

НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК УКРАИНЫ  
ИСТИТУТ ПРИКЛАДНОЙ ФИЗИКИ

На правах рукописи

**Романенко Александр Викторович**

УДК 537.533.3

**Формирование ионного микропучка для исследования  
радиационно-стимулированной миграции примеси в  
твердом теле**

01.04.20 — физика пучков заряженных частиц

Диссертация на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель  
**Пономарев Александр Георгиевич**  
доктор физико-математических наук, старший научный сотрудник

Сумы — 2016

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>Перечень условных сокращений</b>	<b>4</b>
<b>Введение</b>	<b>5</b>
<b>Раздел 1. Применение ускоренных пучков ионов для исследования радиационной прочности материалов</b>	<b>13</b>
1.1. Экспериментальные установки для имитации радиационных повреждений материалов . . . . .	13
1.2. Исследования радиационных эффектов с применением пучков ускоренных ионов . . . . .	20
1.3. Методы формирования пучков ионов для облучения материалов . . . . .	28
1.4. Выводы к разделу 1 . . . . .	33
<b>Раздел 2. Методы моделирования формирования пучка в магнитных квадрупольных ЗФС</b>	<b>35</b>
2.1. Поля в МКЛ . . . . .	36
2.2. Движение заряженных частиц в МКЛ . . . . .	43
2.3. Метод оптимизации процесса формирования микрозонда . . .	48
2.4. Формирование микрозонда с высокой плотностью тока с использованием мультиплетов МКЛ . . . . .	56
2.5. Выводы к разделу 2 . . . . .	61
<b>Раздел 3. Формирование микрозонда с равномерным распределением плотности тока</b>	<b>64</b>
3.1. Получение параметров распределения ионов пучка в фазовом пространстве . . . . .	65

3.2. Методы определения распределения плотности тока на мишени	75
3.2.1. Интегральный метод определения распределения плотности тока . . . . .	75
3.2.2. Метод определения распределения плотности тока, основанный на многочастичном представлении пучка	80
3.3. Экспериментальные результаты получения микрозонда с распределением плотности тока близким к равномерному . .	82
3.4. Выводы к разделу 3 . . . . .	91
<b>Раздел 4. Оптимизация параметров ионных пучков для исследования радиационно-стимулированной миграции примеси в твердом теле</b>	<b>94</b>
4.1. Сохранение размеров сфокусированного пучка при изменении его энергии . . . . .	94
4.2. ЯСМЗ как инструмент исследования стимулированной миграции примеси в твердых телах . . . . .	103
4.2.1. Исследование сегрегации примеси в конструкционном материале . . . . .	106
4.2.2. Использование ЯСМЗ для контроля качества подготавливаемых образцов в задачах радиационно-стимулированной миграции примеси . .	108
4.3. Выводы к разделу 4 . . . . .	113
<b>Общие выводы</b>	<b>115</b>
<b>Список использованных источников</b>	<b>117</b>
<b>Приложение</b>	<b>136</b>

## ПЕРЕЧЕНЬ УСЛОВНЫХ СОКРАЩЕНИЙ

FWHM	— Full Width at Half Maximum
PIXE	— particle induced X-ray emission
ВЭЭ	— вторичная электронная эмиссия
ЗФС	— зондоформирующая система
МКЛ	— магнитная квадрупольная линза
ПЭМ	— просвечивающий электронный микроскоп
РСС	— радиационно-стимулированная сегрегация
ЯСМЗ	— ядерный сканирующий микрозонд

## ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время оборудование и установки, которые являются источниками ионизирующего излучения, широко применяются в таких областях как атомная энергетика, медицина, наука. Уже в начале ядерной эры стало понятно, что ионизирующее излучение может существенно изменять характеристики материалов. Этот факт приводит к большим проблемам, затрагивающим срок службы конструкций, развитие и надежность традиционных и новых перспективных ядерных установок. Передовые идеи создания новых поколений ядерных реакторов на быстрых нейтронах, а также термоядерных реакторов сталкиваются с большими трудностями выбора конструкционных материалов способных выдерживать сочетание облучения, температуры, длительного срока службы, механических нагрузок и т.д. Те же самые проблемы касаются и установок производящих медицинские изотопы. С целью улучшить безопасность и эффективность ядерных установок и их дальнейшего развития необходимо углубить изучение о природе радиационного повреждения в материалах и происходящие фундаментальные процессы, а также накопить экспериментальные данные о деградации материала под облучением с целью создания новых материалов способных выдерживать предъявляемые эксплуатационные нагрузки.

**Актуальность темы.** Под воздействием ионизирующего излучения в материале формируется большое количество дефектов, которые вызывают рост диффузионных и сегрегационных процессов. Так, например, возникновение в полупроводниках вакансий стимулирует диффузию легирующих примесей, изменяя тем самым электрические

характеристики изделия. В сплавах на основе металлов в результате радиационно-стимулированной сегрегации (РСС) на границах зерен повышается концентрация одних элементов и одновременно с этим протекает противоположный процесс для других элементов. Таким образом, радиационные-стимулированные процессы вызывают миграцию примесных атомов в облучаемом образце, в результате чего меняются свойства материала. В связи с этим необходимо разрабатывать установки и методы, позволяющие наблюдать перераспределение примеси в материалах под действием облучения на ранних этапах. Такие экспериментальные работы дадут возможность верифицировать имеющиеся теории радиационно-стимулированной миграции примеси, а также могут помочь в разработке новой теории касающейся данного явления.

Одним из методов, которые способны обнаружить изменение в структуре образца является микроанализ на ионных пучках. Преимущество использования ионных пучков в таких задачах обусловлено рекордной чувствительностью некоторых ядерно-физических методов, которая недостижима для электронных пучков. Так, например, метод particle induced X-ray emission (PIXE) имеет чувствительность на уровне 1 ppm (part per million), что на два порядка лучше, чем у растрового электронного микроскопа с энергодисперсионным спектрометром. Глубина проникновения легких ионов МэВ-ных энергий достигает десятки мкм, позволяя исследовать толстые мишени, которые наиболее точно соответствуют реальным образцам. Ядерные сканирующие микрозонды (ЯСМЗ) использующие сфокусированные ионные пучки позволяют получать карты распределения химических элементов. Таким образом, создав условия для облучения мишеней на установке ЯСМЗ, появляется возможность исследовать миграцию примеси в режиме *in situ*. Однако принципы формирования пучков, используемые для микроанализа и создания трехмерных структур в протонно-лучевой литографии, являются

не оптимальными для задач облучения материалов. В первом случае все усилия направлены на получение зонда минимальных размеров, тогда как во втором случае целью является получение равномерно распределенных по площади и глубине дефектов в выбранной области образца за минимальное время. Внесение равномерной по площади дозы облучения обычно достигают за счет процедуры сканирования заданной области мишени. Это увеличивает время облучения и снижает эффективность использования сфокусированных пучков. Поскольку концентрация генерируемых дефектов прямо пропорциональна энергии передаваемой пучком мишени, то ее максимальная величина будет располагаться в конце пути ионов, в области Бреговского пика. В связи с этим для получения равномерно распределенных дефектов по глубине необходимо изменять энергию падающих ионов с сохранением размеров пучка на мишени. Для этих целей используют калиброванные микрометрические сетки, которые смещают в позицию мишени каждый раз при смене энергии пучка. Такой метод не всегда приемлемый в задачах облучения. Поэтому проведение исследований по формированию ионных пучков пригодных для использования в задачах радиационно-стимулированной миграции примеси является актуальным как с научной, так и с практической точек зрения.

**Связь работы с научными программами, планами, темами.**  
Диссертационная работа выполнена в отделе физики пучков заряженных частиц Института прикладной физики (ИПФ) НАН Украины и является частью работ, которые проводились согласно проектам: „Розроблення методик та проведення досліджень радіаційно-індукованої еволюції мікроструктури і складу реакторних матеріалів з застосуванням ядерного скануючого мікрозонду“ (№ гос. регистр. 0109U004796) (2009–2010 гг.); „Розроблення установки протонної літографії з субмікронною роздільною здатністю“ (№ гос. регистр. 0110U004115) (2010–2012 гг.); „Формування

прецізійних іонних пучків МeВ-них енергій в режимах високої густини струму та поодиноких іонів“ (№ гос. регистр. 0111U010610) (2012–2016 гг.)

**Цель исследования** состоит в том, чтобы на основании проведенных теоретических и экспериментальных работ найти условия формирования ионного микрозонда обладающего оптимальными параметрами для облучения материалов в задачах радиационно-стимулированной миграции примесей в твердом теле.

Достижение поставленной цели предусматривает решение следующих задач:

- проведение анализа зондоформирующей системы (ЗФС) на базе мультиплетов магнитных квадрупольных линз (МКЛ) обеспечивающие максимальную плотность тока ионного пучка на мишени;
- усовершенствование интегрального метода позволяющего получить распределение частиц в макропучке и определить приосевую яркость пучка ионов;
- проведение численного моделирования по формированию сфокусированного пучка ионов с равномерным распределением плотности тока в плоскости мишени с учетом неравномерного распределения частиц в пучке на входе ЗФС;
- проведение экспериментальной проверки полученных теоретических результатов;
- разработка подхода позволяющего сохранять размеры сфокусированного пучка при изменении энергии без необходимости смещения облучаемого образца;
- экспериментальное исследование качества подготавливаемых образцов для задач радиационно-стимулированной миграции примеси.

*Объект исследования* — процессы формирования сфокусированных пучков заряженных частиц МэВ-ных энергий в квадрупольных ЗФС в режимах высокой плотности тока.

*Предметом исследования* является плотность тока и ее распределение в сфокусированном пучке на мишени.

#### *Методы исследования:*

- метод матрицантов для решения нелинейных траекторных уравнений движения пучка в поле МКЛ;
- метод оптимизации ионно-оптических параметров ЗФС, основанный на критерии максимального приведенного аксептанса;
- метод оптимизации параметров сфокусированного пучка;
- метод математической подгонки Левенберга-Марквардта;
- методы регистрации продуктов взаимодействия частиц пучка с атомами мишени.

#### **Научная новизна полученных результатов.**

1. Усовершенствован интегральный метод определения распределения яркости пучка на входе в ЗФС позволяющий определить параметры распределения не только в приосевой области, но и во всем пучке, и рассчитать приосевую яркость макропучка.
2. Разработан новый подход по фокусировке пучка в режиме больших токов с равномерным распределением плотности тока в плоскости мишени. Получены теоретические профили выхода вторичной электронной эмиссии (ВЭЭ) при сканировании таким пучком мишени ножевого типа. Экспериментально доказана состоятельность разработанного подхода с помощью сравнения экспериментальных профилей выхода ВЭЭ с теоретическими.
3. Установлено, что плотность тока, выраженная через приведенный колимированный аксептанс, для ЗФС на базе триплета и

распределенного «русского квадруплета» МКЛ имеет выраженные максимумы величина которых зависит от рабочего расстояния и размеров зонда на мишени, тогда как для ЗФС на базе дублета МКЛ величина максимума ограничена радиусом ионопровода на участке МКЛ.

4. Впервые разработан подход, позволяющий сохранять размеры сфокусированного ионного зонда при изменении энергии пучка без смещения облучаемого образца.

**Практическое значение полученных результатов.** Проведенные исследования позволяют оптимизировать экспериментальные работы по изучению влияния облучения на изменение свойств материалов. Результаты работы позволяют сократить время облучения, задавать область облучения с микронной точностью, создавать распределенные дефекты по глубине в области зерен микронных размеров, а также наблюдать перераспределение элементов в материале в процессе облучения в режиме реального времени. Разработанные методы формирования сфокусированных пучков ионов в режиме высоких токов могут быть использованы во всех лабораториях мира занимающихся микроанализом на ионных пучках с целью внедрения новых исследований связанных с облучением материалов. Предложенный новый метод получения распределения частиц позволяет получать параметры распределения и приосевую яркость макропучка, которые могут быть использованы для количественного сравнения характеристик пучка ионно-пучковых установок.

**Личный вклад соискателя.** Результаты, изложенные в диссертационной работе, получены соискателем самостоятельно или при его непосредственном участии. В работах, опубликованных в соавторстве, соискатель принимал участие в теоретических расчетах и самостоятельно проводил экспериментальные исследования. В работах [1–3] автор

провел численное моделирование для нахождения параметров ЗФС позволяющих получить сфокусированный пучок на мишени с равномерным распределением плотности тока, а также провел экспериментальные работы по апробации полученных результатов. В этих же работах автором была проведена экспериментальная проверка усовершенствованного метода, позволяющего определять параметры распределения частиц в макропучке и его приосевую яркость. В работах [4, 5] диссертант совместно с научным руководителем разработал подход позволяющий выполнять перефокусировку пучка ионов при изменении энергии с сохранением размера зонда без необходимости смещения облучаемого образца. В работе [6], выполнив теоретические расчеты, соискатель установил зависимость плотности тока, выраженную через приведенный коллимированный акцептанс, от размеров пучка на мишени для ЗФС на базе дублета, триплета и распределенного «русского квадруплета» МКЛ для разных рабочих расстояний и провел сравнительный анализ полученных результатов. В работе [7] автор подготовил образцы для изучения радиационно-стимулированной миграции примеси на границах зерен и провел эксперименты по распределению химических элементов как в самом конструкционном материале, так и в осажденной пленке серы на его поверхности. В работах [8–12] диссертант принимал участие в экспериментальных работах. В работе [13] соискателем рассчитаны параметры ЗФС на базе распределенного «русского квадруплета» МКЛ запитанных от двух источников питания.

**Апробация результатов диссертации.** Основные результаты работы докладывались на следующих международных и национальных конференциях и семинарах: 3 Международной конференции по современным вопросам в ядерной физике и атомной энергетике, 2010 г. Украина; 12, 13, 14 Международных конференциях по технологии и

применению ядерных микрозондов (ICNMTA), 2010 г. Германия, 2012 г. Португалия, 2014 г. Италия; XIX Международной конференции по физике радиационных явлений и радиационному материаловедению, 2010 г. Украина; IX Международной конференция по взаимодействию излучения с твердым телом, 2011 г. Беларусь; X и XII Конференциях по физике высоких энергий, ядерной физике и ускорителям, 2012 и 2014 гг. Украина; XII Международном семинаре по плазменной электронике и новым методам ускорения, 2013, 2015 гг. Украина.

**Публикации.** Основные результаты диссертации изложены в 13 работах, из которых 5 статей — в специализированных журналах [1,3,5–7], входящих в перечень ГАК МОН Украины, 6 тезисов докладов [2,4,8,9,12,13] и 2 статьи в сборниках научных трудов конференций [10,11].

# РАЗДЕЛ 1

## **ПРИМЕНЕНИЕ УСКОРЕННЫХ ПУЧКОВ ИОНОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ РАДИАЦИОННОЙ ПРОЧНОСТИ МАТЕРИАЛОВ**

### **1.1. Экспериментальные установки для имитации радиационных повреждений материалов**

Конструкционные материалы под действием облучения испытывают структурные превращения, оказывающие отрицательное влияние в первую очередь на механические свойства и коррозионную стойкость. Облучение приводит к следующим изменениям характеристик материалов: упрочнению, низко- и высокотемпературному радиационному охрупчиванию, радиационной ползучести, радиационному росту и радиационному распуханию и т.д. Именно эти характеристики наряду с коррозионной стойкостью являются приоритетными при оценке и сравнении различных конструкционных материалов. При разработке новых материалов главной задачей является достижение минимального или допустимого изменения этих характеристик с целью обеспечения требуемой надежности и долговечности элементов конструкции [14]. Ранее исследование радиационной стойкости материалов осуществлялось главным образом на исследовательских или действующих ядерных энергетических установках, что вызывало большие финансовые трудозатраты и длительное время проведения работ. Огромную проблему представляла наведенная радиоактивность получаемых образцов, которая затрудняла дальнейшее исследование с использованием стандартного инструментария. В связи с этим, поиску и созданию установок способных имитировать результат облучения схожего с реакторным уделялось особое

внимание. Так уже в 1976 г. была проведена конференция [15], полностью посвященная вопросам возможности имитации нейтронного повреждения материалов с помощью ионного облучения. А за ней последовали и научные работы [16–18], в которых была показана целесообразность использования ионного облучения для рассмотрения генерации первично выбитых атомов мишени в результате нейтронной бомбардировки. Эти обстоятельства способствовали быстрому использованию ускорителей заряженных частиц в качестве установок для исследования радиационных явлений. Облучение ионными пучками с использованием ускорителей заряженных частиц является более эффективной по затратам альтернативой в сравнении с испытательным реактором. Такой способ облучения дает возможность ускорить изучение радиационного повреждения материалов, позволяя исследователям выяснить фундаментальные причины процессов разрушения и оценить изменение свойств вызванных облучением. К преимуществам использования ускорителей можно отнести и их большое распространение по всему миру. В тоже время испытательных реакторов в мире крайне мало. Так, например, в США имеется всего два испытательных реактора используемых для накопления радиационных повреждений [19]. При этом их максимальная производительность находится на уровне 8 сна/год. Доступные в мире реакторы могут обеспечить 20 сна/год и лишь один способен дать 55 сна/год [20], из-за чего набор больших доз является трудоемким и весьма дорогим. Поскольку испытательные реакторы не могут позволить создавать радиационные повреждения значительно быстрее, чем коммерческие, возникает ситуация при которой невозможно предугадать все нюансы в поведении новых конструкционных материалов используемых в коммерческих реакторах, а следовательно скрытые проблемы решаются не заранее, а уже по факту произошедшего.

У ионного облучения существует ряд преимуществ. Скорость набора дозы может быть на 4 порядка больше чем при облучении в реакторе. Так

как обработанные образцы имеют малую (в случае высокоэнергетических протонов) или нулевую радиоактивность уменьшается стоимость снятия характеристик после облучения. Контроль параметров эксперимента по ионному облучению (температуры, скорости повреждения, степени повреждения) намного лучше, чем при облучении в реакторе и разрушение можно наблюдать в режиме *in situ*. Однако идея использовать ионное облучение взамен нейтронному относительно нова и для достижения успеха требуется как высокая степень контроля эксперимента, так и систематический подход для учета разности облучения между реакторным и основанном на ускорителях заряженных частиц.

