

Раздел пятый
ДИАГНОСТИКА И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

**МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНЫЙ ОПТИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС
ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ РАДИАЦИОННЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ
НА ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ**

А.И. Беляева¹, А.А. Галуза², И.В. Коленов², А.А. Савченко¹

¹*Национальный технический университет*

«Харьковский политехнический институт», Харьков, Украина;

²*Институт электрофизики и радиационных технологий НАН Украины,
Харьков, Украина*

E-mail: aibelyaeva@mail.ru; alexey.galuz@gmail.com

Разработан и реализован многофункциональный оптический комплекс для исследования радиационных превращений на поверхности металлов и сплавов, а также оптических характеристик прозрачных тел. Обоснована схема комплекса и приведены результаты его тестирования.

PACS: 07.60.Hv

ВВЕДЕНИЕ

В последние годы активное развитие получили области физики, связанные с разработкой материалов, способных эксплуатироваться в условиях интенсивного радиационного, теплового и химического воздействий. Связано это, в частности, с созданием ядерных энергетических установок нового типа в рамках поиска альтернативных источников энергии и с развитием и внедрением радиационных и электрофизических технологий.

Поскольку взаимодействие материалов с факторами внешней среды происходит через поверхность, во многих случаях именно она в первую очередь претерпевает изменения под действием этих факторов. Соответственно анализ поверхности позволяет исследовать ранние стадии радиационно-индуцированных процессов в материалах.

Существует множество методик для исследования состояния поверхности, применяемых в зависимости от целей и объектов исследования. Среди них можно выделить оптические методы (микроскопия, интерферометрия, эллипсометрия, рефлектометрия), которые позволяют получить разнообразную информацию о поверхности.

Уникальность этих методик состоит в том, что они позволяют изучать как структурные изменения поверхности в масштабах от единиц до сотен и более нанометров, так и изменения в электронной структуре материалов. Особенно эффективно комплексное применение перечисленных методик.

Поверхностные явления приводят к значительному изменению оптических свойств материалов. В частности, такие оптические характеристики, как коэффициенты отражения и пропускания, в значительной степени определяются свойствами нарушенных слоев, формируемых на поверхности в результате внешнего воздействия. Параметры рассеяния света от поверхности позволяют судить о характере ее рельефа и т. д.

Ранее было показано, что эллипсометрия является эффективным методом изучения явлений, протекающих на начальных стадиях радиационных воздействий на материалы [1, 2].

При исследовании различных нетривиальных поверхностных эффектов, например, таких как блистеринг, было показано, что эллипсометрия может быть эффективно дополнена рефлектометрией [3]. Это связано с тем, что эллипсометрия и рефлектометрия основаны на различных физических эффектах. Эллипсометрия основана на исследовании изменения состояния поляризации только зеркальной компоненты зондирующего излучения, т. е. несет информацию только о тех участках поверхности, которые отражают зеркально. В рефлектометрии же зеркального отражения измеряется полная энергия, зеркально отраженная от поверхности образца. Соответственно наличие даже незначительных дефектов поверхности может приводить к увеличению диффузной компоненты отражения и, следовательно, к падению коэффициента зеркального отражения. В свою очередь, исследование диффузной компоненты дает информацию о характере рельефа поверхности. Эти данные позволяют более обоснованно подходить к выбору модели поверхности при интерпретации результатов эллипсометрии.

Таким образом, совместное применение ряда оптических методик позволяет полнее использовать возможности каждой из них. Для комплексного оптического исследования радиационно-индуцированных процессов на поверхности твердых тел представляют интерес следующие характеристики:

- 1) спектр коэффициента зеркального отражения при нормальном (почти нормальном) падении света;
- 2) угловые зависимости коэффициента зеркального отражения на разных длинах волн;
- 3) угловые зависимости коэффициентов отражения Френеля R_p и R_s на разных длинах волн;

4) индикатриса рассеяния, как характеристика степени развития рельефа поверхности;

5) спектр главного угла падения (угла Брюстера для прозрачных материалов).

