков, В.Л. Денисенко, А.Н. Бугай, С.Н. Игнатенко,  
Ю.А. Павленко, Р.Ю. Лопаткин, В.Е. Сторишко  
Институт прикладной физики НАН Украины, Сумы, Украина  
E-mail: vnuchenko@ukr.net*

Разрабатывается автоматизированный гониометр для экспериментальных исследований ориентационных эффектов при взаимодействии пучка ионов с энергией в несколько мегаэлектронвольт с монокристаллами. Гониометр создается для расширения аналитических возможностей канала ядерной отдачи аналитического ускорительного комплекса ИПФ НАН Украины. Оборудование разрабатывается для экспериментального определения положения примесных атомов в кристаллах методами RBS и ERDA в сочетании с каналированием (RBS/C и ERDA/C).

#### **ВВЕДЕНИЕ**

В настоящее время интенсивно исследуется такое ориентационное явление, как каналирование. Интерес к этому явлению обусловлен, с одной стороны, тем, что оно существенно расширяет представления о механизме взаимодействия быстрых заряженных частиц с упорядоченными структурами, а с другой – возможностью широкого его использования в прикладных целях.

Ключевой проблемой в материаловедческом обеспечении современной ядерной энергетики и энергетики будущего является изучение микроструктурной эволюции и ее влияние на деградацию исходных физико-механических характеристик материалов. Механизмы радиационного повреждения конструкционных материалов ядерной энергетики и проблемы разработки радиационно-стойких материалов для эксплуатируемых и перспективных ядерных реакторов новых поколений рассмотрены в работе [1].

В результате взаимодействия ионного пучка с атомами твердого тела происходит отклонение ионных траекторий от первоначального падения за счет упругого рассеяния на большие углы и потери энергии ионов за счет неупругого рассеяния. В кристаллическом твердом теле периодичность структуры может оказать влияние на то, как происходит взаимодействие ионов с атомами кристаллической решетки.

Распределение средней плотности частиц по сечению канала в кристалле является существенно неравномерным. Плотность частиц достигает максимума в центре канала и уменьшается к периферии [2]. Возникает своеобразная фокусировка частиц в каналах. Явление динамического перераспределения плотности потока каналированных частиц в монокристалле дает возможность исследовать сложный химический состав и структуру кристаллов, получать

уникальную информацию о профилях распределения примесей, радиационных дефектов, а также о смещениях атомов из равновесных положений в кристаллической решетке [3].

Существующие теории пока еще не позволяют однозначно решать эти задачи. Основной причиной этого, по-видимому, является сложность самого процесса дефектообразования, который зависит не только от энергии и массы бомбардирующих частиц, но и от природы и свойств облучаемых материалов, дозы и плотности потока имплантируемых ионов, вида и условий послерадиационной обработки и т.д. В связи с этим решающее значение при рассмотрении указанных вопросов приобретает эксперимент.

Особый интерес вызывает поведение атомов внедрения в реакторных материалах, т.е. поведение кислорода, азота и водорода в ванадиевых и циркониевых сплавах. Главная причина этого интереса состоит в существенном взаимодействии примесей внедрения с радиационными точечными дефектами – вакансиями и собственными межузельными атомами [4].

#### **ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕСТОПОЛОЖЕНИЯ ПРИМЕСНЫХ АТОМОВ В КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТКЕ МОНОКРИСТАЛЛА**

Ядерно-физические методы в сочетании с использованием ориентационных эффектов позволяют получить сведения о смещении примесного атома из положения равновесия с точностью до  $0,1 \text{ \AA}$ , идентифицировать образующийся дефект и установить его пространственную конфигурацию [5].

Если атомы примеси тяжелее атомов матрицы, то чаще всего применяют метод резерфордского обратного рассеяния (RBS). Причем, этот метод в сочетании с каналированием оказывается наиболее эффективным для изучения совершенства

структуры кристаллов, дефектообразования, типов и количества дефектов, их пространственного распределения в приповерхностных слоях. При прохождении иона через мишень имеется небольшая вероятность, что произойдет прямое упругое столкновение ядер, вызывающее вылет иона из вещества. Измерение энергии этих ионов дает информацию о концентрации и распределении примесей по глубине.

Однако, если атомы примеси легче атомов матрицы, метод упругого рассеяния на толстых образцах не применим, так как число частиц, рассеянных на атомах основной решетки, преобладает над частицами, рассеянными на атомах примеси. В этом случае наиболее эффективными оказываются ядерные реакции на легких примесях. При этом следует принимать во внимание также возможность сопутствующих реакций на атомах матрицы и на других примесях.