Установки для проведения имитационных экспериментов на основе ионного облучения можно разделить по количеству используемых одновременно пучков: одно-, двух- и трехпучковые. Трехпучковые установки в литературе часто именуют многопучковыми или мультипучковыми. Чаще всего в однопучковых установках используют электростатические ускорители как одноконечного так и перезарядного типов. Такой выбор связан с простотой конструкции и их относительно компактными размерами. Они позволяют получать пучки различных сортов ионов от водорода до висмута с энергией от десятых до десятков МэВ. Обычно установку по облучению создают на базе уже работающего ускорительного комплекса [21–24], который задействован в задачах анализа материалов. Несмотря на то, что принципиальных ограничений использования имеющихся аналитических каналов для задач облучения нет, в мировой практике лаборатории все же предпочитают строить отдельный канал для этих целей. Чаще всего это обусловлено особенностями камеры взаимодействия. В задачах облучения привычным требованием является соблюдения температурного режима облучаемой мишени. В связи с этим камера взаимодействия оборудована системами нагревания и охлаждения мишени. Для пребывания мишени в повышенном температурном режиме

обычно используются электронагревательные элементы, но в некоторых установках — инфракрасные нагреватели, которые могут обеспечить температуру образца в 1500°C [25, 26]. Для охлаждения мишени используют охлаждающий контур в котором в качестве рабочей жидкости может использоваться азот [27]. Таким образом, образец может пребывать в широком интервале температур. Мониторинг температуры осуществляется либо с помощью набора термопар припаянных к поверхности образца вблизи облучаемой области, либо пиromетра [22, 28]. Размеры пучка в таких установках чаще всего задаются коллиматорами, поэтому его типичные значения находятся на уровне единиц миллиметров. Стоит отметить, что хотя большинство авторов и указывают на преимущество использования ионов для быстрого набора желаемой дозы, количество работ по увеличению скорости набора за счет повышения плотность тока самого ионного пучка крайне мало. Так использование фокусирующих систем в таких установках приведено в [22].

В тех задачах, где нужно избежать влияния окружающей среды на облученный образец, которое всегда присутствует при перемещении образца из одной установки в другую, а также для проведения *in situ* исследований, камеру взаимодействия оснащают дополнительным оборудованием. Чаще всего им является просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ). Впервые использовать электронный микроскоп для наблюдения изменений материала в процессе облучения ионным пучком начали в Харуэлле, Англия [29]. В дальнейшем такой подход начали применять и другие лаборатории [30–34]. На сегодняшний день это общепринятая практика [21, 35, 36]. Таким образом, при облучении участка образца в несколько миллиметров, анализу подвергаются области, которые не превышают микронных размеров. Несмотря на это, микрооблучение высокоэнергетическими ионами применяется лишь для облучения биологических образцов [37, 38] и литографии [39, 40].

Существуют и другие методы исследования позволяющие проводить *in situ* анализ. К ним относятся вольт-амперный анализ [41, 42], рентгеноструктурный анализ [43], рамановская спектроскопия [44], пьезоспектроскопия [45]. В тоже время микроанализ с использованием ионно-пучковых методов применяется редко [46–48], несмотря на свои преимущества. Например, с помощью ионно-пучковых методов можно использовать для анализа пучок, задействованный в облучении. К тому же высокая чувствительность такого метода как PIXE позволяет наблюдать радиационно-стимулированную миграцию примеси в материале на ранней стадии.

К особенностям однопучковых установок можно отнести возможность изучения влияния конкретного вида повреждения на поведение материала. Так при использовании легких ионов водорода или гелия в образце генерируются устойчивые точечные дефекты. В случае взаимодействия тяжелых ионов с мишенью, формируются кластеры. Несмотря на свою простоту, однопучковые установки могут использоваться и для имитации радиационного повреждения материалов в реакторе. В работе [19] авторы используют пучки ионов  $\text{Fe}^{2+}$  энергией 5 МэВ созданных tandemным ускорителем для моделирования повреждений ферритно-мартенситного сплава HT9 (Fe-12Cr-1Mo), возникших в реакторных условиях (продолжительность облучения в реакторе — август 1985 – март 1992 гг.). С целью имитации трансмутаций, которые возникают в реакторных условиях, образец подвергался предварительной обработке. В него имплантировали ионы Не с равномерным распределением по глубине с помощью изменения энергии пучка. Сравнение полученных результатов показало хорошую согласованность между имитационным и реакторным облучениями. Однако такое последовательное облучение не позволяет изучить синергетические эффекты, которые могут иметь место в реальных реакторах.

Для исследования влияния газов, которые образуются в результате ядерных реакций трансмутаций, возникает необходимость одновременного облучения материалов ионами металлов, содержащихся в матрице исследуемого материала, гелия и водорода. Первая трехпучковая установка для одновременного облучения материалов тремя сортами ионов была создана в Окриджской национальной лаборатории, США [49] и работала с середины 80-х годов до конца 90-х годов. Установка состояла из трех ускорителей типа Ван де Граафф. Первый ускоритель с максимальным напряжением на кондукторе 5 МВ использовался для создания ускоренных ионов металла. Второй на 400 кВ и третий на 2,5 МВ были подобны между собой и могли ускорять ионы  $H^+$ ,  $He^+$ ,  $B^+$ ,  $CH^{4+}$ ,  $N^+$ ,  $O^+$  и  $F^+$ . Все три пучка сводились в камеру взаимодействия, в которой крепились образцы. Мишени могли нагреваться до  $800^\circ C$  с помощью электронной пушки триодного типа. Ионы попадали в камеру в одной плоскости из трех разных входов под углом  $15^\circ$  между соседними пучками. Остальные входы служили для подсветки и визуального наблюдения. Для облучения брались тонкие образцы, которые в дальнейшем исследовались с помощью ПЭМ. Сзади образцов имелись цилиндры Фарадея, расположенные на оси каждого из пучков. Они измеряли ток пучка прошедшего насекомый мишени, благодаря чему можно было контролировать дозу облучения в режиме реального времени. Все нынешние мультипучковые установки опираются на опыт этой первой установки. В наши дни в США эксплуатируется двухпучковая установка, расположенная в Лос-Аламосской национальной лаборатории [50].

Во Франции в проекте JANNUS созданного для мультиоблучения материалов вовлечены две независимые ионно-пучковые установки: установка для тройного облучения в Сакле и двухпучковая установка, объединенная с ПЭМ в Орсе [51–53]. Установка в Орсе состоит из ускорителя типа Ван де Граафф с максимальным напряжением на кондукторе 2 МВ и ионного имплантера с максимальным ускоряющим

потенциалом 190 кВ. Для исследований в режиме реального времени используется 200 кВ ПЭМ. Данное оборудование используется для проведения *in situ* анализа структурных изменений материалов под облучением в одно- или двухпучковом режиме.

В Сакле установка состоит из 3 МВ PelletronTM позволяющего ускорять многозарядные ионы газов или летучих металлоорганических соединений, 2,5 МВ ускорителя Ван де Граафф (используется для ускорения протонов, дейtronов и ионов гелия-3, гелия-4) и 2 МВ Tandetron (ионы Cl, I, C, Si и металлические ионы). Пучки частиц из Pelletron и Tandetron входят в камеру в одной горизонтальной плоскости. Вход пучка от ускорителя Ван де Граафф расположен под ними таким образом, что все три входа образуют правильную треугольную пирамиду с углом между ребрами 15°. В каждом канале имеется поглотитель энергии в виде металлической фольги, используемый для получения однородного повреждения по глубине. Для контроля флюенса используются цилиндры Фарадея. Держатель образцов обеспечивает температурный режим мишней в интервале от жидкого азота до 850°C. Контроль температуры осуществляется термопарой вмонтированной в держатель образцов. На данной установке существует возможность синхронизировать пучки таким образом, чтобы они перекрывались во время сканирования. Данный комплекс специализируется на изучении поведения материалов ядерных реакторов в процессе облучения, а также для модификации материалов ионным пучком.

В обзорных работах [26, 54–56], посвященных мультипучковым установкам, показано, что практически во всех научных центрах, где ведутся имитационные эксперименты, требование одновременного облучения тремя пучками ионов удовлетворяется путем создания количества ускорителей, равное количеству сортов ионов с последующим сведением получаемых пучков на объекте облучения. Однако существуют

и нетрадиционные установки. Так в ННЦ ХФТИ было разработано устройство, которое обеспечивает облучение с использованием одной ускорительной трубы (рис. 1.1) [57]. Установка позволяет использовать пучки ионов металлов с энергией 0,3–1,8 МэВ и плотностью тока 1–40 мкА/см<sup>2</sup>, а также гелия и водорода — 0,1–60 кэВ, 1–500 нА/см<sup>2</sup>. Скорость создания дефектов находится в интервале от  $10^{-5}$  до  $10^{-2}$  сна/с. Камера взаимодействия спроектирована с учетом возможности нагревания образца до 800°C. Данная установка позволяет набирать дозу в 100 сна всего за 3 часа. Такое конструкторское решение позволяет снизить стоимость как самого комплекса, так и работ по облучению.

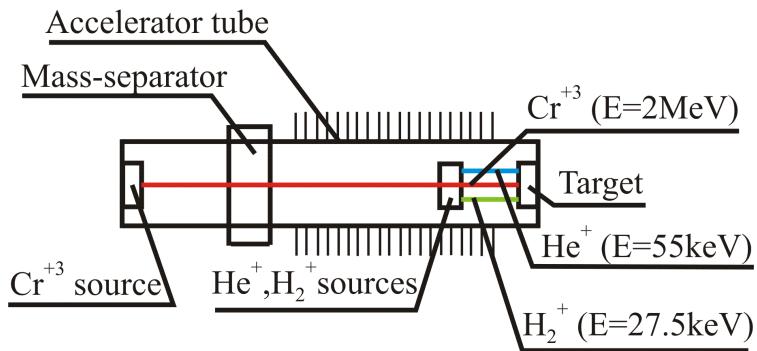


Рис. 1.1. Схема устройства разработанного группой Харьковских исследователей

## 1.2. Исследования радиационных эффектов с применением пучков ускоренных ионов

Основными механизмами деградации и размерной нестабильности материалов в процессе облучения являются смещения атомов в решётке; их последующая миграция и кластеризация; участие в процессах сегрегации и трансмутационные эффекты [58]. Ранее эту проблему решали в основном на исследовательских или действующих ядерных энергетических установках, что вызывало большие финансовые затраты и требовало

огромный период времени (до нескольких лет). В наши дни в качестве некоторой альтернативы таких исследований все чаще выступает облучение материалов на ускорителях. При этом важно учесть, что мощность дозы облучения сильно зависит от сорта частиц, поскольку формирование каскада дефектов значительно отличается для разных видов частиц.

Для компенсации влияния мощности дозы на результат облучения Мансур (L.K. Mansur) разработал модель, которая основывается на скорректированной температуре облучения [59, 60]. Авторы работы [61] использовали данную теорию для сравнения результатов облучения ионным и нейтронным пучками двух марок нержавеющей стали (304 и 316). В качестве последствий взаимодействия частиц с веществом рассматривались РСС, радиационное упрочнение, изменение микроструктуры и радиационно усиленное коррозионное растрескивание. Мишени представляли собою массивные образцы толщиной 4 и 1,5 мм. Для ионного облучения использовались протоны энергией 3,2 МэВ. Выбор данного сорта ионов авторы объясняют большой глубиной проникновения и близкой к равномерной генерации повреждений вдоль первых 35 мкм пути (при общей длине 40 мкм). Для сравнения набирались дозы в диапазоне от 1 до 5 сна. Мощность дозы составляла  $10^{-6}$  и  $10^{-8}$  сна/с для протонного и нейтронного пучков соответственно. Температура материала при облучении нейтронным пучком составляла 270–284°C. Для компенсации разницы в мощности дозы во время протонного облучения образец нагревали до 360°C. Анализ образцов осуществлялся растровым ПЭМ с энергодисперсионным спектрометром и твердомером Виккерса. В результате было показано что обогащение или обеднение границ зерен присутствующими химическими элементами сравнимо для обоих излучений во всем интервале дозы облучения. Распределение размеров петель Франка очень хорошо согласуются при малых дозах. Образование полостей не наблюдается в обоих случаях, а величина упрочнения также как и ее зависимость

от дозы облучения приблизительно одинаковы для двух сортов частиц. Таким образом, результаты имитационного облучения хорошо согласуются с нейтронным.

Основой для всех наблюдаемых эффектов в материале в результате облучения служит диффузия и взаимодействие точечных дефектов. К наблюдаемым явлениям относятся: РСС, являющаяся прямым результатом радиационно-усиленной диффузии; зарождение и рост дислокационных петель и пор, а также скопление дефектов определяющие многие характеристики облученных сплавов; выделение фаз и их растворение. Именно на эти наблюдаемые эффекты направлены эксперименты по изучению радиационного воздействия на вещество.

Исследованию РСС примеси посвящены многочисленные работы [62–65]. В работе [66] показано, что РСС может приводить к повышению локальной концентрации растворенного вещества в сплаве, превышающей предел растворимости, в результате чего образуется новая фаза в виде химического соединения. В ней же было показано, что разница в размерах растворенных атомов играет главную роль определяющую величину и направление сегрегации. Это подтверждают и другие экспериментальные результаты [67–69]. В работе [70] авторы изучают, как размер зерен влияет на образование пустот под облучением. Для этих целей использовались три образца меди высокой чистоты (99,99%). Первый образец представлял собой монокристалл меди. Второй — поликристалл с размером зерна 20–30 мкм. Третий — поликристалл с зернами размером 15 нм. Облучения проводились 200 кэВ пучком Не при температуре мишени 450°C. Мощность дозы составляла  $2,8 \cdot 10^{-4}$  сна/с. Анализ облученных образцов, проведенный с помощью ПЭМ, показал, что в монокристалле меди формируются многочисленные пустоты. В поликристалле с микрометровыми размерами зерен пустоты образуются как в самих зернах, так и на их границах, причем вблизи границ зерен наблюдаются области, не имеющие пустот. Этую

особенность наблюдали и авторы работы [71]. В меди с нанометровыми зернами пустоты формируются преимущественно вдоль границ зерен. При этом общая концентрация и средний размер пустот меньше чем у двух предыдущих образцах.

Авторы работы [72], используя 2 МэВ пучки протонов, исследовали эволюцию микроструктуры стали. Они отмечают, что поведение дислокационных петель зависит от условий облучения. Так при постоянной температуре размер дислокационных петель и их концентрация растет с повышением дозы облучения. Если же исходить от постоянной дозы, то с ростом температуры размер дислокационных петель увеличивается, а их концентрация уменьшается. Эволюция микроструктуры во время облучения сильно зависит от предшествующей термообработки. Низкая температура отпуска стали дает меньше лист и большую концентрацию стоков, подавляя образование и рост дислокационных петель. Результаты работ хорошо согласуются с данными полученными нейтронным облучением [73–76].

Синергетические эффекты, которые могут проявляться в реакторных условиях изучают с помощью многопучкового ионного облучения. Большинство таких исследований направлено на изучение влияния образующихся газовых примесей на радиационное сопротивление материалов.

Бримбал (Daniel Brimbal) с коллегами исследовали зависимость порообразования в металлах от условий облучения. Для этого они использовали мультипучковую ионную установку. Проанализировав образцы ферритно-мартенситной стали (облучение до дозы в 26 сна одиночным (3 МэВ  $\text{Fe}^+$ ), двойным (3 МэВ  $\text{Fe}^+$  и 1,2 МэВ  $\text{He}^+$ ) и тройным (3 МэВ  $\text{Fe}^+$ , 1,2 МэВ  $\text{He}^+$  и 600 кэВ  $\text{H}^+$ ) пучками при температуре 400°C) [77], а также чистого и в сплаве с хромом железа (набор дозы 100 сна за счет 2 МэВ пучка  $\text{Fe}^+$  и дополнительно 2,5 и 25 сна за счет

2 МэВ пучка  $\text{He}^+$  в одно- и двухпучковом режиме при температуре 500°C) [78], они показали, что при небольших дозах облучения в отсутствии газовых примесей образование пор не наблюдается. Такую особенность ферритно-мартенситных сталей подтверждают и другие авторы [79, 80]. Однако при больших дозах (более сотни сна) поры все же могут зарождаться [79, 81]. При одновременном облучении двумя и тремя пучками образование пор происходит уже при небольших дозах. Причем присутствие водорода дополнительно увеличивает рост пор и распухание сплавов [82, 83].

Группа из ННЦ ХФТИ на протяжении долгого периода времени работает в области облучения материалов ионными пучками [71, 84–92]. Для быстрого набора требуемой дозы они используют пучки ионов Cr, Zr МэВ-ных энергий, при этом мощность дозы такова, что скорость генерации дефектов в их экспериментах обычно лежит в интервале  $10^{-3}$ – $10^{-1}$  сна/с. Поскольку анализ облученных материалов в основном производится с помощью электронной микроскопии, то после облучения все образцы подвергаются дальнейшей обработки для получения мишеней в виде пленок. Ими было определено, что холодная обработка аустенитной стали содержащей большое количество марганца слабо влияет на ее распухание [84], а в случае чистого хрома и сплавов на его основе распухание мало зависит еще и от предварительной термообработки и легирования [86]. Сравнивая поведение аустенитной и ферритной сталей, И.М. Неклюдов с соавторами показывают, что эволюция дислокационной структуры при небольших дозах облучения (10–15 сна) в аустенитной стали намного ярче выражена, чем у ферритной [85]. Отличается и поведение РСС. В аустенитной стали накопление Ni и Si и обеднение Cr, Mo, Nb на стоках не зависит от типа самого стока, тогда как в ферритной стали в нейтральных стоках происходит обеднение Cr, а в селективных — его повышение. О.В. Бородин и его коллеги,

облучая 18Cr-10Ni-Ti сталь, применяемую в водо-водяных энергетических реакторах, дозами 5–100 сна показали, что с уменьшением мощности дозы облучения распухание начинается при более низких температурах [89]. При температурах меньших максимума распухания отожжённая нержавеющая сталь этой марки проявляет лучшее сопротивление к распуханию, чем в случае холодной обработки. Исследование с помощью одно-, двух- и трехпучкового облучения ( $1,8 \text{ МэВ } \text{Cr}^{+3}$ ,  $40 \text{ кэВ } \text{He}^+$  и  $20 \text{ кэВ } \text{H}^+$ , температура  $480^\circ\text{C}$ ) проведенные Ю.Э. Куприяновой с коллегами показали, что водород и гелий, внедренные во время облучения в большом количестве могут увеличивать радиационное распухание ферритно-мартенситных сталей, причем водород имеет тенденцию к образованию меньшей концентрации, но больших пор по сравнению с гелием [93]. Это связанно, по мнению авторов, с большей подвижностью водорода и медленной диффузией гелия. В случае их одновременной имплантации, размер и концентрация зависят главным образом от гелия. Авторы предполагают, что водород аккумулируется в порах созданных гелием.

Пучки ускоренных ионов применяются в решении задач связанных с космонавтикой. Они помогают изучать влияние протонов, которые составляют 90% всех космических частиц на поведение электроники используемой в космических аппаратах и искать новые соединения материалов, проявляющие высокую резистивность к данному излучению. Авторы работ [94–96] исследовали влияние облучения протонами высоких энергий  $1\text{--}10 \text{ МэВ}$  на параметры структур «метал-диэлектрик-метал» на основе  $\text{ZnO}_x$  и  $\text{HfO}_x$ . Анализируя механизм электропроводности, было установлено, что разное начальное состояние активного слоя ReRAM приводит к разным радиационным эффектам [94]. Основной причиной работы ReRAM в режиме повышенного тока являются радиационно-созданные каналы утечки в оксидном слое. С помощью анализа шумов определено, что работа устройства в режиме пониженного

тока связана с радиационно-индуцированным захватом заряда. Облучение протонами вызывает значительное изменение рабочих напряжений и сопротивлений устройства, причем зависимость от дозы близка к линейной [96]. Также выявлено, что спустя 5 дней после облучения электрические свойства восстанавливаются.