Измерения перечисленных величин в совокупности с возможностями оптической микроскопии и интерферометрии, а также эллипсометрии позволяют получить значительный объем информации о процессах на поверхности бесконтактным и неразрушающим образом.

Целью данной работы является разработка и реализация многофункционального комплекса для измерения перечисленных характеристик.

1. ОПТИКО-МЕХАНИЧЕСКАЯ СХЕМА

Комплекс основан на двухканальной оптической схеме, предложенной в работе [4] (рис. 1).

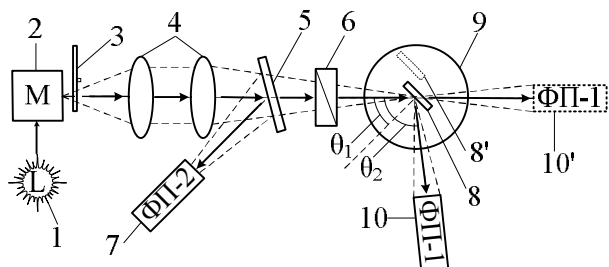


Рис. 1. Общая схема комплекса:

- 1 – источник света; 2 – монохроматор;
- 3 – модулятор; 4 – фокусирующая система;
- 5 – делитель; 6 – поляризатор;
- 7, 10 (10') – фотоприемники; 8 (8') – образцы;
- 9 – гониометр

Пучок света из источника 1 после прохождения монохроматора 2 и модулятора 3 (частота модуляции 72 Гц) фокусируется системой линз 4 на передней поверхности образца 8 (под углом падения θ_1), отражается от (или проходит сквозь) него и попадает на фотоприемник ФП-1 (10 или 10'), которым завершается основной измерительный канал. ФП-1 устанавливается под углом θ_2 к оптической оси. Перед образцом может находиться поляризатор 6 с произвольно задаваемым азимутом плоскости поляризации.

После системы линз установлен делитель 5, отраженная от которого часть потока регистрируется фотоприемником ФП-2 7, который завершает дополнительный канал (канал сравнения). Способ применения и преимущества такой двухканальной схемы описаны ниже.

В качестве ФП-1 и ФП-2 могут быть использованы различные фотоэлектрические преобразователи, подходящие по параметрам. Нами использовались фотоэлектронные умножители ФЭУ-100 (для спектрального интервала 200...800 нм) и ФЭУ-62 (для интервала 400...1200 нм).

В комплексе использован монохроматор серийного спектрофотометра СФ-4 со штатным осветителем, в котором установлены две лампы: галогенная лампа КГМ-12-100 для измерений в спектральном интервале 400...1200 нм и

газоразрядная водородная лампа для интервала 200...400 нм.

Основным механическим узлом комплекса является оригинальный механизм (далее – гониометр), обеспечивающий возможность автоматизированного независимого соосного вращения предметного столика с образцом и фотоприемника ФП-1. Сборочный чертеж гониометра приведен на рис. 2.

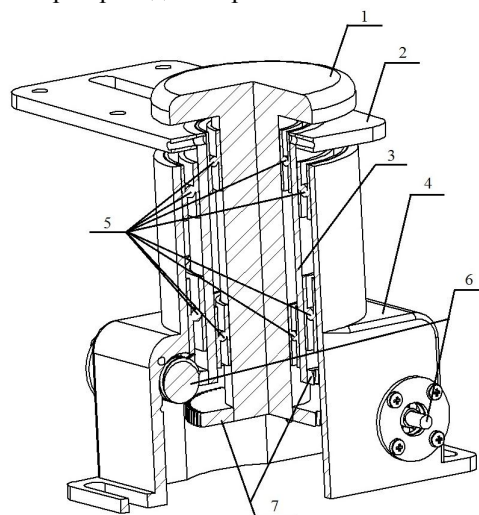


Рис. 2. Сборочный чертеж гониометра:

- 1 – предметный столик; 2 – алидада; 3 – стакан алидады; 4 – корпус гониометра; 5 – подшипники;
- 6 – червячные валы; 7 – колеса червячных валов

Держатель образца крепится на предметном столике 1 таким образом, что исследуемая поверхность (в положении 8 на рис. 1) находится на оси вращения столика, которая, в свою очередь, совпадает с осью вращения алидады 2. На алидаде крепится фотоприемник ФП-1. Предметный столик и алидада могут независимо вращаться с помощью червячных колес 7, червячные валы 6 которых выводятся за пределы корпуса 4 гониометра для подсоединения к шаговым двигателям.

Предметный столик снабжен механизмом поступательного перемещения держателя образца параллельно поверхности столика, что позволяет вводить/выводить образец в/из светового потока (см. положения образца 8 и 8' на рис. 1).

Конструкция гониометра позволяет произвольным образом автоматически независимо поворачивать фотоприемник ФП-1 и образец, что и обеспечивает возможность измерения всех тех параметров, о которых шла речь выше. Фактический наименьший угол θ_2 поворота ФП-1 (от оптической оси прибора), при котором приемник не перекрывает падающий поток, составляет менее 10° .

Кроме того, имеется возможность измерения спектра пропускания прозрачных образцов при произвольном угле падения света на образец и при произвольных поляризациях (т. е., фактически, угловые зависимости коэффициентов пропускания Френеля T_p и T_s).

При этом любой из перечисленных типов измерений реализуется путем задания нужной

программы управления экспериментом без изменений оптико-механической части установки.

2. МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

Спектральные измерения на созданной установке осуществляются за два прохода по спектру. Первый проход – это измерение интенсивности исходного сигнала без образца в основном канале (зависимость $I_0(\lambda)$). При этом ФП-1 разворачивается на 180° (положение «на просвет»), что соответствует позиции $10'$ на рис. 1. Второй проход – это измерение с образцом в измерительном канале (зависимость $I_1(\lambda)$).

Для измерения коэффициента зеркального отражения $R(\lambda)$ на угле падения θ ФП-1 разворачивается на угол 2θ , а поляризатор выводится из схемы, либо его плоскость поляризации устанавливается под 45° относительно плоскости падения. При этом искомое значение R (при фиксированной длине волны λ) вычисляется из выражения:

$$R = \frac{I_1}{I_0} \cdot 100\%.$$

При измерении коэффициентов Френеля R_p и R_s нужно выполнить те же действия, но с соответствующим образом установленным поляризатором.

Для измерения индикатрисы рассеяния фиксируются угол падения θ и длина волны λ , а угол поворота ФП-1 изменяется во всем допустимом диапазоне.

Для измерения коэффициента пропускания T образец вводится в световой поток (см. положение 8 на рис. 1), но ФП-1 остается в положении «на просвет» (см. положение $10'$ на рис. 1). Сам коэффициент T рассчитывается при этом аналогично коэффициенту отражения:

$$T = \frac{I_1'}{I_0} \cdot 100\%.$$

При таком методе измерения неизбежно присутствуют помехи двух типов: быстрые и медленные. К быстрым помехам можно отнести шумы приемника излучения, источников питания фотоприемников и источника света. Их влияние практически полностью убирается с помощью синхронного детектирования сигнала и временного усреднения измерений.

Медленные помехи могут быть связаны с пульсациями источника света, что особенно актуально при работе с газоразрядными источниками в ультрафиолетовой области спектра (которая наиболее интересна при исследовании металлов). Кроме того, высоковольтное питание фотоприемника может иметь некоторую переменную составляющую, которая при малых сигналах заметно повлияет на результат. Также в схеме могут возникать и другие источники медленных помех.