Основной проблемой при использовании ядерных реакций является отделение сигналов, идущих от примесей и атомов матрицы. Задача иногда облегчается тем, что продукты реакции имеют большую энергию и, естественно, больший пробег, чем пробег бомбардирующих частиц. В этих случаях полезный сигнал можно выделить путем отфильтровывания рассеянного пучка соответствующей поглощающей фольгой. Существенным недостатком метода ядерных реакций является худшее глубинное разрешение по сравнению с методом резерфордовского рассеяния.

Большое значение имеет выбор анализирующего пучка и его энергии, которые определяются конкретной комбинацией примесного атома и матрицы. При этом следует учитывать следующие факторы: разрешение по массе, энергетическое разрешение всей детектирующей системы и интенсивность выхода обратнорассеянных частиц. От этих факторов в основном и зависит общая чувствительность метода (т. е. минимальное количество радиационных дефектов и примесных атомов, которое можно еще обнаружить с помощью данного метода исследования) [6].

Наиболее важными характеристиками метода являются: разрешающие способности по массам и по глубине. Поскольку сечение рассеяния пропорционально зарядовому числу, чувствительность метода значительно выше для тяжелых, чем для легких атомов примеси.

Анализ выхода обратнорассеянных частиц вдоль различных кристаллографических направлений с учетом симметрии кристаллической решетки дает возможность определять местоположения атомов примесей. Такая возможность возникает вследствие эффекта перераспределения плотности потока каналированных частиц. А именно, при движении частиц вдоль кристаллографического направления максимум плотности потока возникает в центре канала, а минимум – на его периферийной части (т. е. вблизи атомных цепочек или плоскостей).

В угловых зависимостях обратного рассеяния содержится больше информации, чем в энергетических спектрах. Так, например, можно

различать рассеяние на дефектах или примесных атомах, находящихся в различных местах при зондировании в определенном кристаллографическом направлении. Кроме того, сравнение различных относительных максимумов в угловой зависимости позволяет определить относительную заселенность измеряемых местоположений.

Выход при взаимодействии каналированного пучка с атомами примеси, находящимися в середине канала, должен быть больше, чем величина выхода при отсутствии ориентации. Это следует из правила пространственного усреднения (закон сохранения частиц), сформулированного Линдхардом [7], или, более прямо, вследствие наличия пика плотности потока, обусловленного взаимодействием каналированной части пучка с атомами примесей, находящимися в середине канала.

В зависимости от положений, занимаемых атомами примесей в плоскости, перпендикулярной к данному кристаллографическому направлению, форма кривой выхода частиц имеет различный вид. При локализации атомов примесей в центре канала угловое распределение характеризуется максимумом при нулевом угле. Смещение инородных атомов в центральной части канала на некоторую эквипотенциальную линию приводит к образованию двойного максимума. Если атомы инородного элемента распределены дискретно по сечению канала, то экспериментально полученные распределения являются комбинацией рассмотренных выше случаев [8]. При этом интерпретация результатов эксперимента значительно осложняется. И, наконец, если атомы примеси находятся в периферийной части канала, то максимум сменится минимумом. Однако его ширина будет меньше ширины углового распределения в идеальном кристалле.

Таким образом, наблюдая ориентационные эффекты выхода обратнорассеянных частиц, можно получать прямую информацию о местоположении примесных атомов и точечных дефектов в кристаллической решетке.

В методе ERDA детектором регистрируются выбитые из мишени ядра отдачи, это позволяет проводить изотопный анализ (отличать водород от дейтерия), получать профиль распределения водорода (или дейтерия) по глубине. Принципиально возможно анализировать и другие легкие ядра, однако применяется этот метод в основном для определения концентрации водорода.

Поскольку и рассеянные ионы первичного пучка и ядра отдачи вылетают в одном направлении, а полупроводниковый детектор не может различить ионы разных масс, необходимо каким-то образом отделить их друг от друга. Для этой цели применяются два метода:  $\Delta E$ -E и времяпролетная методика (time-of-flight, TOF) [9].

Для анализа тонких мишеней (несколько микрометров) используется также геометрия «на просвет». В этом случае анализируются ядра отдачи, прошедшие сквозь мишень, в зависимости от ориентации кристалла. Использование геометрии

«на просвет» ограничивает толщину исследуемого образца до нескольких микрометров (точное значение зависит от энергии и сорта первичных ионов, а также – от материала мишени).