Быстрые тяжелые ионы могут вызывать перемешивание атомов в различных типах интерфейсов: метал-оксид, оксид-кремний, метал-полупроводник и др. [97, 98]. В работе [46] исследовалась зависимость смешивания атомов интерфейсного соединения метал-диэлектрик от дозы облучения с помощью 200 МэВ пучка Хе. Системы Bi-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (толщина Bi — 279 нм) и Au-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (толщина Au — 64 нм) были взяты в качестве мишеней. Оценка смешивания атомов производилась методом Резерфордовского обратного рассеяния с использованием 16 МэВ пучка углерода. Анализ спектра показал, что для флюенса  $7 \times 10^{13}/\text{см}^2$  чистый слой Bi составил 111 нм, остальной же представлял собою смесь атомов металла и диэлектрика. Подсчитав коэффициент диффузии, величина которого соответствовала самодиффузии Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> при температуре плавления, авторы сделали вывод, что Bi и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> во время облучения пребывают в расплавленном состоянии. Причиной такого явления служит выделение энергии высокоэнергетическими ионами. В свою очередь в системе Au-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> перемешивание атомов не наблюдается вовсе. На основе результатов экспериментов авторы делают вывод, что атомное перемешивание происходит не из-за упругого соударения, а через высокую плотность электронного возбуждения вызванных быстрыми тяжелыми ионами.

Во всех выше рассмотренных работах облучение осуществлялось макропучком. В то же время для анализа изменений свойств материалов брались области микронных и субмикронных размеров. Из этого можно сделать заключение о неэффективности облучения макропучками

и необходимости применения микропучков в задачах облучения. Первые работы с применением микрооблучения связаны с оценкой внесенных повреждений во время микроанализа проводимые с помощью сфокусированных ионных пучков. Для этих целей Долей (S.P. Dooley) совместно с Джемисоном (D.N. Jamieson) и Правером (S. Prawer) изучали поведения необработанного и имплантированного фосфором алмазов при облучении сфокусированными пучками  $2\text{ МэВ He}^+$  и  $1,4\text{ МэВ H}^+$  в режиме сканирования [99]. Размер облученных областей составлял от  $32 \times 32\text{ мкм}^2$  до  $108 \times 108\text{ мкм}^2$ . Исследование показано, что несмотря на высокую устойчивость алмаза к созданию дефектов решетки, он подвержен распуханию уже при малых дозах ( $8 \times 10^{16}\text{ ионов/см}^2$  для  $2\text{ МэВ He}^+$ ) по сравнению с другими материалами. Величина радиационного отжига дефектов, образованных в процессе имплантации фосфора, для ионов гелия в два раза больше чем для водорода при сравнимых значениях потока частиц. Авторы акцентируют внимание, что радиационный отжиг в алмазе наблюдается при относительно небольших дозах.

Группа в составе Брауна (R.A. Brown), МакКалума (J.C. McCallum) и Вильямса (J.S. Williams) проводила подобный эксперимент с монокристаллами Si и GaAs [100]. Они использовали сфокусированный пучок He размером 4 мкм и током 1–1,5 нА. Облучались области размером от  $70 \times 70\text{ мкм}^2$  до  $140 \times 140\text{ мкм}^2$  посредством сканирования с частотой 10–20 Гц. Сравнение режимов облучения, первый из которых представлял собою сканирование сфокусированным пучком области заданных размеров, а второй — облучение расфокусированным пучком размером с саму область, показало, что величина потока ионов не влияет на скорость дефектообразования, несмотря на разницу в плотности тока в 800 раз.

Микрооблучение может применяться для создания трехмерных структур с высоким аспектным отношением. Например, ионная литография широко применяется для развития и создания новых микротоннных

устройств. Возможность изменять показатель преломления позволяет создавать интегральные оптические устройства. С помощью ионной литографии можно создавать оптические волноводы в различных материалах, например в полиметилметакрилате [40], в кварцевом и фосфатном [101], халькогенидном [39] и светочувствительном [102] стеклах. Существует возможность создавать дифракционные решетки в толстых образцах [103]. Протонная литография может использоваться для создания микролинз [104], микролазеров [105], микроскопических металлических структур с использованием электролитического формования [106]. Главное преимущество использования такого метода — это создание глубоких структур за один шаг облучения.

### **1.3. Методы формирования пучков ионов для облучения материалов**

На рис. 1.2 показано преобразование пучка в фазовой плоскости при прохождении двух щелей [107]. Фазовый контур пучка в виде параллелограмма является особенностью такого типа коллиматоров. Стоит отметить, что на выходе из ускорителя контур пучка обычно имеет эллиптическую форму и в случае коллимации пучка двумя круглыми апертурами контур останется в виде эллипса. Для количественной характеристики объема пучка в фазовом пространстве используется понятие эмиттанса  $\varepsilon$  ( $\text{м}^2 \cdot \text{рад}^2$ ). Двумерный эмиттанс пучка в плоскости  $x0z$  ( $y0z$ ) равен площади фазового эллипса в пространстве координат и углов наклона  $xx'$  ( $yy'$ ) деленой на  $\pi$ . Для кроссовера  $\varepsilon_x = x \cdot x'$  ( $\varepsilon_y = y \cdot y'$ ), где  $x(y)$  и  $x'(y')$  — максимальное смещение и максимальное угловое отклонение пучка от его оси соответственно. Для осесимметричного пучка эмиттансы  $\varepsilon_x$  и  $\varepsilon_y$  совпадают. В случае, когда происходит ускорение частиц пучка, производится нормализация эмиттанса на энергию, что позволяет

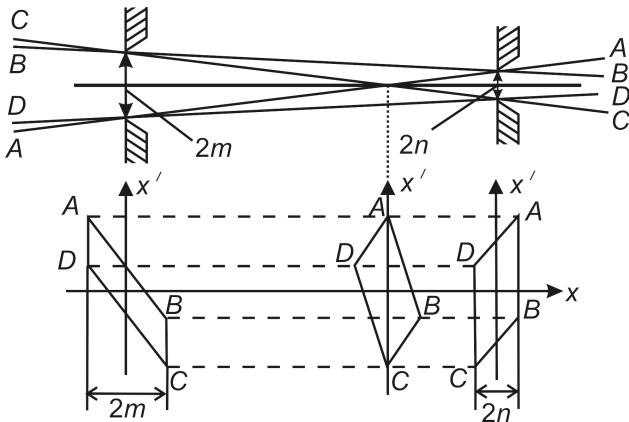


Рис. 1.2. Коллимация пучка двумя щелями

обеспечить его инвариантность  $\varepsilon_n = \beta\gamma\varepsilon$ , где  $\beta = v/c$ ,  $\gamma = (1 - \beta^2)^{-1/2}$ . Релятивистский фактор  $\beta$  можно определить по известным параметрам пучка:  $\beta = 1,46 \cdot 10^{-3}(qV/M)$ , где  $q$  — заряд иона,  $V$  — напряжение ускорения,  $M$  — массовое число иона. Область в фазовом пространстве доступная для движения частиц называется аксептансом и характеризует устройство транспортировки пучка. На практике необходимо сформировать эмиттанс таким образом, чтобы как можно большая его часть прошла через аксептанс. Данный процесс называется согласованием. Поскольку на выходе из ускорителя профиль пучка имеет форму Гаусса, то для получения максимального тока пучка на образце необходимо вырезать его центральную часть. Общий ток в этом случае приближенно будет равен  $I \approx b \cdot \varepsilon$ , где  $b$  и  $\varepsilon$  — приосевая яркость и эмиттанс пучка соответственно. Для коллиматоров прямоугольной формы эмиттанс на выходе равен  $\varepsilon = 16r_x r_y R_x R_y / A^2$ , где  $r_x$ ,  $r_y$ ,  $R_x$ ,  $R_y$  — полуразмеры объектного и углового коллиматоров соответственно,  $A$  — расстояние между коллиматорами. Таким образом, плотность тока на мишени не может превышать:  $j = (16r_x r_y R_x R_y \cdot b) / S$ , где  $S$  — площадь пучка на мишени. Это соответствует случаю, когда мишень располагается сразу за угловым коллиматором. По мере увеличения расстояния от углового коллиматора до образца плотность тока будет падать вследствие расхождения пучка

(увеличения  $S$ ). Формирование пучка обычным коллимированием дает плотность тока на уровне  $10^{-3}$ – $10^{-2}$  пкА/мкм<sup>2</sup> [27, 108].

Для увеличения плотности тока пучка применяют активные ионно-оптические элементы, обеспечивающие фокусировку пучка. Фокусирующая система состоит из объектного и углового коллиматоров, формирующих начальное фазовое множество пучка, и набора линз. В качестве линзовых устройств для фокусировки ионных пучков МэВ-ных энергий используются МКЛ. Для случая стигматической фокусировки пучка и когда вклад хроматических, собственных и паразитических сферических aberrаций является доминирующим по сравнению с прочими геометрическими и паразитическими aberrациями, размеры пучка в плоскости мишени будут зависеть от размеров объектного коллиматора следующим образом:

$$\begin{aligned} x_t &\approx \frac{x_0}{D_x} + C_{px}x'_0\delta + \sum_{\substack{i,j \\ 2 \leq i+j \leq 3}} \langle x/x'^i y'^j \rangle x'_0 y'_0, \\ y_t &\approx \frac{y_0}{D_y} + C_{py}y'_0\delta + \sum_{\substack{i,j \\ 2 \leq i+j \leq 3}} \langle y/x'^i y'^j \rangle x'_0 y'_0, \end{aligned} \quad (1.1)$$

где  $(x_t, y_t)$  — координаты отклонения частиц от оси в плоскости мишени;  $(x_0, y_0, x'_0, y'_0)$  — фазовые координаты частиц пучка в плоскости объектного коллиматора;

$D_{x(y)}$  — коэффициенты уменьшения ЗФС;

$C_{px(y)}$  — хроматические aberrации;

$\delta$  — разброс частиц по импульсу;

$\langle x/x'^i y'^j \rangle, \langle y/x'^i y'^j \rangle$  — собственные и паразитические сферические aberrации ЗФС.

Как видно из формулы (1.1) размеры пучка на мишени зависят от размеров объектного коллиматора. Чтобы уменьшить пучок необходимо

уменьшать размеры коллиматора. Однако с уменьшением размеров отношение количества рассеянных частиц на стенках коллиматора к общему числу частиц прошедших через него увеличивается. Такие рассеянные частицы в дальнейшем неадекватно фокусируются на мишени из-за сферических и хроматических aberrаций фокусирующих элементов и увеличивают размер изображения объекта [109]. По этой причине работы по минимизации размеров зонда связаны в первую очередь с улучшением параметров фокусирующих систем, у которых коэффициенты уменьшения  $>100$ . Стоить отметить, что под минимальным размером пучка может пониматься как поперечное сечение огибающей пучка, так и величина полной ширины на полувысоте (FWHM) распределения плотности тока пучка на мишени [110]. В литературе под размером пучка чаще всего понимается величина FWHM, если не оговорено иное.

Поскольку фокусировка пучков ионов для микрооблучения материалов производится на принципах схожих для микроанализа, то достижение в этом направлении за последние десять лет можно рассмотреть на примере ядерных микрозондов. За все время существования экспериментаторы стремились уменьшить размер пучка на мишени, однако сделать это не просто. Очевидным решением здесь видится повышение коэффициентов уменьшения фокусирующей системы, поскольку уменьшать пучок за счет уменьшения объектного коллиматора невыгодно, как было сказано выше. Однако с их ростом практически всегда растут и aberrации, что сводит на нет все усилия в этом направлении. В связи с этим методам фокусировки уделяется особое внимание. Так в 2007 г. группой из университета в Сюрре, Англия были проведены теоретические расчеты двухступенчатой системы фокусировки с целью получения пучков нанометровых размеров [111]. Суть их двухступенчатой системы заключалась в создании промежуточного изображения, формируемое первой ступенью. Это промежуточное изображение являлось виртуальным

изображением для второй ступени, которая фокусировала пучок уже на мишени. Несмотря на положительные результаты расчетов, публикаций о применении такой системы на своей установке ими так и не было сделано. Тем не менее, эту же идею использовала группа из Бордо, Франция [112]. Первая ступень представляет собою дублет, а вторая триплет МКЛ. Выбор такой конфигурации авторы объясняют оптимальным соотношением между коэффициентами уменьшения и сферическими aberrациями для системы с большим рабочим расстоянием (в их случае 25 см). Несмотря на то, что разрешение удалось незначительно улучшить в слаботочном режиме, в сильноточном режиме показатели оказались хуже, в сравнении с одиночным триплетом. По мнению авторов, такое поведение системы в сильноточном режиме вызвано сильным влиянием паразитных aberrаций. Но даже в слаботочном режиме у одиночного триплета ток в три раза больше чем у квинтуплета, при разнице площади зонда в 1,8 раз. Эту особенность авторы связывают с несоосностью дублета и триплета. Таким образом, применение двухступенчатых фокусирующих систем на сегодняшний день не увенчалось особым успехом. Поэтому исследовательские лаборатории идут по пути проверенных решений и заменяют свои устаревшие системы новыми, но уже проверенные временем или же переналаивают свои системы, добиваясь лучших результатов, как это сделали, например, в Лейпциге, Германия. Отказавшись от юстировки линз по оптической оси, и отъюстировав линзы привязавшись к реальному пучку им удалось повысить плотность тока с  $0,6 \text{ нА}/\text{мкм}^2$  [113] до  $3 \text{ нА}/\text{мкм}^2$  [114].

В ускорительном центре в Луизиане, США пошли по экстенсивному пути и добавили до оксфордского триплета, который фокусировал пучок ионов в пятно на мишени размером  $1 \times 1 \text{ мкм}^2$  еще один триплет, создав таким образом секступлет [115]. Не смотря на то что теоретически такая система лучше, публикаций о полученных результатах на практике и о применении этой системы отсутствуют.

В отличие от группы из Луизианы в ИПФ НАН Украины для повышения характеристик пучка на мишени выбрали интенсивный путь развития. Вместо двух источников питания для запитки распределенного «русского квадруплета» было предложено использовать четыре [116]. Таким образом, у каждой линзы имеется свой индивидуальный источник питания. Экспериментальные результаты доказали преимущество такой системы в виде повышения плотности тока в 4 раза [117].

Несмотря на то, что количество микрозондов в мире уже исчисляется десятками, по прежнему создаются новые микрозонды. Связано это с их широким применением. В лаборатории ионных пучков в Альбукерке, США в 2012 г. был построен микрозонд компанией Oxford Microbeams Ltd. на базе нового 3 МВ ускорителя Pelletron фирмы NEC. Фокусирующая система представлена триплетом ОМ-150 с коэффициентами уменьшения  $120 \times 30$ , а рабочее расстояние составляет 95 мм. Параметры сильноточного режима находятся на уровне 900 пкА при размере пучка  $0,6 \times 1,1 \text{ мкм}^2$  [118].

#### **1.4. Выводы к разделу 1**

1. Для имитации радиационных повреждений конструкционных материалов нейтронами можно использовать ионные пучки. Это позволяет сократить время набора требуемой дозы и уменьшить финансовые затраты. Разница в мощности дозы компенсируется за счет изменения температуры облучаемой мишени. Установки на базе ускорителей заряженных частиц позволяют точно контролировать параметры облучения, такие как температура облучения, скорость генерации повреждений, доза, а также проводить *in situ* анализ.
2. Многопучковые установки позволяют изучать синергетические процессы, например, влияние водорода и гелия на поведение материала во время облучения, тем самым повышая качество

- имитационных экспериментов связанных с реакторным облучением.
3. С помощью облучения ионными пучками изучаются различные радиационные явления: РСС, зарождение и рост дислокационных петель и пор, образование новых фаз. Анализ изменений свойств материала производится на отдельном аналитическом оборудовании в связи с чем, образец подвергается воздействию окружающей среды. Эксперименты в режиме *in situ* проводятся в основном с использованием ПЭМ.
  4. Несмотря на то, что анализ облученных образцов производится с микрометровых областей, облучению подвергаются макро области материала. Использование же микрооблучения главным образом связано с созданием трехмерных структур.
  5. Анализ литературы показал, что получение равномерного распределения дефектов по площади образца добиваются за счет процедуры сканирования, что увеличивает время облучения, а повышению плотности тока в задачах облучения конструкционных материалов уделяется мало внимания. Поэтому существует необходимость в разработке методов формирования ионного пучка для задач микрооблучения материалов, которые бы позволяли проводить *in situ* эксперименты по изучению перераспределения химических элементов в процессе облучения и использовать для облучения и анализа один и тот же пучок.

## РАЗДЕЛ 2

# МЕТОДЫ МОДЕЛИРОВАНИЯ ФОРМИРОВАНИЯ ПУЧКА В МАГНИТНЫХ КВАДРУПОЛЬНЫХ ЗФС

В ядерных микрозондах широко используются квадрупольные линзы, поскольку сила осесимметричных линз оказывается недостаточной для фокусировки частиц высокой энергии. Большая величина оптической силы квадрупольных линз связана с тем, что у таких линз продольная составляющая напряженности поля близка к нулю и поле — преимущественно поперечное, в то время как у осесимметричных линз основная составляющая напряженности поля — продольная. Следует отметить, что чем больше длина квадрупольной линзы, тем большее фокусирующее действие она оказывает на частицу и, следовательно, ее оптическая сила растет с увеличением длины. Квадрупольные линзы практически не применяются по отдельности из-за их большого астигматизма. Даже в том случае, когда необходимо сфокусировать пучок, выходящий из точки, в линию при использовании одной квадрупольной линзы линия получается слишком большой длины. Поэтому квадруполи объединяют в системы по две–три линзы и больше. При этом линзы располагаются последовательно так, чтобы их плоскости симметрии совпадали, а полярность обеспечивала чередование собирающих и рассеивающих плоскостей. Такие системы могут быть собирающими во всех направлениях и не только обеспечивать концентрацию пучка заряженных частиц, но и собрать вышедший из точки пучок снова в точку (стигматические системы). Именно на этом основано широкое использование систем из квадрупольных линз для фокусировки пучков заряженных частиц [119].

Поскольку микропучки чаще всего используются для задач микроанализа материалов ионопучковыми методами, то фокусировка пучка обычно направлена на увеличение разрешающей способности микрозонда. В связи с этим критерием качества ЗФС является получение минимальных размеров зонда с достаточным током пучка для проведения экспериментальных исследований. Формирование зонда с минимальным размером поперечного сечения огибающей пучка выгодно применять в задачах микроанализа, поскольку вклад каждого иона учитывается при детектировании продуктов взаимодействия налетающей частицы с атомами мишени. То есть качество анализа зависит от общего тока пучка. Также этот метод хорошо использовать для модификации материала, например литографии. Формирование же зонда с минимальным размером FWHM выгодно применять в задачах, в которых результат взаимодействия главным образом зависит от величины плотности тока. Такой принцип фокусировки широко применяется в электронной микроскопии. Использование данного метода эффективно для получения изображения рельефа образца.

