

ИНТЕРПРЕТАЦИЯ «ЭЛЕМЕНТНЫХ КАРТ», ПОЛУЧЕННЫХ НА УСТАНОВКЕ «МИКРОЗОНД-ЭГП-10», С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ВЫЧИСЛИТЕЛЬНЫХ МЕТОДОВ

INTERPRETATION OF “ELEMENT CARDS” OBTAINED ON INSTALLATION “MICROZOND-EGP-10” USING COMPUTATIONAL APPROACHES

М. Э. Бузоверя, И. А. Карпов, А. Ю. Архипов

M. E. Buzoverya, I. A. Karpov, A. Yu. Arkhipov

ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ», г. Саров Нижегородской обл.

Russian Federal Nuclear Center – All-Russia Research Institute of Experimental Physics

На примере обработки спектров RBS, экспериментально полученных на установке «Микрозонд-ЭГП-10», представлены суммарные карты с цветовым кодированием каждого из присутствующих элементов в исследуемых материалах. Визуализация структуры с распределением элементов, включая следы примесей, расширяет аналитические возможности ЯСМЗ. Нарботка опыта практического применения позволит решать с большей надежностью сложные задачи в области материаловедения не только конструкционных, но и делящихся материалов.

Using as an example the processing of RBS spectra experimentally obtained on installation “Microzond-EGP-10”, gives the opportunity to present summary cards with color coding of each of elements available in the materials under study. Visualization of the structure with distribution of elements including impurity traces extends analytical potentialities of NM.

Accumulation of experience in practical application will make it possible to solve with higher reliability the problems of material science not only for structural materials but for fissile materials as well.

Инновационные материалы имеют сложный состав и структуру, поэтому требуют комплексных исследований. Комплексные материаловедческие исследования часто сопровождаются микро-рентгеноспектральным анализом, характерной особенностью которых является локальность. Такие примеси, как кислород, углерод, азот трудно определяются в материалах традиционными методами. В связи с этим, особую актуальность приобретает задача совершенствования методов многоэлементного анализа. Альтернативой широко используемой растровой электронной микроскопии с энерго-дисперсионными насадками может служить ядерный микрозонд (ЯСМЗ). Использование набора методик ЯСМЗ позволяет определять практически все элементы, включая легкие примеси и инертные газы, что недоступно другим методам инструментального анализа. Кроме аналитических функций, метод ЯСМЗ используется в исследованиях диффузии, сегрегации примесей, радиационной стойкости материалов и др. [1]. Особый интерес в таких исследованиях представляет получение карт легирующих и примесных элементов. Наглядность экспериментальных дан-

ных делает метод картирования привлекательным и полезным, особенно в сложных случаях.

В работах ведущих организаций, развивающих метод ЯСМЗ, в основном, получают карты по отдельным элементам, присутствующим в материалах [2–4]. Анализ элементных карт достаточно сложен и требует специальных знаний о реальном объекте. Применение вычислительных методов к интерпретации значительно облегчило бы «чтение» карт и расширило аналитические возможности метода.

В связи с этим, целью работы являлось получение суммарных карт с цветовым кодированием каждого из присутствующих элементов в исследуемом объекте методом ЯСМЗ.

На примере экспериментально полученных на установке «Микрозонд-ЭГП-10» спектров RBS прессованного бериллия был опробован новый алгоритм обработки с применением вычислительных методов.

1. Объект и методы исследования

Обработка методик и алгоритма интерпретации карт распределения элементов проводилась на

образцах прессованного бериллия в количестве двух штук: образец 1 и образец 2. В работе использовались результаты элементного анализа образцов методом RBS (резерфордское обратное рассеяние), который проводился на установке «Микрозонд ЭГП-10» [5]. В данной работе для иллюстрации алгоритма приводятся результаты обработки образца 1.

Параметры зонда: протонный микропучок с энергией протонов 3 МэВ, размер зонда ~20 мкм, ток $\approx 0,15$ пА. Растр сканирования 300×300 пикселей (~ 300×300 мкм), шаг сканирования 5 пикселей (~5 мкм).

Время набора интегрального спектра: 8000 секунд для образца 1.

2. Алгоритм обработки RBS-спектров

Алгоритм обработки RBS-спектров можно разбить на три этапа: анализ интегрального спектра, выгрузка карт распределений, обработка распределений в программе GNU OCTAVE.

1) По характерным пикам на интегральном RBS спектре определяется элементный состав исследуемого образца. Пример интегрального спектра представлен на рис. 1.