Следует отметить, что использование эффекта каналирования накладывает определенные требования на расхождение пучка ионов и на точность позиционирования исследуемых кристаллов. Кроме того, необходимо иметь возможность изменять положение и ориентацию образцов в ходе экспериментов в широком диапазоне углов. Поэтому гониометр должен обеспечивать широкий диапазон углов с возможностью перемещения по оси вращения. Важно также выполнение всех манипуляций с кристаллом в автоматическом режиме. Данные соображения привели к разработке гониометра с микропроцессорным управлением.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА

В Институте прикладной физики НАН Украины на базе компактного электростатического ускорителя создана установка для высокочувствительного неразрушающего анализа водорода в приповерхностных слоях материалов, которая предназначена для регистрации ядер отдачи водорода и дейтерия, выбитых из мишени пучком ионов гелия с энергией до 2 МэВ.

Установка включает в себя следующие основные элементы:

- источник ионов гелия, соответствующий определенным требованиям;
- ионопровод с ионной оптической системой;
- камеру рассеяния;
- детектирующую систему (с электростатическим спектрометром, позиционно-чувствительным детектором, системой сбора и обработкой данных);
- программно-управляемые блоки питания спектрометра и электростатических линз.

Система транспортировки пучка предназначена для формирования пучка ионов высокой энергии и транспортировки его в условиях вакуума (на уровне  $10^{-9}$  Па) до камеры рассеяния.

Камера рассеяния (рис. 1) предназначена для обеспечения условий взаимодействия пучка ионов с мишенью и размещения в ней необходимой аппаратуры. Камера оснащена: держателем мишеней; системой вакуумной откачки; портами для подключения необходимого оборудования. Выполненный из нержавеющей стали светонепроницаемый корпус обеспечивает вакуумную герметичность.

Камера оборудована технологическими фланцами (портами):

- входным фланцем со стороны налетающего пучка;
- присоединительными фланцами вакуумного поста (подключение магниторазрядного насоса);
- фланцем для установки рентгеновского детектора;

- фланцем для установки устройств контроля вакуума;
- фланцем для установки устройств напуска газа;
- фланцем для установки герметичных вводов электропитания устройств, размещаемых в камере;
- фланцами для подсоединения электростатического спектрометра (расположение фланцев на корпусе камеры должно обеспечивать углы рассеяния 0, 38, 45, 75, 105, 135°).

Камера рассеяния оснащена трехступенчатой системой вакуумной откачки, состоящей из форвакуумного насоса (со скоростью откачки не менее 40 л/с), турбомолекулярного насоса (со скоростью откачки не менее 350 л/с), магниторазрядного насоса (со скоростью не менее 350 л/с).

Для расширения экспериментальных возможностей данного оборудования (проведения исследований примесей и дефектов с использованием явления каналирования протонов совместно с методами RBS и ERDA) необходима автоматизация гониометра, что и является основной задачей работы. Гониометр имеет пять степеней свободы (две вращательные и три трансляционные) и размещен на крышке взаимозаменяемой с существующей крышкой камеры рассеяния канала ядер отдачи.

Вращательные степени свободы автоматизированы с помощью управляемых компьютером шаговых двигателей KRS562D-8212. Максимальный статический момент удержания – 0,686 Н·м, номинальный ток фазы – 2,12 А, номинальное сопротивление обмотки одной фазы – 1,07 Ом, номинальная индуктивность обмотки одной фазы – 1,98 мГн. Диапазон рабочих температур составляет  $-10...+50$  °С. Сопротивление изоляции не менее 100 МОм в холодном состоянии в нормальных условиях. Статическая погрешность шага  $\pm 5$  %. Шаговые винты дают возможность осуществлять движение мишени с шагом  $0,01^\circ$ , что позволяет автоматически выполнять угловое сканирование в окрестностях выбранных кристаллографических осей. Трансляционные степени свободы управляются в ручном режиме.

Система автоматизации эксперимента построена на базе разработанного в ИПФ НАН Украины универсального программно-аппаратного комплекса (УПАК), который состоит из набора датчиков, модуля регистрации и передачи данных, сетевого коммутатора (опционально), модуля управления и устройства визуализации и анализа данных, т. е., в общем случае, компьютера и специального программного обеспечения (рис. 2).