## 2.1. Поля в МКЛ

Управление заряженными частицами в пучке осуществляется стационарными (в случае фокусирующих ионно-оптических устройств) магнитными полями. Учитывая тот факт, что в области прохождения пучка отсутствуют внешние заряды и токи, а током и плотностью заряда пучка можно пренебречь, тогда уравнения Максвелла запишутся в виде

$$\operatorname{div} \vec{B} = 0, \quad \operatorname{rot} \vec{B} = 0, \quad (2.1)$$

где  $\vec{B} = \vec{B}(x, y, z)$  — вектор магнитной индукции, который зависит от пространственных координат.

Очевидно, что исходя из уравнения (2.1) магнитное поле является потенциальным. Это следует из того, что поле может быть выражено через соответствующий скалярный потенциал

$$\vec{B} = -\operatorname{grad} \varphi(x, y, z),$$

где  $\varphi$  — скалярный магнитный потенциал.

Тогда второе уравнение в (2.1) удовлетворяется тождественно, а из первого уравнения следует, что скалярный потенциал должен удовлетворять уравнению Лапласа

$$\Delta \varphi = 0.$$

Решение уравнения Лапласа удобней искать в цилиндрической системе координат в виде ряда Фурье

$$\varphi(r, \alpha, z) = \sum_{m=0}^{\infty} [a_m(r, z) \cos(m\alpha) + b_m(r, z) \sin(m\alpha)]. \quad (2.2)$$

В результате ряда преобразований [120], с учетом того, что (2.2) должно удовлетворять уравнению Лапласа, получим окончательное решение для скалярного потенциала

$$\varphi(r, \alpha, z) = \sum_{m=0}^{\infty} \sum_{k=0}^{\infty} \frac{(-1)^k m! r^{2k+m}}{4^k k! (m+k)!} [U_m^{(2k)}(z) \cos(m\alpha) + W_m^{(2k)}(z) \sin(m\alpha)]. \quad (2.3)$$

Если известен бесконечный набор функций  $U_m(z)$  и  $W_m(z)$  и все они бесконечно дифференцируемы, то выражение (2.3) определяет распределение скалярного потенциала в области прохождения пучка

в активных ионно-оптических устройствах ЗФС. Такое выражение для скалярного потенциала достаточно громоздко и неприемлемо для практических целей определения величины поля в пространстве. Выход из этого положения состоит в том, что каждое активное ионно-оптическое устройство имеет определенный тип симметрии, это позволяет упростить выражение (2.3). Так же учитывается тот факт, что пучок в системах формирования микрозонда имеет малые поперечные размеры, поэтому бесконечные ряды могут быть ограничены конечным числом членов. Это число определяется необходимой точностью расчетов или эффектами аберраций, связанных с членами высших порядков в представлении скалярного потенциала.

Магнитные линзы с квадрупольной симметрией поля представляют собой ионно-оптические устройства с четырьмя полюсами, которые создают магнитное поле, особенностью которого является поперечное направление силовых линий к оси пучка. Такая конфигурация поля осуществляет сильную фокусировку пучков заряженных частиц. На рис. 2.1 показана МКЛ, в которой источником поля являются возбуждающие

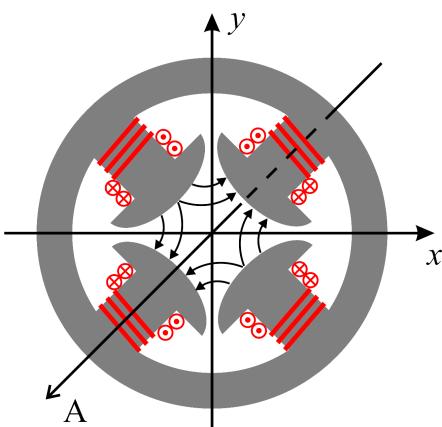


Рис. 2.1. Магнитная квадрупольная линза

катушки с током. Такое расположение полюсов линзы обеспечивает фокусирующее действие в плоскости  $x0z$  на положительно заряженную частицу, двигающуюся из плоскости чертежа. Напротив, в плоскости  $y0z$

сила Лоренца со стороны магнитного поля на такую частицу направлена от оси, что приводит к дефокусировке пучка.

Запишем последовательные члены соотношения (2.3) для первых значений  $m$  и  $k$  в декартовой системе координат. Получим следующие выражения для членов, содержащих степени  $x$  и  $y$  не выше четвертой

$$\begin{aligned}
 \varphi(x, y, z) = & U_0(z) + U_1(z)x + W_1(z)y + (U_2(z) - U_0''(z)/4)x^2 - \\
 & - (U_2(z) + U_0(z)/4)y^2 + 2W_2(z)xy + (U_3(z) - U_1''(z)/8)x^3 + \\
 & + (3W_3(z) - W_1''(z)/8)x^2y - (3U_3(z) + U_1''(z)/8)xy^2 - \\
 & - (W_3(z) + W_1''(z)/8)y^3 + (U_4(z) - U_2''(z)/12 + U_0^{IV}(z)/64)x^4 + \\
 & + (4W_4(z) - W_2''(z)/6)x^3y + (U_0^{IV}(z)/32 - 6U_4(z))x^2y^2 - \\
 & - (4W_4(z) + W_2''(z)/6)xy^3 + (U_4(z) + U_2''(z)/12 + U_0^{IV}(z)/64)y^4 + \dots
 \end{aligned} \tag{2.4}$$

Предположим, что в линзе существует прямолинейная физическая ось, вдоль которой  $|\vec{B}| = 0$  для МКЛ. Тогда можно допустить, что все функции  $U_i(z)$ ,  $W_i(z)$ ,  $i = 1, \dots, 4$  имеют одинаковую форму распределения вдоль оси  $z$ . Далее, совмещая ось  $z$  с физической осью линзы, удается скомпенсировать дипольные компоненты  $U_i(z)$  и  $W_i(z)$ . Затем, вращая систему координат в плоскости  $xy$  на соответствующие углы  $\alpha_m = \frac{1}{2} \operatorname{arctg} \left( -\frac{U_2(z)}{W_2(z)} \right)$ , где  $\frac{U_2(z)}{W_2(z)} = \text{const}, \forall z$ , (следствие допущения, что  $U_2(z)$  и  $W_2(z)$  имеют одинаковую форму распределения вдоль оси  $z$ ), можно скомпенсировать вращательную квадрупольную компоненту  $U_2(z)$ . Осевое распределение  $U_0(z) = 0$ , так как  $\vec{B}(0, 0, z) = 0$ . Все остальные мультипольные компоненты в разложении (2.4), в результате перемещения МКЛ как жесткого целого, скомпенсировать не удается и их необходимо учитывать в задаче моделирования динамики пучка заряженных частиц в линзе. Перепишем (2.4) с учетом сделанных допущений для скалярного

магнитного потенциалов

$$\begin{aligned}\varphi(x, y, z) = & 2W_2(z)xy + U_3(z)x^3 + 3W_3(z)x^2y - 3U_3(z)xy^2 - \\ & - W_3(z)y^3 + U_4(z)x^4 + (4W_4(z) - W_2''(z)/6)x^3y - 6U_4(z)x^2y^2 - \quad (2.5) \\ & - (4W_4(z) + W_2''(z)/6)xy^3 + U_4(z)y^4 + \dots\end{aligned}$$

где  $W_2(z)$  — основная квадрупольная компонента поля;

$W_3(z), U_3(z)$  — основная и вращательная секступольные паразитические компоненты;

$W_4(z), U_4(z)$  — основная и вращательная октупольные паразитические компоненты.

Основная квадрупольная компонента характеризуют ионно-оптическую силу магнитной линзы. Паразитические компоненты характеризуют физические и технологические несовершенства линзы.

Для того чтобы скалярный потенциал был определен в рабочей области квадрупольной линзы в соотношении (2.5) должны быть определены распределения мультипольных компонент поля вдоль оси  $z$ . Это распределение в значительной мере зависит от геометрии полюсов линзы. В дальнейшем будем рассматривать линзы с цилиндрической апертурой, представленной на рис. 2.1. Продольное сечение А имеет вид, представленный на рис. 2.2. Из этого рисунка видно, что образующие полюсы параллельны, поэтому круглая апертура, вписанная в рабочей области линзы, где проходит пучок, имеет постоянный радиус  $r_a$  вдоль оси  $z$ , где  $L$  — геометрическая длина линзы,  $L = z_2 - z_1$ .

Продольное распределение мультипольных компонент поля в квадрупольной линзе в случае длинного квадруполя, когда  $r_a \ll L$ , может быть представлено в виде

$$W_k(z) = W_k \cdot \varrho(z), \quad U_k(z) = U_k \cdot \varrho(z), \quad k = 2, 3, 4, 6 \quad (2.6)$$

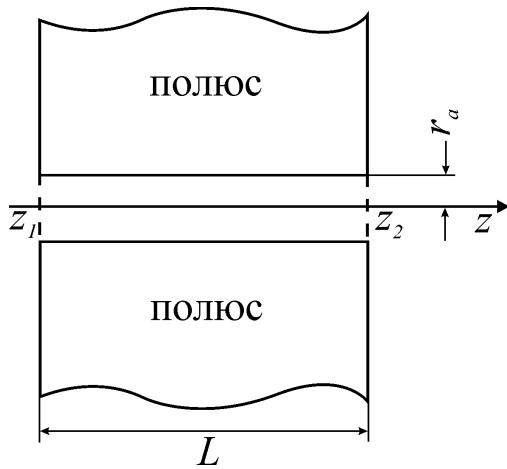


Рис. 2.2. Продольное сечение квадрупольной линзы с цилиндрической апертурой

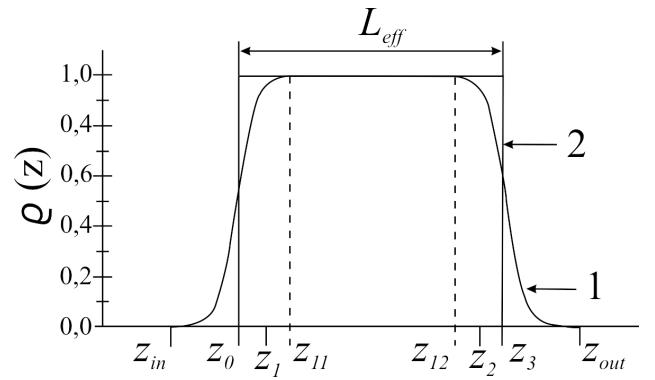


Рис. 2.3. Профиль продольного распределения мультипольных компонент в квадрупольной линзе с цилиндрической апертурой

где функция  $\varrho(z)$  представленная на рис. 2.3 может отображать реальное (кривая 1) или модельное распределение (кривая 2) компонент поля.

В случае модельного распределения протяженность поля на отрезке  $[z_{in}, z_{out}]$  заменяется эффективной длиной  $L_{eff} = z_3 - z_0$ , величина которой обеспечивает равные ионно-оптические свойства первого порядка для квадрупольных линз с реальным распределением поля.

Выше уже отмечалось, что мы делаем предположение о равенстве продольного профиля распределения для всех мультипольных компонент конкретно выбранной линзы, а их величины  $W_k$ ,  $U_k$  определяются физическими и геометрическими характеристиками квадруполей. Так величина квадрупольной компоненты в МКЛ будет иметь вид

$$W_2 = G_m/2 = \mu_0 \cdot \frac{NI}{r_a^2} \omega = \frac{B_p}{2r_a} \omega, \quad (2.7)$$

где  $G_m$  — величина поперечного градиента поля, которая связана с величиной тока питающих катушек полюсов и магнитной индукции на полюсе  $B_p$ ;

$\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$  Гн — магнитная постоянная;

$NI$  — количество ампервитков в возбуждающей катушке полюса;

$r_a$  — радиус апертуры линзы;

$\omega$  — коэффициент, учитывающий физические свойства материала полюсов, ярма МКЛ и геометрию профиля полюса.

Величины мультипольных компонент  $W_k$  ( $k = 3, 4$ ) в квадруполях не могут быть определены на основании физических характеристик линз аналогичных равенству (2.7), так как являются паразитическими компонентами, вызванными неточностями изготовления, явлением гистерезиса и возможными ошибками юстировки линз вдоль оси ЗФС. Поэтому величины мультипольных паразитических компонент должны определяться на основании измерения и анализа структуры поля. Структуру магнитного поля необходимо восстанавливать на основании прецизионных измерений.

В равенствах (2.6) зависимость мультипольных компонент поля от координаты  $z$  связана с профилем распределения  $\varrho(z)$ . Для практических расчетов функция  $\varrho(z)$  должна быть определена аналитически. Эта функция определяет коэффициенты уравнений движения заряженных частиц в поле квадрупольной линзы. Для решения этих уравнений численными методами функция  $\varrho(z)$  должна быть гладкой вместе со своими производными, входящими в определение потенциала в виде (2.5). Это требование является важным, так как стандартные численные методы не дают адекватных решений для дифференциальных уравнений с разрывными коэффициентами. Существуют различные представления функции  $\varrho(z)$ , в которых область изменения  $z$  разбивается на три области: область, где значение  $\varrho(z) \equiv 1$ ,  $\forall(z) \in [z_{11}, z_{12}]$  и области краевого поля  $[z_{in}, z_{11}]$ ,  $[z_{12}, z_{out}]$  [121].

Профиль продольного распределения мультипольных компонент поля в квадрупольной линзе в случае длинного квадруполя, когда  $r_a \ll L$ , может

быть представлен в виде суперпозиции двух ступенчатых функций

$$\varrho(z, z_0, z_3) = \theta(z - z_0) - \theta(z - z_3), \quad (2.8)$$

где  $\theta(z)$  — единичная асимметричная ступенчатая функция [122]:

$$\theta(z) = \begin{cases} 0, & z < 0 \\ 1, & z \geq 0 \end{cases}$$

Такая модель продольного распределения мультипольных компонент известна как прямоугольная модель, в которой реальное продольное распределение поля заменяется некоторым эффективным полем с резкой отсечкой по координате  $z$  на входе и выходе из линзы. Достаточно хорошим приближением является поле с эффективной длиной  $L_{eff} = z_3 - z_0$ , которая определяется из соотношения  $L_{eff} = \int_{z_{in}}^{z_{out}} \varrho(z) dz$ . Представление поля с помощью разрывной функции в виде 2.8 позволяет в ряде случаев получить приближенное аналитическое решение уравнений движения заряженных частиц в квадрупольных линзах. На практике эффективная длина квадрупольной линзы находится экспериментально и определяется как  $L_{eff} = L + Cr_a$ , где обычно  $0,9 < C < 1,1$ .

## 2.2. Движение заряженных частиц в МКЛ

Положение каждой заряженной частицы в процессе своего движения будем определять в локальной декартовой системе координат, связанной со структурой поля устройств формирования пучка. Как отмечалось выше, поле каждого ионно-оптического устройства в зондовых системах формирования пучка обладает осевой симметрией, поэтому ось  $z$  совместим с осью поля, а оси  $x$  и  $y$  будут дополнением до правой тройки

прямоугольной системы координат. Тогда траекторные уравнения движения пучка в такой системе координат в магнитном поле будут иметь вид

$$\begin{aligned} x'' &= \frac{q}{p}(y'B_z - B_y - x'^2B_y + x'y'B_x)\sqrt{1 + x'^2 + y'^2}, \\ y'' &= \frac{q}{p}(B_x - x'B_z - x'y'B_y + y'^2B_x)\sqrt{1 + x'^2 + y'^2}, \end{aligned} \quad (2.9)$$

где  $q, p$  — заряд и величина импульса заряженных частиц в пучке соответственно;

$B_x, B_y, B_z$  — составляющие вектора магнитной индукции;

$x, y$  — поперечные координаты частицы, которые характеризуют ее траекторию движения;

$x', y'$  — углы между осью  $z$  и проекциями касательной к траектории частицы на плоскости  $x0z$  и  $y0z$ .

Уравнения (2.9) являются нелинейными дифференциальными уравнениями, описывающими траекторию движения заряженных частиц в магнитном поле в декартовой системе координат. Эти уравнения записаны для произвольных полей. Последующей задачей является установление зависимости поля от координат  $x, y, z$ , подстановка ее в (2.9) и поиск решения этих уравнений.

В МКЛ скалярный магнитный потенциал в локальной прямоугольной системе координат, связанной с осью, вдоль которой магнитная индукция  $|\vec{B}| = 0$ , представляется в виде (2.5). Тогда на основании (2.5) составляющие вектора магнитной индукции могут быть представлены в виде разложения в ряд по поперечным координатам  $x, y$ , ограниченные слагаемыми не выше третьей степени, которые учитывают наличие паразитических секступольных и октупольных компонент поля. Такое представление имеет

вид

$$\begin{aligned}
 B_x(x, y, z) = & -\frac{\partial \varphi}{\partial x} = -2W_2(z)y - 3U_3(z)x^2 - 6W_3(z)y^2 + \\
 & + 3U_3(z)y^2 - 4U_4zx^3 - (12W_4(z) - W_2''(z)/2)x^2y + \\
 & + 12U_4(z)xy^2 + (4W_4(z) + W_2''(z)/6)y^3, \\
 B_y(x, y, z) = & -\frac{\partial \varphi}{\partial y} = -2W_2(z)x - 3W_3(z)x^2 + 6U_3(z)xy + \\
 & + 3W_3(z)y^2 + 12U_4(z)xy^2 - (4W_4(z) - W_2''(z)/6)x^3 + \\
 & + (12W_4(z) + W_2''(z)/2)xy^2 - 4U_4(z)y^3, \\
 B_z(x, y, z) = & -\frac{\partial \varphi}{\partial z} = -2W_2'(z)xy - U_3'(z)x^3 - 3W_3'(z)x^2y + \\
 & + 3U_3'(z)xy^2 + W_3'(z)y^3.
 \end{aligned} \tag{2.10}$$

Как известно в магнитном поле величина импульса остается неизменной, поэтому для произвольной частицы импульс может быть представлен в виде  $p = p_0(1 + \delta)$ , где  $p_0$  — величина среднего импульса частиц в пучке,  $\delta$  — относительное отклонение величины импульса рассматриваемой частицы от среднего значения.