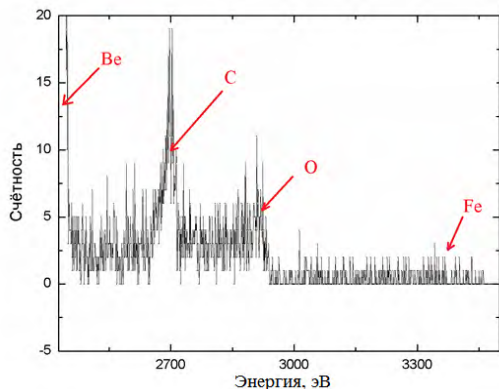


Рис. 1. Пример расшифровки интегрального RBS-спектра бериллиевого образца 1

2) Определяя интервал энергии, соответствующий распределению конкретного химического элемента в конкретном слое образца, производится выгрузка и последующее сохранение карты распределения в виде двумерной матрицы.

На рис. 2 представлен пример карты распределения бериллия в поверхностном слое (~900 нм) бериллиевого образца 1.

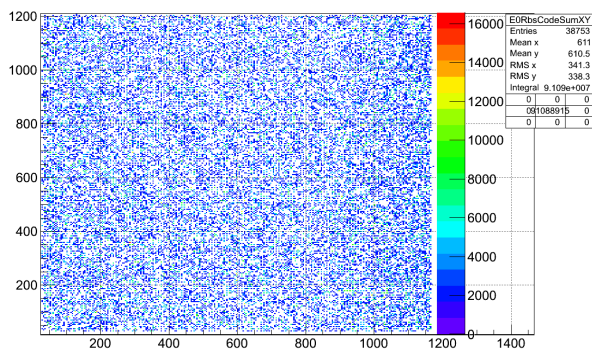


Рис. 2. Карта распределения бериллия в поверхностном слое образца 1

Такие выгрузки необходимо проводить для всех интересующих химических элементов в выбранном слое исследуемого вещества. Толщина и пространственное расположение слоя, для которого будет проводиться выгрузка матриц распределения, определяется интервалами энергий.

3) Полученные матрицы распределений загружаются в GNU OCTAVE-программу и отображаются на одном 3D-графике. Для наглядности при визуальном анализе графика распределения разных химических элементов отображаются разными цветами.

На рис. 3 представлен пример отображения карт распределения бериллия, углерода, кислорода и тяжелых примесей железа в поверхностном слое образца 1 толщиной ~900 нм для области размером 90×90 мкм.

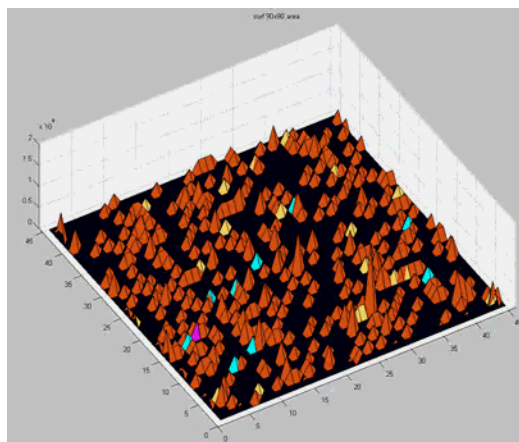


Рис. 3. 3D-карта распределения элементов в поверхностном слое бериллиевого образца 1: рыжий — бериллий, голубой — кислород, желтый — углерод, розовый — тяжелые примеси железа

Карты распределения элементов, полученные в ходе такой обработки, используются для дальнейшего анализа и структурной характеристики материалов.

3. Анализ элементных карт

На рис. 4 приведены исходные карты распределения основного и примесных элементов в образце 1. Интерпретировать их в таком виде достаточно трудно.

Известный прием сопоставления микрофотографии с картинками элементного распределения дает возможность соотносить элементы микроструктуры с тем или иным элементом или фазой, идентифицированной на элементной карте, что позволяет получать ценную информацию о химической однородности материала, состоянии границ раздела и дефектах структуры исследуемого материала. Однако, в установке «ЯСМЗ-ЭГП-10» на сегодняшний день отсутствует возможность одновременно с изображением элементных карт наблюдать микроструктуры объектов. Поэтому в ранее проведенных работах образцы бериллия перед элементным анализом сначала были проанализированы на атомно-силовом микроскопе [5, 6].

На рис. 5 представлено АСМ-изображение поверхности образца 1.

На рис. 6–7 представлены характерные ЯСМЗ-сканы образца 1 после обработки. Изобра-

жение размером 90×90 мкм дает общее представление о материале. Более низкоразмерные сканы (45×45; 30×30; 15×15 мкм) позволяют получить более детальное представление о структуре. На сканах: рыжий цвет – бериллий; бирюзовый – кислород; серый – углерод.

Суммарная карта с представлением всех примесей и сопоставление с АСМ-сканом позволяет дать формализованное описание структуры образца бериллия.