Сигнал с датчиков физических величин (в виде нормированного напряжения) после аналогового входа подается на аналогово-цифровой преобразователь (АЦП) и затем обрабатывается процессором центрального микроконтроллера по специальной программе, сохраненной в памяти контроллера. После этого данные поступают Ethernet-контроллеру, который передает их по

специальному протоколу на компьютер, где они расшифровываются, визуализируются и сохраняются в случае необходимости. Здесь модуль регистрации и передачи данных выступает как сервер, а компьютер пользователя – как клиент, который посылает серверу запрос на отправку данных и получает ответ в виде специального пакета. Т.е. фактически с помощью УПАК реализована клиент-серверная технология обмена данными между компьютером пользователя и экспериментальной установкой, которая позволяет визуализировать показания аналоговых датчиков физических величин на удаленном компьютерном устройстве.

На тех же принципах реализована обратная связь, т. е. модуль регистрации и передачи данных имеет цифровой выход с возможностью удаленного управления, к которому можно через модуль управления подключить внешние устройства (в данном случае подключены шаговые двигатели). С компьютера по специальному протоколу обмена данными поступает управляющий сигнал, который распаковывается Ethernet-контроллером и передается центральному контроллеру. Затем центральный контроллер формирует выходной

сигнал на выделенном порту, управляя, таким образом, внешним устройством.

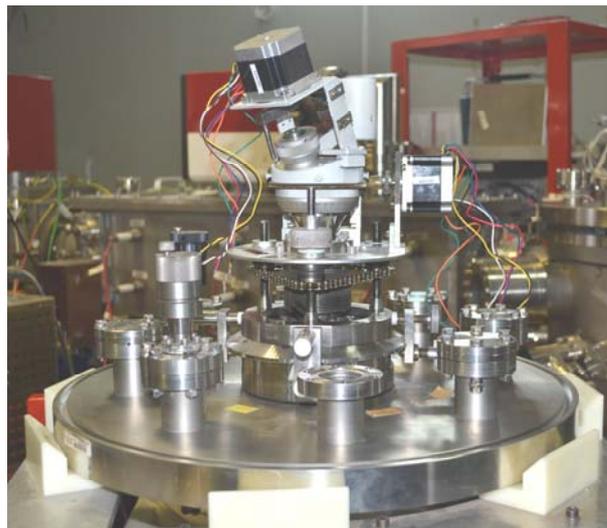


Рис. 1. Общий вид крышки камеры рассеяния с системой перемещения мишеней

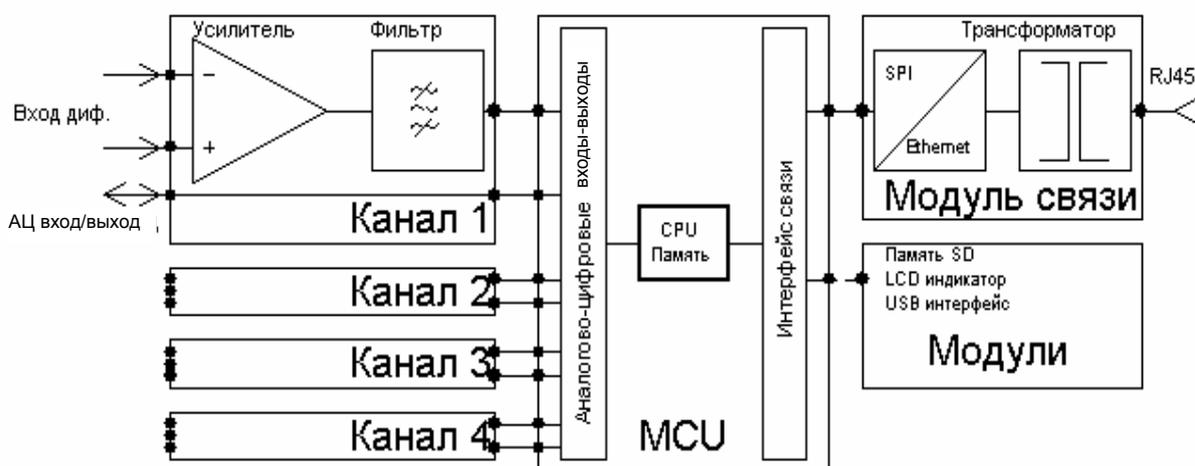


Рис. 2. Схема модуля регистрации и передачи данных

## ВЫВОДЫ

В данной работе рассмотрены основные методы исследования местоположения примесных атомов и дефектов в монокристаллах, в основе которых лежит эффект каналирования. Для реализации этих методов расширяются экспериментальные возможности оборудования, разработка которого на данном этапе ведется в ИПФ НАН Украины на канале ядерной отдачи аналитического ускорительного комплекса. Произведена модификация крышки камеры рассеяния с имеющимся гониометром, который обеспечивает трансляцию держателя мишеней вдоль трех осей и его вращение вокруг двух осей. Вращательные степени свободы автоматизированы с помощью управляемых компьютером шаговых двигателей, трансляционные – управляются в ручном режиме. Также реализована автоматизация установки на основе УПАК, с