Подстановка выражений составляющих вектора магнитной индукции в виде (2.10) и учет представлений  $1/(1 + \delta) \approx 1 - \delta$  и  $\sqrt{1 + x'^2 + y'^2} \approx 1 + (x'^2 + y'^2)/2$  дает следующую форму приближенных траекторных уравнений движения заряженных частиц в МКЛ, аппроксимирующих исходное уравнение (2.9) с третьим порядком малости

по стационарным фазовым координатам  $(x, y, x', y', \delta)$ :

$$\begin{aligned}
 (x)' &= (A_1)' = x' = A_2, \\
 (x')' &= (A_2)' = \eta^2 \varrho(z) \sum_{i=1}^{39} X_i \cdot A_i, \\
 (y)' &= (A_3)' = y' = A_4, \\
 (y')' &= (A_4)' = \eta^2 \varrho(z) \sum_{i=1}^{39} Y_i \cdot A_i, \\
 (\delta)' &= (A_5)' = 0, \\
 x(z_0) &= x_0, x'(z_0) = x'_0, y(z_0) = y_0, y'(z_0) = y'_0.
 \end{aligned} \tag{2.11}$$

$$\begin{aligned}
 \mathbf{A}^{<3m>} &= \| A_i \|_{i=1\dots 39} = (x, x', y, y', \delta, \\
 &x\delta, x'\delta, y\delta, y'\delta, \\
 &x^2, xx', x'^2, y^2, yy', y'^2, xy, x'y, xy', x'y', \\
 &x^3, x^2x', xx'^2, x'^3, xy^2, xyy', xy'^2, x'y^2, x'yy', x'y'^2, \\
 &y^3, y^2y', yy'^2, y'^3, yx^2, yxx', yx'^2, y'x^2, y'xx', y'x'^2)^T.
 \end{aligned} \tag{2.12}$$

где  $\eta^2 = 2|q \cdot W_2|/p_0$  возбуждение полюсов МКЛ;

$\mathbf{A}^{<3m>}$  — вектор фазовых моментов;

$$\begin{aligned}
 \mathbf{X}(z) &= (-1; 0; 0; 0; 0; 1; 0; 0; -1,5S_b; 0; 0; 1,5S_b; 0; 0; 3S_b; 0; 0; 0; \\
 &\varrho''(z)/12\varrho(z) - 2O_b; 0; -1,5; 0; \varrho''(z)/4\varrho(z) + 6O_b; \varrho'(z)/\varrho(z); -0,5; \\
 &0; 1; 0; -2O_p; 0; 0; 0; 6O_p; 0; 0; 0; 0; 0)^T;
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \mathbf{Y}(z) &= (0; 0; 1; 0; 0; 0; -1; 0; 1,5S_p; 0; 0; -1,5S_p; 0; 0; 3S_b; 0; 0; 0; 2O_p; 0; 0; \\
 &0; -6O_p; 0; 0; 0; 0; -\varrho''(z)/12\varrho(z) - 2O_b; 0; 1,5; 0; -\varrho''(z)/4\varrho(z) + 6O_b; \\
 &-\varrho'(z)/\varrho(z); 0,5; 0; -1; 0)^T;
 \end{aligned}$$

$S_b = W_3/W_2$ ,  $S_p = U_3/W_2$  — сектупольные и  $O_b = W_4/W_2$ ,  $O_p = U_4/W_2$  — октупольные относительные паразитные компоненты, которые имеют

размерность  $[m^{-1}]$  и  $[m^{-2}]$  соответственно.

В векторе фазовых моментов (2.12) хроматическая неоднородность пучка связанная с отклонением импульса  $\delta$  определяется только вторым порядком малости в комбинации с траекторными фазовыми координатами  $(x, y, x', y')$ . Этого является достаточным, что бы установить зависимость процессов формирования пучка от его хроматической неоднородности. В (2.11) учтена зависимость мультипольных компонент от продольной координаты  $z$  через профиль распределения в соотношении (2.6).

Уравнения (2.11) являются траекторными дифференциальными уравнениями движения заряженной частицы в поле МКЛ в присутствии магнитных полей с секступольной и октупольной симметриями. Такие уравнения являются приближенными к исходным точным уравнениям (2.9) с точностью до третьего порядка малости по стационарным фазовым координатам и нелинейными относительно этих координат. С другой стороны, если перейти к новым обобщенным координатам в виде (2.12), то правые части в (2.11) будут иметь линейную зависимость от фазовых моментов  $\mathbf{A}^{<3m>}$ . В такой трактовке система уравнений (2.11) является не замкнутой, так как переменных 39, а уравнений только 5, поэтому для построения недостающих дифференциальных уравнений для фазовых моментов применяется формальная процедура, которая называется погружением уравнений (2.11) в подпространство фазовых моментов (2.12).

Проводя процедуру погружения уравнений (2.11) в подпространство фазовых моментов заданных вектором  $\mathbf{A}^{<3m>}$  в (2.12) получим систему дифференциальных уравнений

$$\frac{d\mathbf{A}^{<3m>}}{dz} = \mathbf{L}^{<3m>}(z) \cdot \mathbf{A}^{<3m>},$$

где квадратная матрица  $\mathbf{L}^{<3m>}$  имеет блочную структуру в виде

$$\mathbf{L}^{<3m>}(\mathbf{z}) = \begin{bmatrix} l^{1,1} & 0 & l^{1,3} & 0 & l^{1,5} & l^{1,6} & l^{1,7} & l^{1,8} & l^{1,9} & l^{1,10} & l^{1,11} \\ 0 & l^{2,2} & 0 & l^{2,4} & l^{2,5} & l^{2,6} & l^{2,7} & l^{2,8} & l^{2,9} & l^{2,10} & l^{2,11} \\ 0 & 0 & l^{3,3} & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & l^{4,4} & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & l^{5,5} & 0 & 0 & l^{5,8} & l^{5,9} & 0 & l^{5,11} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & l^{6,6} & 0 & 0 & l^{6,9} & l^{6,10} & l^{6,11} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & l^{7,7} & l^{7,8} & l^{7,9} & l^{7,10} & l^{7,11} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & l^{8,8} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & l^{9,9} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & l^{10,10} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & l^{11,11} \end{bmatrix} \quad (2.13)$$

Решать уравнение (2.13) для каждой частицы, представляющей пучок не рационально, поэтому необходимо получить матрицу преобразования координат фазовых моментов описывающих положение частиц для МКЛ в случае различных представлений поля. Такая матрица является матрицантом соответствующего линейного дифференциального уравнения. Теория матрицантов изложена в монографии Ф.Р. Гантмахера [123], а метод построения матрицанта для полученного дифференциального уравнения (2.13) изложен в работе [124].

### 2.3. Метод оптимизации процесса формирования микрозонда

Повышение разрешающей способности ЯСМЗ основано на поиске ЗФС с большими коэффициентами уменьшения при малых aberrациях, так как первые приводят к уменьшению зонда, а вторые — к его увеличению, что следует из (1.1). Однако во всех ЗФС увеличение

коэффициентов уменьшения приводит к значительному росту аберраций. Поэтому возможность создания зонда с высокой концентрацией ионов достигается при оптимальном соотношении коэффициентов уменьшения и аберраций, в конкретно выбранной системе. В задаче оптимизации ЗФС выбор целевой функции следует из требований аналитических методик, когда информация поступает из акта взаимодействия частиц пучка с атомами исследуемого образца. Колличество таких событий находится в прямой зависимости от количества частиц, попадающих в единицу времени в область занимаемую зондом. Для построения карты распределения химических элементов в исследуемом образце зонд должен иметь минимальные размеры. Такие же условия на параметры зонда требуются и в протонно-пучковой литографии, где плотность тока протонов обуславливает время литографического процесса. Таким образом, величину тока пучка, сформированного в зонд с фиксированными размерами можно считать физически обоснованной целевой функцией.

Так как приосевая яркость является характеристикой источника ионов и системы транспортировки пучка, что дает право считать ее величиной фиксированной, то из этого следует, что  $\max(I) \sim \max(\varepsilon)$  поскольку  $I = b \cdot \varepsilon$ .

Для каждой ЗФС существует функциональная зависимость  $d = d^*(\varepsilon)$ , где  $d$  — минимальные размеры зонда. Функция  $d^*(\varepsilon)$  — монотонно возрастающая. Обратная зависимость  $\varepsilon = \varepsilon^*(d)$  строится на принципах поиска максимального фазового объема пучка при фиксированных размерах зонда. Для каждой ЗФС существует максимальный полный и коллимированный фазовые объемы, величина которых равна приведенномуному и коллимированному акцептансу соответственно. В дальнейшем под максимальным фазовым объемом пучка будем подразумевать приведенный коллимированный акцептанс ЗФС  $\alpha_C$ :  $\max(\varepsilon) = \alpha_C$ , который

задается размерами коллиматоров следующим образом:

$$\alpha_C = 16r_x r_y R_x R_y / A^2,$$

где  $2r_x, 2r_y$  – размеры прямоугольного объектного коллиматора;  
 $2R_x, 2R_y$  – размеры прямоугольного углового коллиматора;  
 $A$  – объектное расстояние (расстояние между объектным и угловым коллиматорами).

Варьируя размерами объектного и углового коллиматоров используемой ЗФС можно получить необходимый размер зонда. Причем сделать это можно несколькими комбинациями. Например, уменьшая размеры объектного коллиматора, зонд останется неизменным за счет аберрационного расширения пучка при увеличении размеров углового коллиматора, так как рост размеров углового коллиматора ведет к увеличению угла расходности частиц пучка, а это в свою очередь приводит к увеличению влияния аберраций. В работе [125] установлено, что размеры углового коллиматора зависят от объектного расстояния, размеров объектного коллиматора, величины зонда и ионно-оптических свойств ЗФС.

Задача по оптимизации размеров коллиматоров, обеспечивающих максимальный ток пучка при заданных размерах зонда, представляется в виде задачи нелинейного программирования [126, 127] и может быть formalизована следующим образом

$$\alpha_C^*(s_0, d) = \max_{r_x, r_y, R_x, R_y, s_A, \mathbf{S}} (\alpha_C(s_0, d)), \quad (2.14)$$

$$\alpha_C(s_0, d) = \text{vol}(\mathcal{A}_C(s_0, d)), \quad (2.14a)$$

$$\begin{aligned} \mathcal{M}_{1,3} &= \langle x/x' \rangle = h_x(B_{1v}, B_{2v}, \mathbf{S}) = 0, \\ \mathcal{M}_{2,4} &= \langle y/y' \rangle = h_y(B_{1v}, B_{2v}, \mathbf{S}) = 0, \end{aligned} \quad (2.14b)$$

$$B_{1v} \leq B_{1\max}, \quad B_{2v} \leq B_{2\max}, \quad (2.14\text{в})$$

$$\begin{aligned} \mathcal{A}_C(s_0, d) = & \left\{ (x_0, y_0, x'_0, y'_0) \mid |x_0| < r_x, |y_0| < r_y, \right. \\ & |F_x(x_0, y_0, x'_0, y'_0, \delta_0, s_A)| \leq R_x, \quad |F_y(x_0, y_0, x'_0, y'_0, \delta_0, s_A)| \leq R_y, \\ & |F_x(x_0, y_0, x'_0, y'_0, \delta_0, s_t)| \leq d/2, \quad |F_y(x_0, y_0, x'_0, y'_0, \delta_0, s_t)| \leq d/2, \quad (2.14\text{г}) \\ & [F_x(x_0, y_0, x'_0, y'_0, \delta_0, s_v)]^2 + [F_y(x_0, y_0, x'_0, y'_0, \delta_0, s_v)]^2 \leq [\rho(s_v)]^2, \\ & \left. \forall s_v \in [s_0, s_t], \quad |\delta_0| \leq \delta_{\max}/2 \right\}. \end{aligned}$$

где  $F_x(x_0, y_0, x'_0, y'_0, \delta_0, s_v) = \sum_{j=1}^{39} \mathcal{M}_{1,j}(s_v \leftarrow s_0) \cdot \Phi_{0j}$ ,  
 $F_y(x_0, y_0, x'_0, y'_0, \delta_0, s_v) = \sum_{j=1}^{39} \mathcal{M}_{2,j}(s_v \leftarrow s_0) \cdot \Phi_{0j}$  — преобразование фазовых координат из плоскости объектного коллиматора ( $s_0$ ) в произвольную плоскость ( $s_v$ );

$\mathbf{S} = \{a_i, L_i, g, B_i\}$  — вектор свободных параметров ЗФС (рис. 2.4), от которых зависит матрицант  $\mathcal{M}$ ;

$L_i$  — длины линз;

$a_i$  — расположение линз вдоль оптической оси;

$B_i$  — величины магнитной индукции на полюсах линз;

$i = 1 \dots N$ ,  $N$  — количество линз в системе;

$g$  — рабочее расстояние;

$2d$  — размер виртуальной фазовой диафрагмы в плоскости исследуемого образца;

$\delta_{\max}$  — максимальный разброс по импульсу ионов в пучке;

$\rho(s_v)$  — радиус апертуры ионопровода;

$B_{1\max}, B_{2\max}$  — максимально допустимые величины магнитной индукции на полюсах МКЛ;

$s_A, s_t$  — плоскость углового коллиматора и плоскость мишени соответственно.

Условие (2.14) определяет величину максимального приведенного

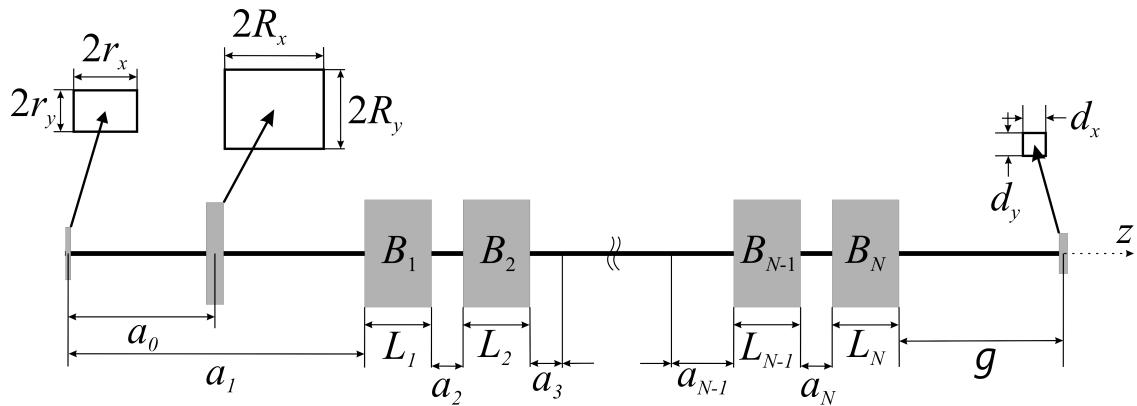


Рис. 2.4. Схема ЗФС с применением мультиплета МКЛ

коллимированного аксептанса, которая достигается при определенных оптимальных значениях размеров коллиматоров, расстояния между ними и вектора свободных параметров  $S$ . Равенство (2.14а) формулирует условие того, что приведенный коллимированный аксептанс является мерой объема фазового множества частиц, которые пройдут через коллиматоры без соприкосновения со стенками ионопровода и будут сфокусированы в пятно с фиксированными размерами на поверхности мишени. Последнее условие фокусировки в фиксированное пятно сформулировано в условии (2.14г). Здесь введено ограничение, связанное с величиной ионопровода. Это является важным условием при решении оптимизационной задачи формирования пучка при облучении области из нескольких зерен в конструкционных материалах, так как необходимо контролировать огибающую пучка. Условие (2.14б) определяет то, что ЗФС является стигматической и позволяет определить величину магнитной индукции на полюсах линз подключенных к двум независимым источникам тока. Условие (2.14в) накладывает ограничение на величину предельно допустимых значений магнитной индукции.

Главными параметрами в оптимизационной задаче (2.14) являются параметры ЗФС и размеры коллиматоров. Однако кроме главных параметров при оптимизации процессов формирования пучка в ЯСМЗ

существуют ряд физических и технологических ограничений, которые достаточно трудно формализовать. К таким не формализованным ограничениям относятся: учет влияния рассеяния ионов на ламелях коллиматоров, учет вибраций и внешних переменных электромагнитных полей, минимально возможные допуски изготовления магнитопровода линз и связанные с ними величины паразитных мультипольных компонент поля, точность позиционирования МКЛ в процессе юстировки, возможность расположения элементов ЗФС в экспериментальном зале и др. Перечисленные условия затрудняют применение стандартных методов оптимизации. Поэтому здесь применяется эвристический метод, основанный на анализе параметрических зависимостей функции цели, который позволяет также анализировать оптимизированные главные параметры на предмет их соответствия неформализованным ограничениям. Суть метода заключается в дискретизации параметров  $S$  в области их определения. Для каждого набора дискретных параметров оптимационная задача решается в три этапа. Первый этап состоит в определении величины магнитной индукции линз  $(B_{1v}, B_{2v})$  подключенных к двум независимым источникам питания с целью выполнения условия стигматичности (2.14б). Затем на втором этапе рассчитывается матрицант  $M$ , который определяет все ионно-оптические параметры ЗФС, что позволяет определить фазовое множество в (2.14г). На третьем этапе определяются оптимальные размеры объектного и углового коллиматоров, отвечающих максимальному приведенному коллимированному акцептансу ЗФС при фиксированных параметрах  $S$ .

Первоначальной задачей, которая решается при определении ионно-оптических свойств ЗФС, является удовлетворение условию стигматичности системы в параксиальном приближении. Данное условие будет достигнуто когда соответствующие элементы блоков матрицанта  $M = (s_t \leftarrow s_0)$  будут равны нулю (2.14б). Очевидно, что существует

бесконечное множество решений этой в общем случае нелинейной системы из двух уравнений, если число динамических параметров больше двух. Чтобы ограничить число решений уравнений (2.14б) определяют только два динамических параметра в ЗФС. Тогда ищутся решения уравнений (2.14б) относительно величины выбранных динамических параметров. Для увеличения числа динамических параметров необходимо ввести дополнительные условия, которые увеличат количество уравнений. К таким условиям можно отнести, например, равенство коэффициентов уменьшения. Другой метод увеличения количества динамических параметров заключается в переходе к другому принципу формирования зонда, основанном на преобразовании кроссовера в кроссовер. В этом случае для квадрупольных систем необходимо удовлетворить четырем равенствам [107], что позволяет увеличить число динамических параметров до четырех. Однако стоит учесть, что увеличение динамических параметров требует применения автоматической системы фокусировки, что при использовании магнитных фокусирующих систем, обладающих гистерезисом, вызывает серьезные трудности. В связи с этим, при оптимизации параметров ЗФС в ЯСМЗ выбираются лишь два динамических параметра, которые определяют напряженность магнитного поля на полюсах квадрупольных линз. На практике эти параметры задаются двумя независимыми источниками питания линз, каждый из которых запитывает пару линз с прямым или инверсным направлением тока в катушках. Обычно геометрические размеры квадруполей подключенных к одному и тому же источнику тока одинаковы. Это обеспечивает одинаковые величины модуля магнитной индукции на полюсах этих линз. В таких квадруполях для положительно заряженных частиц при прямом направлении тока в катушках обеспечиваются фокусирующие свойства линзы в плоскости  $x0z$  и дефокусирующие во взаимно перпендикулярной плоскости  $y0z$ . Напротив для инверсного направления тока в катушках

линза имеет фокусирующие свойства в плоскости  $y0z$  и дефокусирующие в плоскости  $x0z$ . В работе [128] дана простая геометрическая интерпретация метода решения системы двух нелинейных уравнений в прямоугольной области  $\mathcal{G} = \{B_{1v}, B_{2v} \mid 0 < B_{1v} \leq B_{1\max}, 0 < B_{2v} \leq B_{2\max}\}$ . Ее суть состоит в том, что каждое из уравнений (2.14б) представляет собою пересечение поверхности  $z = h_{x(y)}(B_{1v}, B_{2v}, \mathbf{S})$  с плоскостью  $z = 0$ , которое для каждого из двух уравнений является семейством кривых в плоскости  $z = 0$ . В свою очередь точки пересечения, соприкосновения или совпадения части кривых будут давать решения уравнения (2.14б). Такая геометрическая интерпретация позволила разработать алгоритм решения системы двух нелинейных уравнений, который позволяет находить все решения в прямоугольной области  $\mathcal{G}$  определения динамических параметров  $(B_{1v}, B_{2v})$ . Этот алгоритм реализован в численном коде PROBFORM [125], в который заложена также процедура вычисления матрицанта  $\mathcal{M}(s_t \leftarrow s_0)$ .