Анализ ЯСМЗ-изображений позволил дать словесный портрет структуры:

- материал образца бериллия пористый;
- распределение примесных фаз (включений) неравномерное;
- примесная фаза, содержащая кислород и углерод, основном расположена в рыхлых областях материала, чаще по границам раздела зерен основного вещества;
- включения представлены:
 - единичными мелкими однофазными объектами размером порядка 1–2 мкм;
 - крупными агрегатами размером порядка 5–10 мкм;

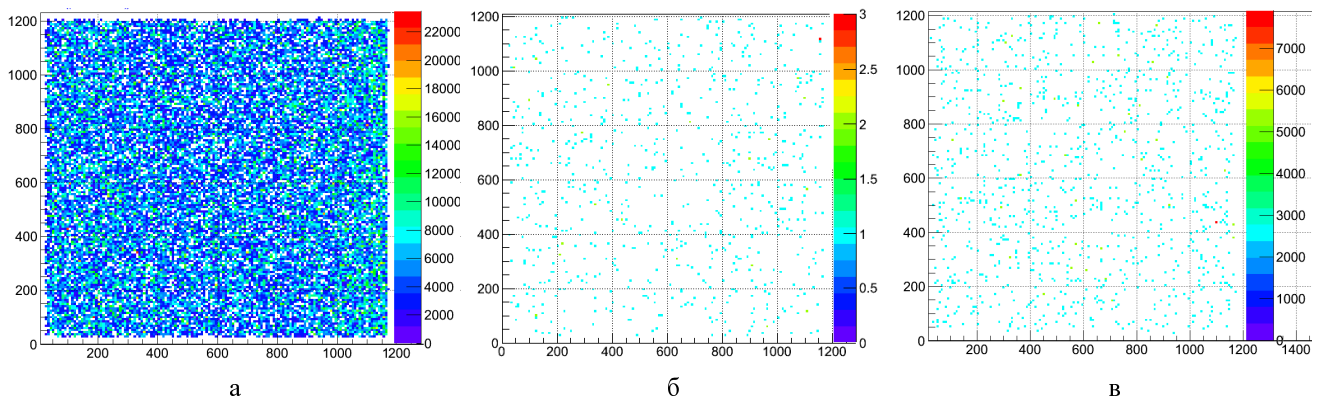


Рис. 4. Исходные карты распределения: а – бериллий; б – кислород; в – углерод

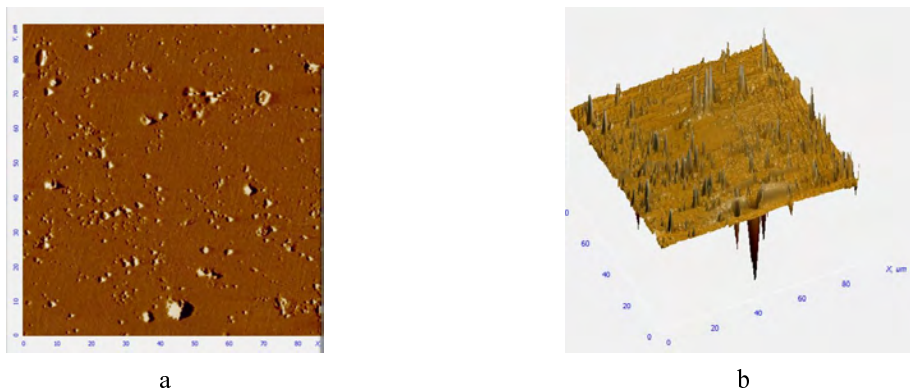


Рис. 5. АСМ-скан образца 1, размер 90×90 мкм: а – 2D-изображение; б – 3D-изображение