Для компенсации медленных помех в схеме используется дополнительный опорный измерительный канал. ФП-2 должен быть запитан от

того же источника питания, что и ФП-1. Тогда все медленные помехи будут регистрироваться фотоприемниками синфазно. Синфазная составляющая может быть убрана путем деления сигнала основного канала на сигнал опорного канала. Подробно методика измерений в двухканальном варианте изложена в работе [4]. Там же можно найти детальное исследование ее возможностей и особенностей.

3. СИСТЕМА АВТОМАТИЗАЦИИ И ОБРАБОТКИ СИГНАЛА

Комплекс как объект автоматизации представляет собой три органа управления (барaban длин волн монохроматора, предметный столик и алидада гониометра) и два фотодетектора (рис. 3).

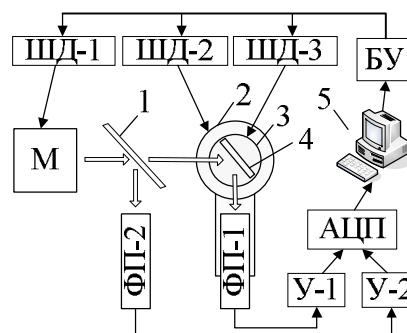


Рис. 3. Схема комплекса как объекта автоматизации: 1 – делитель; 2 – алидада; 3 – предметный столик; 4 – образец; 5 – компьютер; М – монохроматор; ФП-1 (2) – фотоприемники; У-1 (2) – измерительные усилители; БУ – блок управления двигателями; ШД-1 (2, 3) – шаговые двигатели; АЦП – аналогово-цифровой преобразователь

Автоматизация установки осуществляется следующим образом. На колеса червячных валов гониометра установлены шаговые двигатели ШД-1 и ШД-2, обеспечивающие точность позиционирования предметного столика и алидады не хуже $0,02^\circ$. Для автоматического изменения длины волны света на вал барабана длин волн монохроматора установлен ШД-3, обеспечивающий движение по спектру с шагом не хуже $0,5$ нм. Были использованы двигатели типа ДШИ-200-1.

Все ШД подключены к специально разработанному единому блоку управления (БУ), который, в свою очередь, управляется оператором с помощью компьютера.

Сигналы с обоих ФП поступают на входы преобразователей ток-напряжение [5], объединенных с измерительными усилителями (У-1(2)), и далее на входы двухканального аналогово-цифрового преобразователя (АЦП), данные с которого передаются в ПК для дальнейшей обработки. В качестве АЦП используется звуковая карта ПК. Это возможно благодаря тому, что все измеряемые величины являются относительными и не требуют абсолютной калибровки АЦП.

Для управления экспериментом было разработано специальное программное обеспечение, с помощью которого проводили измерение всех рассмотренных выше величин.

Созданная система автоматизации основана на универсальной программно-аппаратной платформе, предназначенной для автоматизации лабораторного эксперимента [6].

Первая стадия обработки оцифрованного сигнала состоит в устранении влияния внешнего освещения, темнового тока фотоприемников и других шумовых компонент. Для этого сигнал проходит процедуру программного синхронного детектирования, которая также является функцией использованной программно-аппаратной платформы. Качество работы синхронного детектора позволяет проводить измерения при включенном внешнем освещении без какой-либо светоизоляции. Также система регистрации позволяет уверенно разрешать сигналы, уровень которых сравним с темновым током ФЭУ.

4. АПРОБАЦИЯ И ТЕСТИРОВАНИЕ

Было проведено детальное тестирование установки в различных вариантах ее использования, которое показало, что его характеристики близки к ожидаемым.

К сожалению, спектры отражения металлических образцов не позволяют делать выводы об абсолютной точности измерений на основании сравнений со справочными данными, поскольку существенно зависят от целого ряда неконтролируемых факторов [7]. Тем не менее, видно (рис. 4), что экспериментальный спектр отражения молибдена и спектр, рассчитанный по справочным значениям оптических констант [8], качественно совпадают.