При численном решении уравнений (2.14б), также как и в эксперименте обеспечить точные равенства нулю этих уравнений невозможно. Поэтому ищется любая пара значений  $(B_{1v}^*, B_{2v}^*)$ , которая для любых сколь угодно малых значений  $\Delta x$  и  $\Delta y$  удовлетворяет неравенствам

$$\begin{aligned} h_x(B_{1v}^*, B_{2v}^*, \mathbf{S}) &\leq \Delta_x, \\ h_y(B_{1v}^*, B_{2v}^*, \mathbf{S}) &\leq \Delta_y. \end{aligned}$$

При этом величины  $\Delta_x$  и  $\Delta_y$  определяют астигматизм ЗФС.

После определения ионно-оптических характеристик параметрического мультиплета можно приступить к решению оптимизационной задачи (2.14). Если имеется ЗФС, у которой преобразование объект-мишень известно и

задано соотношениями

$$\begin{aligned} x_t &= F_x(x_0, y_0, x'_0, y'_0, \delta_0, s_t) = \sum_{j=1}^{39} \mathcal{M}_{1,j}(s_t \leftarrow s_0) \cdot \Phi_{0j}, \\ y_t &= F_y(x_0, y_0, x'_0, y'_0, \delta_0, s_t) = \sum_{j=1}^{39} \mathcal{M}_{2,j}(s_t \leftarrow s_0) \cdot \Phi_{0j}, \end{aligned} \quad (2.15)$$

то для формирования сфокусированного пучка с максимально возможным аксептансом и квадратным пятном на мишени со стороной  $d$ , можно использовать подход, изложенный в работе [129].

## **2.4. Формирование микрозонда с высокой плотностью тока с использованием мультиплетов МКЛ**

Одним из главных параметров при облучении материалов является плотность тока пучка на мишени, поскольку от нее напрямую зависит время необходимое для набора заданной дозы. В разделе 1 было описано преимущество использования сфокусированных ионных пучков по сравнению с простыми коллимированными в связи с разницей в плотности тока пучка на четыре порядка. В работе же [125] было показано, что с увеличением размера сфокусированного зонда в субмикронном интервале плотность тока возрастает. Причем данное свойство характерно для ЗФС с числом линз от 3 до 6. На практике такие результаты могут быть следствием влияния коллиматоров. При уменьшении размеров коллиматоров количество рассеянных на них частиц по отношению к общему количеству растет. Эти рассеянные частицы приводят к уширению пучка и соответственно к снижению плотности тока. При больших размерах коллиматоров, когда вкладом рассеянных частиц можно пренебречь зависимость плотности тока от размеров пучка на мишени будет определяться исключительно свойствами самой ЗФС. Таким образом, для

выбора оптимальных условий облучения необходимо проанализировать все возможные конфигурации имеющейся ЗФС.

В ЯСМЗ ИПФ НАН Украины для фокусировки пучка на мишени в режиме микроанализа используется распределенный «русский квадруплет» МКЛ, в котором линзы объединены в дублеты и дублеты дистанцированы друг от друга вдоль оси системы на 80 см. Данная конфигурация ЗФС позволяет использовать в качестве фокусирующей системы дублет МКЛ без каких-либо изменений в конструкции ЯСМЗ. Существует возможность использовать для фокусировки пучка и триплет МКЛ при внесении небольших модификаций в конструкцию микрозонда: сдвинуть первый дублет по ходу пучка ко второму. Именно эти фокусирующие системы и были выбраны для рассмотрения зависимости плотности тока от величины размера пучка на мишени. Дополнительным изменяемым параметром выступало рабочее расстояние, которое также влияет на плотность тока.

При расчетах плоскость углового коллиматора располагалась на входе в первую МКЛ. Общая длина системы для всех ЗФС равнялась 4 м. Параметры фокусирующих систем представлены в табл. 2.1. Радиус апертуры всех линз 0,65 см. Рабочее расстояние  $g$  варьировалось в диапазоне 4 . . . 24 см за счет изменения объектного расстояния (расстояния между коллиматорами). Вычисления проводились для пучка протонов с энергией  $E = 1$  МэВ и максимальным значением энергетического разброса частиц в пучке  $\delta_{\max} = 10^{-3}$ . Параметры ионно-оптических свойств ЗФС, такие как коэффициенты уменьшения  $D_x$ ,  $D_y$  (табл. 2.2), aberrации, магнитная индукция на полюсах линз получены с помощью численного кода PROBFORM.

Плотность тока выражалась через приведенный коллимированный аксептанс ЗФС определяемый максимальной величиной фазового объема, сформированного объектным и угловым коллиматорами, который с помощью ЗФС преобразовывается в плоскости мишени в фазовый объем

Таблица 2.1

**Параметры фокусирующих систем**

	Дублет	Триплет типа «Oxford»	Распределенный «Русский квадруплет»
Эффективная длина линз (по ходу пучка), см	5,067 7,141	5,067 5,067 7,141	7,141 5,067 5,067 7,141
Расстояние между линзами, см	3,94	3,94 3,94	3,94 80 3,94

с линейными поперечными размерами в виде квадрата со стороной  $d$ :

$$\max(J) = \mathcal{A} \cdot b/d^2.$$

Для вычисления аксептанса при фокусировке пучка в пятно на мишени с заданными размерами применялся программный код МАХВЕМИТ, который использует ионно-оптические параметры ЗФС рассчитанные на предыдущем этапе и является реализацией решения оптимизационной задачи описанной в подразделе 2.3. Размеры зонда на мишени  $d$  считаются заданными.

На рис. 2.5 приведены результаты расчетов ЗФС на базе мультиплетов МКЛ. Слева представлены зависимости приведенного коллимированного аксептанса от размеров пучка на мишени для разных рабочих расстояний. Справа показаны огибающие пучка, где в виде диаграмм изображены МКЛ с представленными в масштабе размерами и знаком полярности эффективного поля линз. Пунктирной линией изображена граница

Таблица 2.2

## Коэффициенты уменьшения ЗФС

$g$ , см	Дублет		Триплет типа «Oxford»		Распределенный «Русский квадруплет»	
	$D_x$	$D_y$	$D_x$	$D_y$	$D_x$	$D_y$
4	-10	-98	139	-25	178	178
8	-9	-62	81	-21	100	100
12	-8	-44	54	-17	63	63
16	-7	-33	40	-14	44	44
20	-6	-27	31	-13	32	32
24	-6	-22	25	-11	24	24

ионопровода. Как видно плотность приведенного коллимированного аксептанса для ЗФС на базе триплета и распределенного «русского квадруплета» имеет ярко выраженные максимумы, величина которых зависит от рабочего расстояния и размеров пучка на мишени, тогда как для ЗФС на базе дублета она монотонно возрастает с ростом размеров зонда. Установлено, что геометрические размеры ионопровода, которые жестко связаны с размером апертуры МКЛ в районе их расположения ограничивают максимальную плотность приведенного аксептанса ЗФС на базе дублета МКЛ. В тоже время огибающие пучка для двух остальных ЗФС показывают, что геометрические размеры ионопровода не являются ограничивающим фактором их максимальной плотности приведенного аксептанса.

Стоит отметить общую тенденцию всех рассмотренных ЗФС, которая заключается в том, что при малых размерах пятна на мишени наиболее выигрышными оказываются системы с малым рабочим расстоянием. Если же рассматривать системы исключительно исходя из максимальной

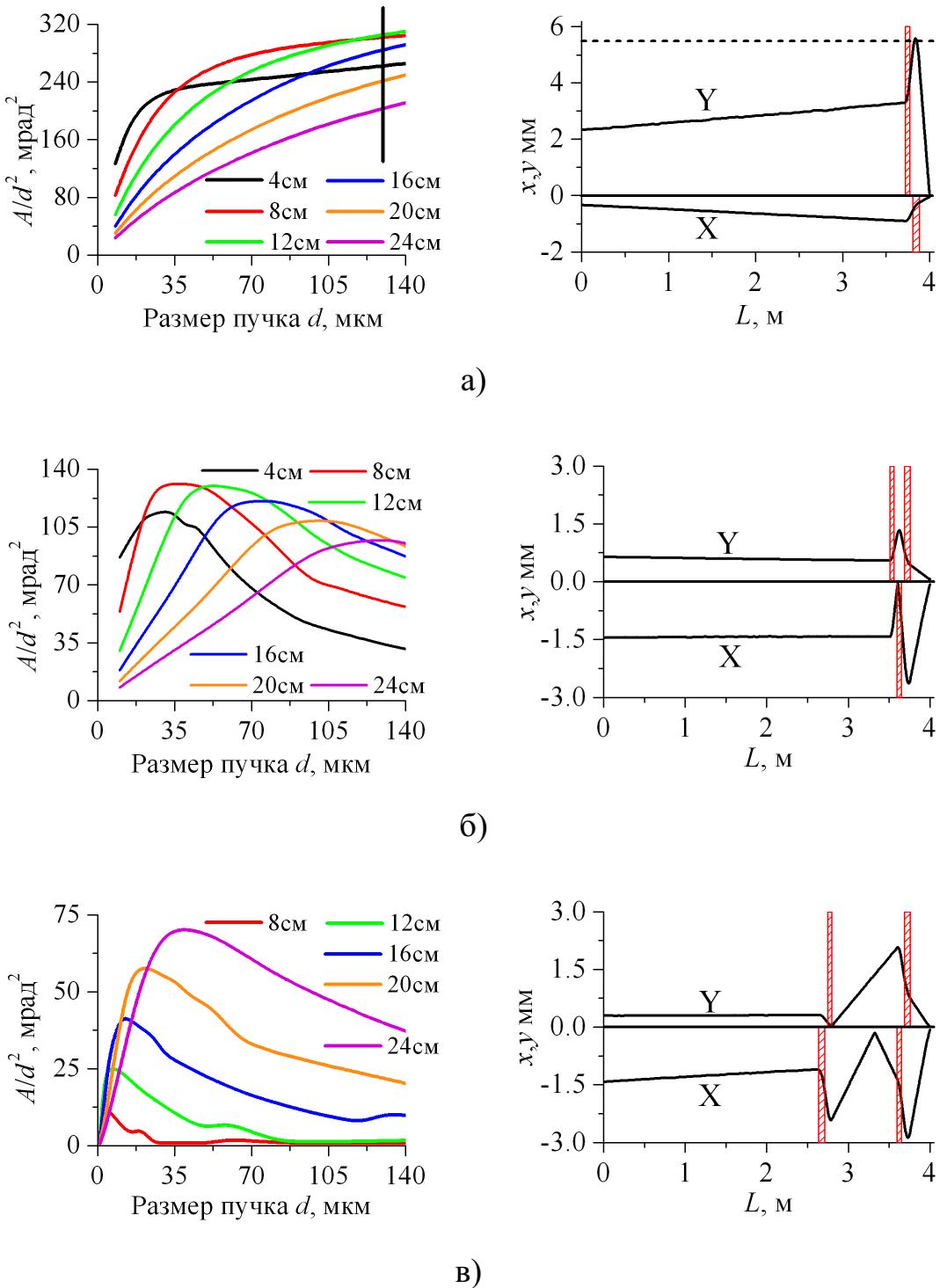


Рис. 2.5. Зависимость плотности приведенного аксептанса от размеров пучка на мишени для разных рабочих расстояний в ЗФС на базе: а) дублета МКЛ (огибающая пучка для рабочего расстояния  $g=12$  см и стороной пучка на мишени  $d=130$  мкм); б) триплета МКЛ ( $g=24$  см и  $d=140$  мкм); в) распределенного «русского квадруплета» ( $g=24$  см и  $d=140$  мкм)

плотности тока, не принимая во внимание размеры пятна на мишени, то наилучшие параметры для ЗФС на базе дублета и триплета МКЛ будут достигаться при рабочих расстояниях 8–12 см. Для распределенного «русского квадруплета» приведенная плотность аксептанса неуклонно растет с увеличением рабочего расстояния. ЗФС на базе дублета МКЛ, которым характерны большие величины аксептанса в сравнении с другими компактными мультиплетами [130], продемонстрировали свое преимущество для облучения областей размеров сторон которых не превышает десятки мкм.

## **2.5. Выводы к разделу 2**

1. Особенность магнитного поля МКЛ заключается в двух поперечных направлениях силовых линий к оси пучка направленных в противоположные стороны, что обеспечивает фокусирующее действие на заряженную частицу в одной плоскости и дефокусирующее в другой. Для описания поля МКЛ, у которых радиус апертуры на порядок меньше их длины, можно использовать модель распределения мультипольных компонент, в которой реальное продольное распределение поля заменяется эффективным полем со ступенчатыми краями на входе и выходе линзы. Такая прямоугольная модель позволяет получить приближенное аналитическое решение уравнений движения заряженных частиц в МКЛ.
2. Движение заряженных частиц в МКЛ описываются нелинейными дифференциальными уравнениями. Для получения приближенных линейных дифференциальных уравнений используется переход к расширенному пространству фазовых моментов. Матрица, осуществляющая преобразование фазовых моментов из поперечной

плоскости к оси на входе в линзу в соответствующую плоскость на выходе называется матрицантом. Описанный формализм, позволяющий построить матрицант для системы линейных дифференциальных уравнений относительно фазовых моментов в МКЛ, дает возможность проводить моделирование процессов движения пучков заряженных частиц в нелинейных ЗФС, состоящих из нескольких квадрупольей.

3. Критерий оптимизации ЗФС вытекает из требований задач решаемых с помощью ЯСМЗ. В связи с этим физически обоснованным является получение максимального тока пучка сфокусированного в зонд заданного размера. В качестве целевой функции берется приведенный коллимированный аксептанс ЗФС который прямо пропорционален току пучка. Перед решением оптимизационной задачи необходимо определить ионно-оптические характеристики ЗФС обеспечивающие стигматическую фокусировку с учетом физических ограничений накладываемых на элементы системы. Задача оптимизации заключается в поиске размеров коллиматоров, которые обеспечивают максимальный приведенный коллимированный аксептанс для рассчитанной ЗФС. Важным дополнением в постановке оптимизационной задачи является введение ограничения на отклонение частиц от оси связанное с радиусом апертуры ионопровода. Это позволяет контролировать огибающую пучка в задаче облучения микрообластей конструкционных материалов.
4. Проведен теоретический анализ оптимальной конфигурации ЗФС на базе мультиплетов МКЛ в ЯСМЗ для задач облучения микроскопических областей материалов. Найдены зависимости плотности тока, выраженные через приведенный коллимированный аксептанс, от размеров зонда на мишени для рабочих расстояний

в диапазоне 4...24 см. Показано, что величина максимальной плотности тока ЗФС на базе дублета МКЛ ограничена размером апертуры ионопровода внутри МКЛ. Подтверждено что с уменьшением размеров пучка на мишени плотность тока зонда увеличивается с уменьшением рабочего расстояния.

## РАЗДЕЛ 3

### **ФОРМИРОВАНИЕ МИКРОЗОНДА С РАВНОМЕРНЫМ РАСПРЕДЕЛЕНИЕМ ПЛОТНОСТИ ТОКА**

Во время облучения дефекты в материале образуются неравномерно. Их распределение по глубине главным образом зависит от энергии и сорта частиц. Распределение же по площади определяется как параметрами падающего пучка, так и режимом облучения — стационарный или сканирующий. Наиболее простой способ облучения представляет собою использование выходящего из ускорителя пучка без каких-либо преобразований. В этом случае, размер облучаемой области полностью совпадает с размером пучка, а распределение дефектов соответствует распределению частиц в пучке, профиль которого имеет форму Гаусса [131]. Для получения равномерного распределения по площади применяют процедуру сканирования, что увеличивает время облучения. В случаях, когда необходимо облучать области размерами в десятки и сотни микрон может применяться коллимирование пучка диафрагмами, однако в этом случае плотность тока не высока. Для того, чтобы сократить время облучение необходимо использовать сфокусированные пучки обладающие высокой плотностью тока. При этом стоит задача: как с помощью стационарного сфокусированного пучка вносить в заданную область образца дозу, равномерно распределенную по площади. Выход здесь есть только один — формировать сфокусированный пучок таким образом, чтобы плотность тока пучка в плоскости мишени имела равномерное распределение.

### **3.1. Получение параметров распределения ионов пучка в фазовом пространстве**

В задачах оптимизации получения пучка на мишени с максимальной плотностью тока предполагается, что фазовый объем сформированный коллиматорами полностью заполняется пучком. В случае если размеры объектного и углового коллиматоров не сильно отличаются, это условие выполняется. Однако если размеры углового коллиматора значительно превышают объектный, то на практике может возникать ситуация, когда пучок, у которого угловая расходимость маленькая, не будет заполнять весь фазовый объем аксептанса, нарушая тем самым процесс согласования эмиттанса пучка с аксептантом ЗФС. Чтобы избежать подобных случаев, при решении оптимизационных задач необходимо указывать реальное распределение частиц в пучке на входе в ЗФС. Для этих целей часто используют специальный прибор позволяющий измерять эмиттанс пучка. Принцип его работы заключается в выделении апертурой части пучка в одной поперечной плоскости и измерение для этой части распределения частиц в другой перпендикулярной пучку плоскости, удаленной на определенное расстояние. Меняя положение апертуры  $(x, y)$  при помощи электромеханического двигателя и повторяя процедуру измерения во второй плоскости, получают зависимость распределения величины тока от поперечных и угловых координат пучка. При этом частицы регистрируются проволочным сканером или, пройдя вторую подвижную апертуру, цилиндром Фарадея. Такой прямой метод измерения эмиттансовых характеристик пучка имеет два существенных недостатка. Во-первых, для установки эмиттансометра требуется демонтаж части ионопровода. Во-вторых, он не позволяет определить распределение частиц в приосевой области пучка. Это связано с необходимостью уменьшать размеры апертур, что приводит к значительным погрешностям измерений

вызванные рассеянием частиц на стенках апертур. Для преодоления этих проблем необходимо было разработать новый метод, который бы использовал стандартные компоненты микрозонда и не был бы подвержен влиянию рассеянных частиц на краях щелевых устройств.