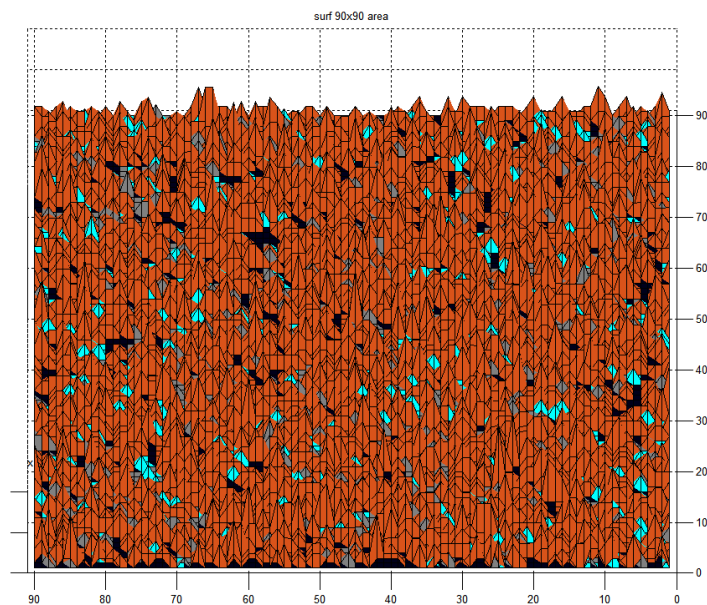


Рис. 6. ЯСМЗ-скан образца 1, размер 90×90 мкм

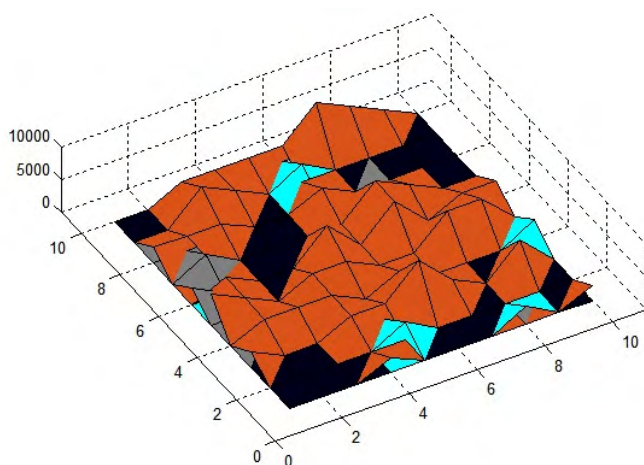
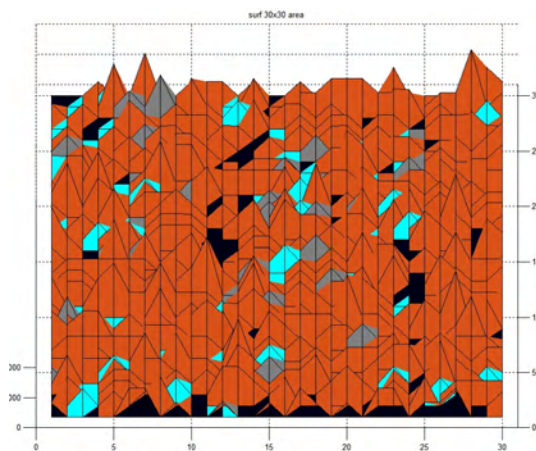


Рис. 7. ЯСМЗ-скан образца 1: а – 3D-скан, размер 30×30 мкм; б – 3D-скан, 10×10 мкм

– особенность крупных частиц – многоэлементность.

Формализованное описание структуры образца 1, данное по ЯСМЗ-сканам, соответствует описанию структуры, приведенной в работе [5] по результатам АСМ-исследований этого же образца.

Таким образом, ЯСМЗ-изображение суммарных карт могут играть полезную роль наряду с изображениями оптическими, АСМ и др. Особую роль они могут сыграть, когда другие изображения не доступны или слабоконтрастные, в частности при исследовании делящихся материалов.

Заключение

1. Обработка RBS-спектров с применением вычислительных методов повышает «читаемость» элементных карт.

2. Возможность получения распределения, как по отдельным элементам, так и в виде интегральных карт повышает информативность метода ЯСМЗ.

3. Данный алгоритм может быть использован для обработки спектров, полученных методом PIXE и др., а также применен в анализе структуры других материалов.

Список литературы

1. Пономарев А. Г. Ядерный сканирующий микронд: современное состояние в мире, области применения и перспективы развития. 9-ая Международная конференция «Взаимодействие излучений с твердым телом». Минск, 2011. С. 430–440.

2. Пономарев А. Г., Магилин, Д. В. и др. Исследование распределения элементов в конструкционных материалах методом микро-PIXE. 9-ая Международная конференция «Взаимодействие излучений с твердым телом». Минск, 2011, С. 441–442.

3. Погребняк А. Д., Пономарев А. Г. и др. Влияние массопереноса и сегрегации на формирование сверхтвердых наноструктурных покрытий Ti–Hf–N(Fe) // Письма в ЖТФ, 2012. Т. 38, вып. 13. С. 57–64.

4. Романенко А. В., Пономарев А. Г. Применение ядерно-сканирующего микрозонда для исследования радиационно-стимулированной ми-

грации примесей по границам зерен в конструкционных материалах. 11-я Международная конференция «Взаимодействие излучений с твердым телом». Минск, 2015. С. 425–427.

5. Бузоверя М. Э., Карпов И. А. и др. Элементный анализ бериллиевых образцов на установке “Микрозонд-ЭГП-10”. // Ядерная физика и инжиниринг. Т. 7. № 4. 2016. С. 336–342.

6. Бузоверя М. Э., Карпов И. А., Городнов А. А., Архипов А. Ю. и др. Ядерный микрозонд в исследовании металлокерамического бериллия. Сборник тезисов 11-я международная конференция «Ядерная и радиационная физика». Алмата, 2017. С. 224.