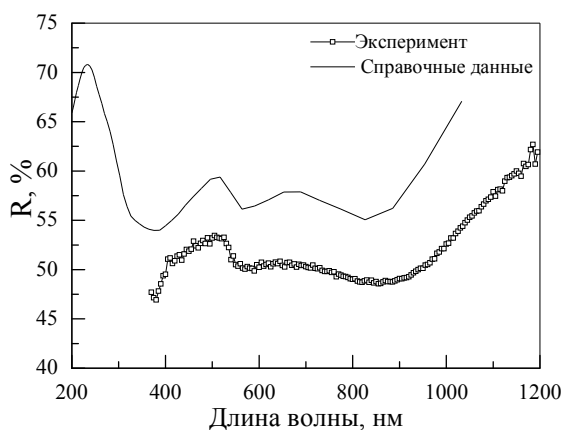


Рис. 4. Спектральная зависимость коэффициента отражения для Mo (110)

Чтобы количественно оценить точность измерений, была исследована пластина оптического стекла марки ЖЗС-18. Выбор именно этой марки стекла был обоснован тем, что она имеет весьма сложный спектр пропускания: есть как области пропускания, близкого к 100%, так и области с низким пропусканием. Кроме того, границы полос поглощения имеют большую крутизну. Все это

позволило протестировать прибор во всем динамическом диапазоне сигналов.

На рис. 5 показаны измеренные зависимости коэффициентов отражения $R_{exp}(\lambda)$ и пропускания $T_{exp}(\lambda)$ для данного стекла, а также справочные данные [9] (для удобства на графике приведено значение коэффициента отражения $R_{exp}(\lambda)$, умноженное на 10). Видно, что все особенности измеренных и справочных спектров совпадают, но измеренные значения пропускания несколько ниже, чем справочные. Это связано с тем, что в справочных данных не учтено отражение от задней стенки пластины. Для компенсации этого эффекта была также найдена сумма $R_{exp}(\lambda) + T_{exp}(\lambda)$. Как видно из рис. 5, эта величина совпала со справочным значением пропускания с погрешностью менее 2% во всем спектральном диапазоне.

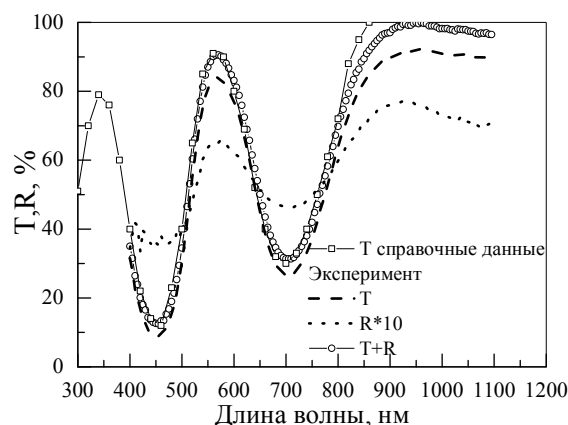


Рис. 5. Спектральные зависимости коэффициентов пропускания (T) и отражения (R) стекла ЖЗС-18

Для тестирования возможности угловых и поляризационных исследований были измерены угловые зависимости коэффициентов отражения Френеля $R_p(\theta)$ и $R_s(\theta)$ для стекла БС-12 на длине волны 550 нм (рис. 6). Качественно эти зависимости полностью соответствуют теоретическим представлениям: при малых углах $R_p(\theta)$ и $R_s(\theta)$ практически совпадают; $R_s(\theta)$ монотонно растет; $R_p(\theta)$ сначала убывает, проходит точку перегиба и минимум, после чего монотонно возрастает. Минимум зависимости $R_p(\theta)$ соответствует углу Брюстера (θ_{Br}) – важной характеристике прозрачных материалов, причем $tg \theta_{Br} = n$. Для более точного определения угла Брюстера зависимость $R_p(\theta)$ была аппроксимирована в окрестности минимума полиномом 3-й степени (см. врезку на рис. 6), а искомое значение θ_{Br} определялось как минимум этого полинома. Для стекла БС-12 найденное значение угла Брюстера составило $\theta_{Br} = 56,42^\circ$, что соответствует показателю преломления $n_{exp} = 1,506$. Справочное значение показателя преломления для