В ЯСМЗ для выделения линейных и угловых размеров ионного пучка применяются прецизионные объектный и угловой коллиматоры. Указанные функции коллиматоров обуславливают высокую точность позиционирования и задания величины коллимационных окон. Их можно применить для определения распределения яркости в траекторном фазовом пространстве. В работе [132] для получения параметров приосевой яркости пучка в ЯСМЗ был разработан метод, основанный на интегральном представлении тока пучка через распределение яркости. Основным преимуществом такого интегрального метода перед дифференциальным является то, что в интегральном методе можно использовать размеры коллимационных окон со значениями, при которых доля рассеянных частиц на краях окон будет значительно меньше основной части прошедших частиц пучка. Разработанный метод позволил авторам использовать размеры щели в 40 мкм, тогда как критическим значением для их типа коллиматоров, при котором вкладом рассеянных частиц нельзя пренебречь, является 10 мкм. В своей работе исследователи выбрали максимальные размеры окон  $100 \times 100$  мкм<sup>2</sup>, сосредоточившись на получении параметров приосевого распределения частиц в пучке, используя возможность ламелей заходить за ось коллиматора. Однако для получения параметров распределения частиц в макропучке такой подход может быть неосуществим, поскольку конструкция коллиматоров обычно позволяет осуществлять перемещение ламелей от какого-то максимального значения до положения оси, т.е. отсутствует возможность пересечения ламелью оси. Поэтому разработанный интегральный метод требовал доработки. Важно также помнить, что поскольку метод интегральный то в том случае,

когда пучок сформирован в плоскости объектного коллиматора таким образом, что контуры аксептанса коллимационных щелей коллиматоров не вписываются в эмиттанс пучка, метод не дает адекватных результатов.

На рис. 3.1 показана схема измерений. Оба коллиматора имеют одинаковую конструкцию и состоят из взаимно перпендикулярных щелей. Прямое измерение прошедшего тока выполняется с помощью цилиндра Фарадея.

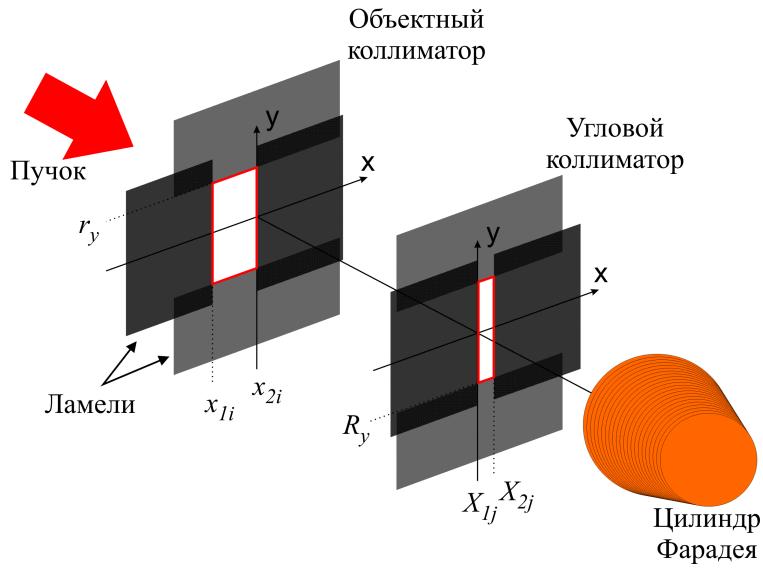


Рис. 3.1. Схема измерений распределения тока прошедшего через коллимационные окна

В большинстве плазменных источников ионы имеют Максвелловское распределение по скоростям. В этом случае частицы пучка подчиняются нормальному распределению в траекторном фазовом пространстве. Так как ионный источник и электростатический ускоритель являются аксиально-симметричными и оптическая система транспортировки имеет очень низкий уровень aberrаций, то распределение яркости в четырехмерном траекторном фазовом пространстве  $(x, y, x', y')$  может быть представлено как произведение двух распределений в  $(x, x')$  и  $(y, y')$

плоскостях

$$b(x, y, x', y') = b_0 \cdot b_x(x, x') \cdot b_y(y, y'), \quad (3.1)$$

где

$$b_\tau(\tau, \tau') = \exp \left[ -\frac{1}{2(1 - k_\tau^2)} \left( \frac{(\tau - \tau_0)^2}{\sigma_\tau^2} - 2k_\tau \frac{(\tau - \tau_0)(\tau' - \tau'_0)}{\sigma_\tau \sigma_{\tau'}} + \frac{(\tau' - \tau'_0)^2}{\sigma_{\tau'}^2} \right) \right],$$

$\tau = (x, y)$ ;

$b_0$  — осевая яркость пучка;

$\tau_0, \tau'_0$  — ошибка позиционирования коллиматоров;

$\sigma_\tau, \sigma_{\tau'}$  — стандартное отклонение;

$k_\tau$  — корреляционный коэффициент между  $\tau$  и  $\tau'$ ;

$b_0, \tau_0, \tau'_0, \sigma_\tau, \sigma_{\tau'}, k_\tau$  — параметры распределения яркости, которые восстанавливаются из измерений тока пучка.

Ток пучка прошедший через объектный и угловой коллиматоры с размерами коллимационный окон представленными на рис. 3.1 может быть определен из соотношения:

$$\Omega_{x,ij}(\mathbf{a}_x) = \alpha_x \int_{x_{1i}}^{x_{2i}} \int_{(X_{1j}-\mu)/A}^{(X_{2j}-\mu)/A} b_x(\mu, v) dv d\mu, \quad (3.2)$$

где  $\mathbf{a}_x = \{\alpha_x, \sigma_x, x_0, \sigma_{x'}, x'_0, k_x\}$  является вектором восстанавливаемых параметров в фазовой плоскости  $(x, x')$ ;

$x_{1i}, x_{2i}$  — координаты левой и правой ламелей вертикальной щели объектного коллиматора соответственно (рис. 3.1);

$X_{1j}, X_{2j}$  — координаты левой и правой ламелей вертикальной щели углового коллиматора соответственно (рис. 3.1);

$$\alpha_x = b_0 \int_{-r_y}^{r_y} \int_{(-R_y-\mu)/A}^{(R_y-\mu)/A} b_y(\mu, v) dv d\mu — коэффициент нормализации;$$

$r_y$  — постоянная координата верхней и нижней ламелей горизонтальной

щели объектного коллиматора (рис. 3.1);

$R_y$  — постоянная координата верхней и нижней ламелей горизонтальной щели углового коллиматора (рис. 3.1);

$A$  — расстояние между объектным и угловым коллиматорами ( $A = 1945$  мм).

Для измерения распределения тока в  $y$  направлении необходимо сделать замену  $x \leftrightarrow y$  в соотношении (3.2). В соотношении (3.2) величина  $\Omega_{x,ij}(\mathbf{a}_x)$  определяет ток пучка прошедшего через четырехмерное фазовое окно, которое формируется с помощью объектного и углового коллиматоров. Элементы вектора  $\mathbf{a}_x$  определяются подгонкой с применением метода Левенберга-Марквардта [133] в результате минимизации соотношения:

$$\chi^2(\mathbf{a}_x) = \sum_{(i,j)=1}^{(M_x, N_x)} \left[ \frac{I_{x,ij} - \Omega_{x,ij}(\mathbf{a}_x)}{\Delta_{x,ij}} \right]^2,$$

где элементы вектора  $\mathbf{a}_x$  отвечают минимуму функции  $\chi^2(\mathbf{a}_x)$ ;

$I_{x,ij}$  — величина измеренного тока пучка для данного четырехмерного фазового окна заданного координатами ламелей  $x_{1i}, x_{2i}, X_{1j}, X_{2j}, r_y, R_y$  (рис. 3.1);

$M_x, N_x$  — число вариаций окон объектного и углового коллиматоров;

$\Delta_{x,ij}$  — погрешность измерения тока пучка.

После того как определены параметры  $\sigma_x, x_0, \sigma_{x'}, x'_0, k_x, \sigma_y, y_0, \sigma_{y'}, y'_0, k_y$ , величина осевой яркости для каждого четырехмерного фазового окна определяется из соотношений:

$$b_{0x,ij} = I_{x,ij} \left/ \begin{pmatrix} \int_{x_{1i}}^{x_{2i}} \int_{(X_{1j}+\mu)/A}^{(X_{2j}-\mu)/A} b_x(\mu, v) dv d\mu & \int_{-r_y}^{r_y} \int_{(R_y+\mu)/A}^{(R_y-\mu)/A} b_y(\mu, v) dv d\mu \\ \int_{y_{1i}}^{y_{2i}} \int_{(Y_{1j}+\mu)/A}^{(Y_{2j}-\mu)/A} b_y(\mu, v) dv d\mu & \int_{-r_x}^{r_x} \int_{(R_x+\mu)/A}^{(R_x-\mu)/A} b_x(\mu, v) dv d\mu \end{pmatrix} \right.,$$

$$b_{0y,ij} = I_{y,ij} \left/ \begin{pmatrix} \int_{x_{1i}}^{x_{2i}} \int_{(X_{1j}+\mu)/A}^{(X_{2j}-\mu)/A} b_x(\mu, v) dv d\mu & \int_{-r_y}^{r_y} \int_{(R_y+\mu)/A}^{(R_y-\mu)/A} b_y(\mu, v) dv d\mu \\ \int_{y_{1i}}^{y_{2i}} \int_{(Y_{1j}+\mu)/A}^{(Y_{2j}-\mu)/A} b_y(\mu, v) dv d\mu & \int_{-r_x}^{r_x} \int_{(R_x+\mu)/A}^{(R_x-\mu)/A} b_x(\mu, v) dv d\mu \end{pmatrix} \right.. \quad (3.3)$$

Так как ток в электростатическом ускорителе имеет временную и пространственную нестабильность, то осевая яркость определяется в виде:

$$b_0 = \bar{b}_0 \pm \Delta b_{0rms},$$

где  $\bar{b}_0$  — среднеквадратичная величина для всех окон вычисленная из соотношений (3.3);

$\Delta b_{0rms}$  — стандартная ошибка.

Определение распределения яркости на входе в канал ЯСМЗ аналитического ускорительного комплекса ИПФ НАН Украины с помощью объектного и углового коллиматора производилось для пучка протонов с энергией 1 МэВ. При этом пучок был предварительно сформирован дублетом электростатических квадрупольных линз конденсорной системы для обеспечения облучения мишени с целью исследования радиационно-стимулированной миграции примесей на границах зерен конструкционных материалов. Дублет расположен перед объектным коллиматором, что позволяет изменять распределение яркости на входе в ЗФС ЯСМЗ. Для этого режима требовалось сфокусировать пучок с током в десятки нА в пятно с размерами несколько десятков микрометров. Для вырезания части пучка в ИПФ НАН Украины используются коллиматоры щелевого типа. Объектный и угловой коллиматоры имеют одинаковую конструкцию (рис. 3.2). Формирование окон осуществляется с помощью ламелей представляющих собою полированные стержни диаметром 5 мм изготовленные из вольфрама. Перемещение каждой из ламелей происходит за счет микровинтов с точностью позиционирования 2 мкм. Максимальное смещение составляет 2 мм. Объектный и угловой коллиматоры разнесены друг от друга на расстояние 195 мм, что с учетом точности позиционирования позволяет изменять угол оси, проходящий через центры коллимационных окон коллиматоров относительно оси пучка

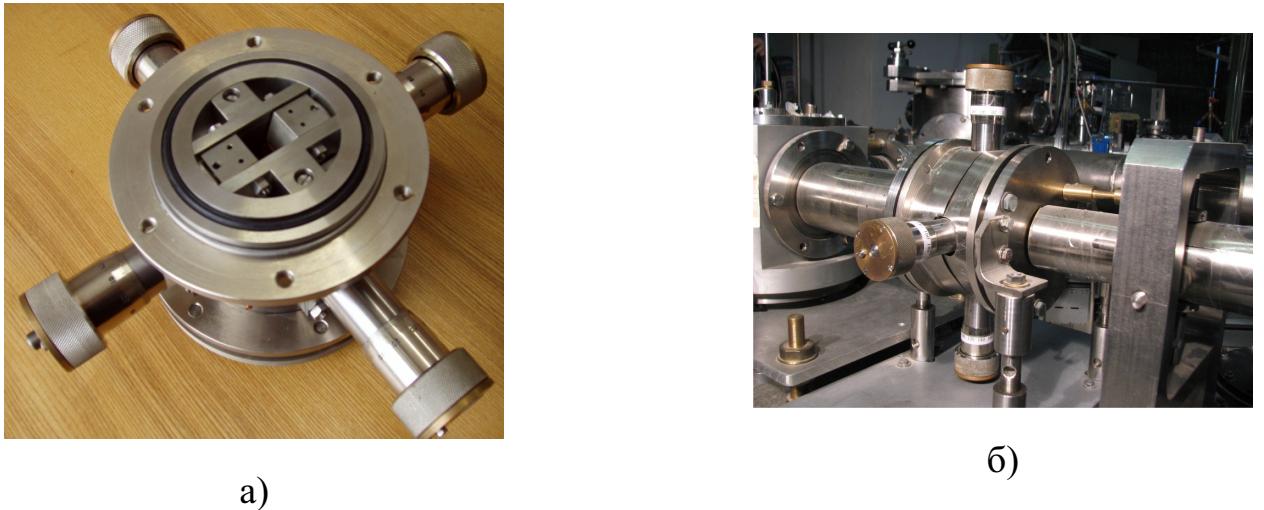


Рис. 3.2. Коллиматор ЯСМЗ: а) изображение коллиматора в сборе; б) изображение углового коллиматора в составе ЯСМЗ

с точностью 0,001 мрад. Такая величина точности является достаточной для восстановления углового распределения частиц пучка, поскольку углы расходимости 2 МэВ пучка на выходе из ускорителя имеют величину порядка 0,1 мрад. Измерение тока пучка прошедшего через заданные размеры объектного и углового коллиматоров осуществляется с помощью цилиндра Фарадея, который размещен в камере диагностики пучка, расположенной за угловым коллиматором. Поскольку его диаметр равен 1 см, а максимальный размер окна коллиматора  $4 \times 4 \text{ мм}^2$ , то искажений измерений тока пучка связанные с выходом пучка за границы цилиндра Фарадея не возникают. Для подавления вторичных электронов, которые могут вносить погрешность в измерение тока пучка, в цилиндре Фарадея имеется запирающий электрод, на который подается потенциал  $-300 \text{ В}$ . Между запирающим и измерительным электродами установлен дополнительный заземленный электрод. Он служит для предотвращения искажений измерений тока пучка измеряемым электродом за счет токов утечки через изолятор со стороны запирающего электрода. Измерение тока пучка производится с помощью быстродействующего интегратора тока с диапазоном измерений  $10^{-12} \dots 10^{-5} \text{ А}$ . Встроенный контроллер

позволяет получать массив последовательных значений накопленного заряда с заданным интервалом, который затем пересчитывается в величину тока.

Перед измерением тока пучка производилась юстировка коллиматоров с целью совмещения оси коллиматоров с осью пучка. Для этих целей вначале с помощью вертикального и горизонтального корректоров пучок проводился в камеру взаимодействия пучка с мишениями, на входе которой имеется 2 мм диафрагма таким образом, чтобы ток пучка был максимальным. Затем выставлялись окна коллиматоров размером  $100 \times 100 \text{ мкм}^2$  и, за счет механического перемещения каждого коллиматора как целого, выполнялось совмещение оси коллиматоров с осью пучка. Критерием точности совмещения осей выступал ток пучка. Ток пучка прошедший через окно коллиматора будет максимальным при полном совмещении оси коллиматора с осью пучка.

При измерениях тока пучка размеры коллимационных окон имели следующие размеры. Максимальное отклонение от оси каждой ламели коллиматоров составляло  $r_y = R_y = 0,5 \text{ мм}$ . Поэтому максимальный размер коллимационного окна был  $1 \times 1 \text{ мм}^2$ . Первоначально устанавливалось окно объектного коллиматора с координатами ламелей  $x_{11} = 0,5 \text{ мм}$ ,  $x_{21} = 0$ . Прошедший ток измерялся через два коллимационных окна с изменением координат углового коллиматора с шагом 0,2 мм (рис. 3.1):

$$X_{11} = 0,5 \text{ мм} \quad X_{21} = 0;$$

$$X_{12} = 0,3 \text{ мм} \quad X_{22} = 0;$$

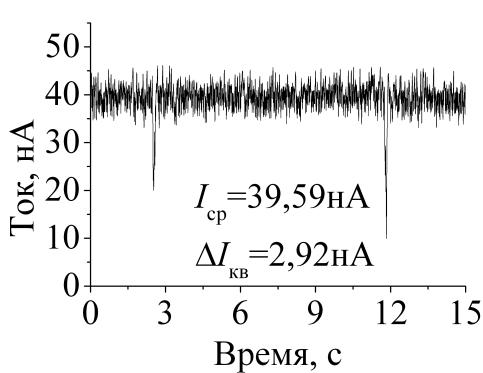
$$X_{13} = 0,1 \text{ мм} \quad X_{23} = 0,1 \text{ мм};$$

$$X_{14} = 0 \quad X_{24} = 0,3 \text{ мм};$$

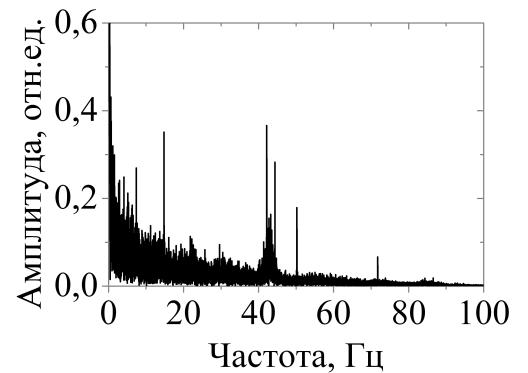
$$X_{15} = 0 \quad X_{25} = 0,5 \text{ мм};$$

После этого размер щели объектного коллиматора изменялся с шагом 0,2 мм как и для углового коллиматора и для каждого набора коллимационных окон измерялся ток пучка за коллиматорами.

Величина тока определялась за счет обработки данных полученных с интегратора тока. Интегратор тока выдавал значения тока пучка с интервалом 2 мс на протяжении 15 с (рис. 3.3а). После чего определялось среднее значение тока и его среднеквадратичное отклонение. Проведение данной процедуры связано с временной нестабильностью тока пучка вызванной двумя аспектами: нестабильностью самого тока пучка связанной с источником ионов (образование ионов содержит временную зависимость) и нестабильностью оси пучка связанной с конструкцией ускорителя, а также внешними рассеянными полями в экспериментальном зале. Вклад каждого из них можно оценить на рис. 3.3б. Пульсации высокого напряжения в ускорителях типа Ван де Граафф могут быть вызваны неоднородностями ленты транспортировки заряда и приводить к тому, что энергия пучка на входе в анализирующий магнит может иметь временную зависимость. Чтобы избежать влияния временных нестабильностей на измеряемую величину тока необходимо производить измерение тока в течении некоторого промежутка времени. В добавок к этому для каждого выделенного окна производились три серии измерений тока, которые затем усреднялись.