возможностью дистанционного доступа к ней экспериментатора через локальную сеть.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. В.Н. Воеводин, И.М. Неклюдов. Проблемы радиационной стойкости конструкционных материалов ядерной энергетики // *Вестник Харьковского национального университета. Серия «Ядра, частицы, поля»*. 2006, №746, с. 3-22.
2. А.А. Внученко, А.Б. Крамченков, В.Л. Денисенко. Проект установки для исследования местоположения примесных атомов и дефектов в монокристаллах // *Металлофизика и новейшие технологии*. 2012, т. 34, №3, с. 383-393.
3. В.А. Рябов. *Эффект каналирования*. М.: «Энергоатомиздат», 1994, с. 240.
4. В.В. Сумин. Изучение твердых растворов внедрения переходных металлов с помощью неупругого некогерентного рассеяния нейтронов //

Физика элементарных частиц и атомного ядра. 2005, т. 36, в. 2.

5. В.М. Шершнев, Н.А. Скакун, П.А. Светашов. Локализация атомов углерода в кристаллической решетке никеля // *Вестник Харьковского национального университета. Серия «Ядра, частицы, поля»*. 2004, №628, с. 115-118.

6. В. Джазаиров-Кахраманов. *Исследование пространственного распределения радиационных дефектов в монокристаллах W, Mo, Nb, Al и Si методом обратного рассеяния протонов*: Дис. ... канд. физ.-мат. наук. Алма-Ата, 1984, с. 171.

7. J. Lindhard, M. Sharff, H. Schiott. Range Concepts and heavy Ion Ranges // *Mat.-Fys. Medd. Dan. Selsk.* 1963, v. 33, №14, p. 1-41.

8. В.В. Белошицкий, Г.А. Гуманский, М.А. Кумахов, И.С. Ташлыков. К интерпретации экспериментов по определению числа радиационных дефектов методом обратного рассеяния каналированных ионов // *ДАН СССР*. 1974, т. 217, с. 1277-1280.

9. А.Б. Крамченков, В.Е. Сторишко, А.А. Дрозденко, В.Л. Денисенко, Х.Д. Карстаньен. Канал ядер отдачи для исследования содержания водорода в материалах // *Наука та інновації*. 2010. т. 6, №5, с. 32-37.

*Статья поступила в редакцию 14.12.2012 г.*

### **АВТОМАТИЗОВАНИЙ ГОНІОМЕТР ДЛЯ ДОСЛІДЖЕННЯ МІСЦЕЗНАХОДЖЕННЯ ДОМІШКОВИХ АТОМІВ У МОНОКРИСТАЛАХ МЕТОДОМ КАНАЛЮВАННЯ ІОНІВ**

*А.О. Внученко, А.Б. Крамченков, В.Л. Денисенко, О.М. Бугай, С.М. Ігнатенко, Ю.А. Павленко, Р.Ю. Лопаткін, В.Ю. Сторіжко*

Розробляється автоматизований гоніометр для експериментальних досліджень орієнтаційних ефектів при взаємодії пучка іонів з енергією в декілька мегаелектронвольт з монокристаллами. Гоніометр створюється для розширення аналітичних можливостей каналу ядер віддачі аналітичного прискорювального комплексу ІПФ НАН України. Обладнання розробляється для експериментального визначення положення домішкових атомів у кристалах методами RBS і ERDA в поєднанні з каналюванням (RBS/C і ERDA/C).

### **AUTOMATED GONIOMETER FOR INVESTIGATION OF IMPURITY ATOMS' LOCATION IN SINGLE CRYSTALS BY ION CHANNELING**

*A.A. Vnuchenko, A.B. Kramchenkov, V.L. Denysenko, O.M. Buhay, S.M. Ignatenko, Yu.A. Pavlenko, R. Yu. Lopatkin, V.E. Storizhko*

Automated goniometer for investigation of orientation effects in the MeV-ion-single crystal interaction process is being developed. Goniometer is developed to enrich analytical capabilities of the ERDA end-station of the IAP NASU accelerator-based facility. Main goal of the new equipment is to investigate lattice location of impurity atoms in single crystals by means of RBS/C and ERDA/C techniques.