стекла БС-12 $n_{ref}=1,508$. Таким образом, ошибка составила $\sim 0,1\%$. Измерение угла Брюстера (или главного угла для поглощающих материалов) и соответственно определение показателя преломления прозрачных материалов являются одними из алгоритмов эксперимента, реализованных в программном обеспечении установки.

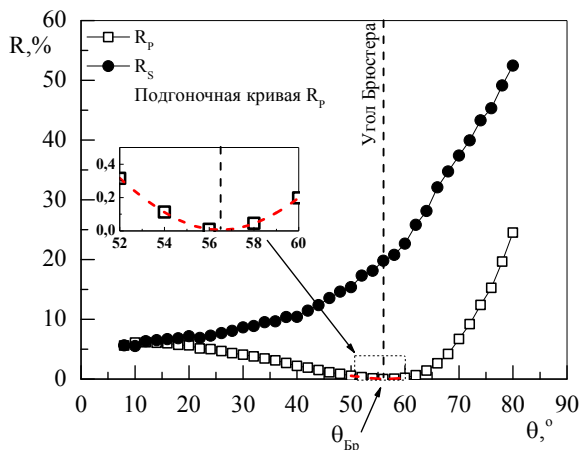


Рис. 6. Угловые зависимости коэффициентов Френеля R_p и R_s для стекла БС-12

Для тестирования прибора в режиме измерения индикатрисы рассеяния были исследованы образцы нержавеющей стали с различной поверхностной шероховатостью. Шероховатость формировалась путем распыления поверхности ионами Ag. На рис. 7 приведены результаты для исходной поверхности образца (SS-0) и двух образцов, облученных с различным флюенсом (SS-1 и SS-2), потеря массы для которых составила $\Delta m_1 = 14,0665$ мг и $\Delta m_2 = 14,382655$ мг соответственно. Образец с большей потерей массы имеет наибольшую шероховатость, а исходный – наименьшую.

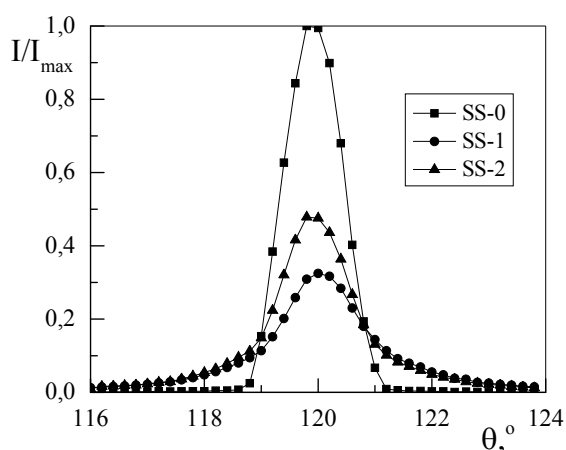


Рис. 7. Индикатрисы рассеяния образцов нержавеющей стали: SS-0 - исходный образец; SS-1 и SS-2 - образцы, распыленные плазмой Ar с различным флюенсом

Из рис. 7 видно, что индикатрисы рассеяния более шероховатых поверхностей имеют более широкое и низкое распределение, что полностью соответствует теоретическим представлениям.

Привлечение теории рассеяния света шероховатыми поверхностями позволяет по таким данным получать количественную информацию о характере шероховатости [10].

ВЫВОДЫ

Создан и протестирован многофункциональный спектральный комплекс для исследования различных оптических характеристик материалов в диапазоне длин волн от среднего УФ до ближнего ИК. Набор экспериментальных данных, который позволяет получать созданный комплекс, может быть использован для исследования ранних стадий радиационных преобразований в металлах и сплавах. Особенно эффективным может быть его применение вместе с эллипсометрической методикой.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. A.I. Belyaeva, A.A. Galuza, V.F. Klepikov, V.V. Litvinenko, A.G. Ponomarev, M.A. Sagajdachny, K.A. Slatin, V.V. Uvarov, V.T. Uvarov. Spectral ellipsometric complex for early diagnostics of metal and alloy transformations // *Problems of Atomic Science and Technology. Series "Physics of Radiation Effect and Radiation Materials Science"*. 2009, v. 93, №2, p. 191-197.
2. V.S. Voitsenya, A.F. Bardamid, A.I. Belyaeva, V.N. Bondarenko, A.A. Galuza, V.G. Konovalov, I.V. Ryzhkov, A.A. Savchenko, A.N. Shapoval, A.F. Shtan', S.I. Solodovchenko, K.I. Yakimov. Modification of optical characteristics of metallic amorphous mirrors under ion bombardment // *Plasma Devices and Operations*. 2009, v. 17, №2, p. 144-154.
3. A.I. Belyaeva, A.A. Galuza, I.V. Kolenov, V.G. Konovalov, A.A. Savchenko, O.A. Skorik. Effect of sputtering on the samples of ITER-grade tungsten preliminarily irradiated by tungsten ions: optical investigations // *The Physics of Metals and Metallography*. 2013, v. 114, №8, p. 703-713.
4. А.А. Галуза, А.И. Галуза. Широкодиапазонный многоугловой автоматизированный спектрофотометр-рефлектометр // *Ученые записки Таврического национального университета*. 2008, т. 21(60), №1, с. 19-26.
5. P. Horowitz, W. Hill. *The art of electronics*. New York: Cambridge University Press, 1989, 1134 p.
6. А.А. Галуза, И.В. Коленов, А.И. Беляева. Программно-аппаратная платформа для разработки систем автоматизации лабораторного эксперимента // *Восточно-Европейский журнал передовых технологий*. 2013, №5/9 (65), с. 11-16.
7. Б.М. Комраков, Б.А. Шапочкин. *Измерение параметров оптических покрытий*. М.: «Машиностроение», 1986, с. 136.
8. E. Palik. *Handbook of optical constants of solids*. New York: Academic Press, Inc., 1985.
9. ГОСТ 9411-91. *Стекло оптическое цветное. Технические условия*. М.: Изд-во стандартов, 1991, 49 с.
10. А.С. Топорец. *Оптика шероховатой поверхности*. Л.: «Машиностроение», 1988, 191 с.

Статья поступила в редакцию 16.01.2014 г.

БАГАТОФУНКЦІОНАЛЬНИЙ ОПТИЧНИЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ ДОСЛІДЖЕННЯ РАДІАЦІЙНИХ ПЕРЕТВОРЕНЬ НА ПОВЕРХНІ МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ

A.I. Беляєва, O.A. Галуза, I.V. Коленов, A.O. Савченко

Розроблено та реалізовано багатофункціональний оптичний комплекс для дослідження радіаційних перетворень на поверхні металів і сплавів, а також оптичних характеристик прозорих тіл. Обґрунтовано схему комплексу та наведено результати його тестування.

MULTIPURPOSE OPTICAL SETUP FOR STUDYING RADIATION-INDUCED TRANSFORMATIONS OF METALS AND ALLOYS SURFACE

A.I. Belyaeva, A.A. Galuza, I.V. Kolenov, A.A. Savchenko

A multipurpose optical setup for studying radiation-induced transformations of metals and alloys surface and optical properties of transparent objects is developed and created. The setup scheme is justified and the results of its verification are given.