а)



б)

Рис. 3.3. Измеренный ток пучка на выходе из углового коллиматора в камере диагностики пучка: а) зависимость тока от времени; б) частотная характеристика тока пучка

В результате была получена матрица значений токов с размерностью  $M_x \times N_x = 5 \times 5$ . Аналогичным образом производились измерения и в плоскости  $y0s$ . Обработка результатов измерений дала следующие результаты:

$$b_0 = (6,7 \pm 1,1) \text{ пкА/(мкм}^2\cdot\text{мрад}^2\text{)};$$

$$\sigma_x = 0,621 \text{ мм}; x_0 = -0,049 \text{ мм}; \sigma_{x'} = 0,088 \text{ мрад}; x'_0 = -0,016 \text{ мрад}; k_x = -0,4;$$

$$\sigma_y = 0,667 \text{ мм}; y_0 = -0,011 \text{ мм}; \sigma_{y'} = 0,098 \text{ мрад}; y'_0 = -0,001 \text{ мрад}; k_y = -0,9.$$

Результаты измерений проведенные в разное время и при разных условиях приведены в приложении (стр. 136). В экспериментальных работах помимо приведенных выше размеров коллиматоров использовались и другие значения, например, в табл. 3 приложения максимальное отклонение ламелей от оси пучка — 0,4 мм, шаг — 0,2 мм, полученная матрица —  $M \times N = 4 \times 4$ , а в табл. 4 приложения: 0,45 мм, 0,15 мм,  $M \times N = 6 \times 6$  соответственно. По данным приведенным в приложении можно оценить влияние конденсорной системы на параметры распределения частиц пучка на входе в ЗФС ЯСМЗ.

Величина приосевой яркости хорошо согласуется с данными полученными при измерении приосевого распределения частиц пучка проводимые для пучков используемых в режиме микроанализа [132]:

$$b_0 = (6,97 \pm 0,9) \text{ пкА/(мкм}^2\cdot\text{мрад}^2\text{)};$$

$$\sigma_x = 0,146 \text{ мм}; x_0 = -0,04 \text{ мм}; \sigma_{x'} = 0,046 \text{ мрад}; x'_0 = 0,017 \text{ мрад}; k_x = 0,5; \sigma_y = 0,144 \text{ мм}; y_0 = 0,013 \text{ мм}; \sigma_{y'} = 0,161 \text{ мрад}; y'_0 = -0,0004 \text{ мрад}; k_y = 0,3.$$

Разница в параметрах распределения обусловлена режимом работы конденсорной системы, который выбирают исходя из поставленной задачи. Для задач облучения дублет электростатических линз запитан таким образом, что пучок в целом является сходящимся ( $k_x, k_y$  — отрицательные). Для задач микроанализа режим запитки конденсорной

системы обеспечивает сжатие пучка в плоскости объектного коллиматора ( $\sigma_x, \sigma_y$  имеют существенно меньшие значения), но при этом пучок в целом является расходящимся.

### **3.2. Методы определения распределения плотности тока на мишени**

Рассмотренные методы определения распределения яркости пучка в траекторном фазовом пространстве позволяют с использованием экспериментальных данных задать это распределение в аналитическом виде (3.1). Но так как пучок на входе в ЯСМЗ формируется с помощью коллиматоров, то в этом случае происходит отсечение той части первоначального пучка, которая не входит в область фазового объема выделенного объектным и угловым коллиматорами. Таким образом, в выделенном фазовом объеме пучок имеет распределение в виде (3.1). В этом случае необходимо решить задачу по определению плотности тока пучка сфокусированного на поверхности мишени. Существуют два подхода: аналитический и подход, основанный на многочастичном приближении выделенной части пучка с помощью коллиматоров.

#### **3.2.1. Интегральный метод определения распределения плотности тока.**

С решением задач по определению плотности тока пучка на мишени, сформированного электронно-оптической системой, можно ознакомиться в работах [119, 134–136]. В этих работах с целью получения аналитических выражений применялся ряд допущений, в которых рассматривались только некоторые из aberrаций, в частности не был рассмотрен вопрос учета хроматической неоднородности, что является важным в квадрупольных ЗФС ЯСМЗ. Поэтому в работе [137] этот подход был усовершенствован, что

позволило наиболее полно решить задачу по вычислению распределения плотности тока на мишени при оптимизации процесса формирования пучка с учетом неоднородной фазовой плотности пучка в ЯСМЗ. На основании выше изложенного интегральное представление распределении плотности тока на мишени  $J(x_t, y_t)$  можно записать в виде

$$J(x_t, y_t) = \frac{1}{\delta_{\max}} \int_{-\frac{\delta_{\max}}{2}}^{\frac{\delta_{\max}}{2}} \iint_{\Omega(x_t, y_t)} b_t(x_t, y_t, x'_t, y'_t, \delta) dx'_t dy'_t d\delta, \quad (3.4)$$

где  $\Omega(x_t, y_t, \delta)$  — угловая фазовая поверхность при фиксированных  $x_t$ ,  $y_t$  и  $\delta$ , т.е. это двумерная область, по которой производится интегрирование;  $b_t$  — распределение яркости в плоскости мишени.

При формировании пучка в нелинейных системах, преобразование фазовых траекторных координат частицы, которая движется из плоскости объектного коллиматора в плоскость мишени, зависит от величины отклонения импульса частицы от среднего значения. Распределение яркости в таких ЗФС будет зависеть от разброса по импульсу частиц, который необходимо учитывать. В связи с этим, в соотношении (3.4) введено интегрирование по разбросу по импульсу. Отклонение по импульсу в пучке также влияет и на угловую фазовую площадь  $\Omega(x_t, y_t, \delta)$ . Из-за хроматических aberrаций фазовый объем пучка в плоскости мишени будет зависеть от неоднородности частиц по импульсу. Поэтому функция распределения фазовой плотности, зависящая от ионно-оптических свойств ЗФС, и хроматическая неоднородность пучка задают распределение яркости в плоскости мишени согласно выражению (3.4). Эти задающие величины связаны с физическими и геометрическими параметрами системы формирования пучка. Поскольку преобразование траекторных фазовых координат является нелинейным, то

фазовый объем в виде четырехмерного гиперпараллелепипеда в плоскости объектного коллиматора может видоизмениться в сложный четырехмерный объем неправильной формы в плоскости мишени. Поэтому определение угловой фазовой площади  $\Omega(x_t, y_t, \delta)$ , которая зависит от размеров объектного и углового коллиматоров представляет собою сложную задачу.

Для упрощения процедуры интегрирования необходимо выполнить переход к области интегрирования в плоскости объекта по принципу методов используемых в электронной оптике. В результате размеры объектного и углового коллиматоров будут определять фазовый объем, представленный в виде четырехмерного гиперпараллелепипеда. Для такого перехода в соотношении (3.4) необходимо изменить подынтегральную функцию и переменные интегрирования, как это описано ниже.

В соотношениях (2.15) преобразования траекторных фазовых координат являются линейными относительно фазовых моментов и нелинейными относительно самих траекторных фазовых координат в плоскости объекта представляя собою зависимость в виде полинома. Поэтому соотношения между фазовыми координатами мишени и объекта могут быть записаны в общем виде

$$\begin{aligned} x_t &= \Lambda_x(x_0, y_0, x'_0, y'_0, \delta), & y_t &= \Lambda_y(x_0, y_0, x'_0, y'_0, \delta), \\ x'_t &= \Upsilon_x(x_0, y_0, x'_0, y'_0, \delta), & y'_t &= \Upsilon_y(x_0, y_0, x'_0, y'_0, \delta), \end{aligned} \quad (3.5)$$

где  $x_t, x_0$  — фазовые координаты в плоскостях мишени и объектного коллиматора соответственно.

Для получения обратного преобразования используется свойство матрицы  $\mathcal{M}(z_r \leftarrow z_0) = \mathcal{M}^{-1}(z_0 \leftarrow z_t)$

$$\begin{aligned} x_0 &= \lambda_x(x_t, y_t, x'_t, y'_t, \delta), & y_0 &= \lambda_y(x_t, y_t, x'_t, y'_t, \delta), \\ x'_0 &= v_x(x_t, y_t, x'_t, y'_t, \delta), & y'_0 &= v_y(x_t, y_t, x'_t, y'_t, \delta). \end{aligned} \quad (3.6)$$

Используя выражение (3.6) можно получить распределение яркости в плоскости мишени

$$b_t(x_t, y_t, x'_t, y'_t, \delta) = b_0(\lambda_x(x_t, y_t, x'_t, y'_t, \delta), v_x(x_t, y_t, x'_t, y'_t, \delta), \\ \lambda_y(x_t, y_t, x'_t, y'_t, \delta), v_y(x_t, y_t, x'_t, y'_t, \delta)).$$

Замена переменных интегрирования в (3.4) осуществляется согласно соотношению

$$dx'_t dy'_t = \left| \frac{\partial(\Upsilon_x, \Upsilon_y)}{\partial(x'_0, y'_0)} \right| dx'_0 dy'_0,$$

$$\text{где Якобиан } \left| \frac{\partial(\Upsilon_x, \Upsilon_y)}{\partial(x'_0, y'_0)} \right| = \det \begin{bmatrix} \frac{\partial \Upsilon_x}{\partial x'_0} & \frac{\partial \Upsilon_x}{\partial y'_0} \\ \frac{\partial \Upsilon_y}{\partial x'_0} & \frac{\partial \Upsilon_y}{\partial y'_0} \end{bmatrix}$$

Поскольку активные ионно-оптические элементы между объектным и угловым коллиматорами отсутствуют, то справедливы следующие соотношения

$$x'_0 = (x_A - x_0)/A, \quad dx'_0 = dx_A/A, \\ y'_0 = (y_A - y_0)/A, \quad dy'_0 = dy_A/A, \quad (3.7)$$

где  $x_A, y_A$  — координаты частицы в плоскости углового коллиматора;  
 $A$  — расстояние между коллиматорами.

Учитывая (3.5) и (3.7) можно заменить переменные в распределении яркости на мишени и получить следующую зависимость

$$b_t(x_t, y_t, \Upsilon_x(x_0, y_0, x'_0, y'_0, \delta), \Upsilon_y(x_0, y_0, x'_0, y'_0, \delta), \delta) = \\ = b_t(x_t, y_t, \Upsilon_x(x_0, y_0, (x_A - x_0)/A, (y_A - y_0)/A, \delta), \\ \Upsilon_y(x_0, y_0, (x_A - x_0)/A, (y_A - y_0)/A, \delta), \delta) = \hat{b}(x_t, x_0, x_A, y_t, y_0, y_A, \delta).$$

Подставляя преобразованные функции и переменные интегрирования в (3.4) получаем соотношение

$$J(x_t, y_t) = \frac{1}{A^2 \delta_{\max}} \int_{-\frac{\delta_{\max}}{2}}^{\frac{\delta_{\max}}{2}} \int_{-R_y}^{R_y} \int_{-R_x}^{R_x} \hat{b}(x_t, x_0, x_A, y_t, y_0, y_A, \delta) \left| \frac{\partial(\Upsilon_x, \Upsilon_y)}{\partial(x'_0, y'_0)} \right| dx_A dy_A d\delta,$$

где  $R_x, R_y$  — половина размеров углового коллиматора;

$(x_t, y_t)$  — произвольная точка в плоскости мишени;

$(x_A, y_A)$  — переменная интегрирования теперь уже с определенными пределами.

Точку  $(x_0, y_0)$  находят из решения системы нелинейных алгебраических уравнений для фиксированных значений  $(x_t, y_t)$  и  $(x_A, y_A)$

$$\begin{aligned} x_t &= \Lambda_x(x_{0N}, y_{0N}, (x_A - x_{0N})/A, (y_A - y_{0N})/A, \delta), \\ y_t &= \Lambda_y(x_{0N}, y_{0N}, (x_A - x_{0N})/A, (y_A - y_{0N})/A, \delta), \end{aligned} \quad (3.8)$$

где точка  $(x_0, y_0)$  заменена на  $(x_{0N}, y_{0N})$ ;

$N$  — номер корня системы уравнений.

Окончательный вид выражения для определения распределения плотности тока в плоскости мишени следующий

$$\begin{aligned} J(x_t, y_t) &= \frac{1}{A^2 \delta_{\max}} \sum_{m=1}^n \int_{-\frac{\delta_{\max}}{2}}^{\frac{\delta_{\max}}{2}} \int_{-R_y}^{R_y} \int_{-R_x}^{R_x} \beta(x_{0N}, y_{0N}) \times \\ &\times \hat{b}(x_t, x_{0N}, x_A, y_t, y_{0N}, y_A, \delta) \left| \frac{\partial(\Upsilon_x, \Upsilon_y)}{\partial(x'_0, y'_0)} \right|_{\substack{x'_0=(x_A-x_{0N})/A \\ y'_0=(y_A-y_{0N})/A}} dx_A dy_A d\delta, \end{aligned} \quad (3.9)$$

где  $n$  — число корней системы нелинейных алгебраических уравнений (3.8);

$$\beta(x_{0N}, y_{0N}) = \begin{cases} 1, & -r_x \leq x_{0N} \leq r_x; -r_y \leq y_{0N} \leq r_y; \\ 0, & \text{в противном случае} \end{cases}$$

$r_x, r_y$  — половина размеров объектного коллиматора.

Вычисление интеграла (3.9) проводится численно. Для этого окно углового коллиматора разбивают на прямоугольные ячейки. Подобным образом задают и пятно пучка на мишени. Затем для выбранного значения  $(x_{ti}, y_{tj})$  производится перебор по всем узлам  $(x_{Ak}, y_{Al})$  углового коллиматора. Для каждой пары значений  $(x_{Ak}, y_{Al})$  и  $(x_{ti}, y_{tj})$  решается система уравнений в области, заданной размерами объектного коллиматора, и находятся корни и их количество. После этого вычисляются все подынтегральные функции в точках  $(x_{Ak}, y_{Al})$ ,  $(x_{ti}, y_{tj})$  и  $(x_{0N}, y_{0N})$ . В конце значение функции умножается на элемент площади разбиения углового коллиматора  $\Delta S_A = \Delta x_A \Delta y_A$ .

### **3.2.2. Метод определения распределения плотности тока, основанный на многочастичном представлении пучка.**

На первый взгляд наиболее простым и понятным методом получения распределения плотности тока на мишени является трансформация фазового множества частиц из плоскости объектного коллиматора в плоскость мишени. Однако количество частиц и время необходимое для таких вычислений не позволяли его использовать ранее. В наше время производительность компьютеров достигла того уровня, когда подобные вычисления занимают секунды (для количества частиц  $10^6$ ), что дает возможность использовать его для оптимизации процессов формирования пучка в ЗФС с неравномерным распределением фазовой плотности частиц. Минимальное количество частиц необходимое для адекватного получения результата моделирования вытекает из условий реального эксперимента. Количество частиц попадающих в точку на мишени за время набора информации при сканировании составляет  $N = I_0 \cdot t/q$ , где  $t$  — время

нахождения пучка в отдельной точке при сканировании,  $q$  — элементарный заряд. Ток пучка задается размерами объектного и углового коллиматоров

$$I_0(r_x, r_y, R_x, R_y) = \int_{-r_x - \frac{R_x - x_0}{A}}^{r_x} \int_{-\frac{R_x - x_0}{A}}^{\frac{R_x - x_0}{A}} \int_{-r_y - \frac{R_y - y_0}{A}}^{r_y} \int_{-\frac{R_y - y_0}{A}}^{\frac{R_y - y_0}{A}} b(x_0, y_0, x'_0, y'_0) dy'_0 dy_0 dx'_0 dx_0,$$

где  $r_x, r_y$  и  $R_x, R_y$  — полуразмеры объектного и углового коллиматоров соответственно;

$A$  — расстояние между коллиматорами;

$b$  — распределение яркости в фазовом пространстве в плоскости объектного коллиматора.

На практике минимальный ток пучка для микроанализа составляет 100 пкА, а время стояния в одной точке при сканировании обычно выбирается из диапазона 1 мс...1 с. Таким образом количество частиц в зонде составляет  $N = 10^6 \dots 10^9$ . Трансформация фазовых координат частиц из плоскости объекта на плоскость мишени осуществляется согласно соотношениям (2.15) с помощью матричных методов решения системы нелинейных уравнений движения заряженных частиц в электрических и магнитных полях.

С помощью метода выбраковки (reject method) [133] все частицы распределяются случайным образом равномерно под гиперповерхностью  $b(x_0, y_0, x'_0, y'_0)/b_0$  заданной распределением (3.1) при определенных значениях параметров. Тогда в любой точке фазового объема сформированного объектным и угловым коллиматорами распределение плотности частиц пропорционально распределению яркости пучка  $b(x_0, y_0, x'_0, y'_0)$ . Разброс частиц по импульсу задается равномерно случайным образом в пределах  $|\delta| \leq \delta_{\max}/2$ . Таким образом, каждая частица в плоскости объектного коллиматора имеет фазовые координаты

$$(x_{0k}, y_{0k}, x'_{0k}, y'_{0k}), \quad k = 1 \dots N.$$

Согласно соотношениям (2.15) на основе преобразования фазовых координат из плоскости объекта вычисляются положения частиц в плоскости мишени  $(x_{tk}, y_{tk})$ . В итоге за счет накопления частиц в каждой прямоугольной ячейке площадью  $\Delta_x \cdot \Delta_y$  в плоскости мишени рассчитывается распределение плотности тока  $J_t(x_t, y_t)$  в пятне на мишени согласно выражениям

$$J_t(x_t, y_t) = \frac{q}{t \cdot \Delta_x \cdot \Delta_y} \sum_{k=1}^N \vartheta(x_{tk}, y_{tk}),$$

$$\text{где } \vartheta(x_{tk}, y_{tk}) = \begin{cases} 1, & \forall k : |x_t - x_{tk}| \leq \Delta_x, |y_t - y_{tk}| \leq \Delta_y; \\ 0, & \forall k : |x_t - x_{tk}| > \Delta_x, |y_t - y_{tk}| > \Delta_y. \end{cases}$$

### **3.3. Экспериментальные результаты получения микрозонда с распределением плотности тока близким к равномерному**

Одним из требований в задачах облучения материалов является равномерное внесение дозы. При необходимости облучать области микронных размеров выгодно использовать сфокусированные пучки, поскольку они позволяют сократить время облучения на несколько порядков в сравнении с простыми коллимированными пучками, как было показано в разделе 1. Однако сфокусированные пучки частиц на мишени, как правило, имеют Гауссово распределение. В результате возникает необходимость в процедуре сканирования пучком заданной области мишени с целью равномерного облучения, что может полностью нивелировать выигрыш по времени, полученный благодаря фокусировке пучка. Поэтому возникает задача сформировать пучок на мишени таким образом, чтобы профиль распределения плотность тока в плоскости мишени был близок к

прямоугольному.

Стоить отметить, что с помощью объектного коллиматора можно вырезать центральную часть пучка (после выхода из ускорителя пучок имеет Гауссово распределение, как было отмечено ранее) и получить равномерное распределение частиц пучка по площади. Так, например, в ИПФ НАН Украины максимальный размер центральной части пучка, который имеет равномерное распределение, составляет  $100 \times 100 \text{ мкм}^2$ . Однако с такими размерами коллиматоров ток пучка не превысит 200 пА, что для задач облучения крайне мало. Но даже если бы этого было и достаточно, то все равно на мишени мы бы получили не равномерное распределение плотности тока, а опять-таки гауссово. Это связано с тем, что, несмотря на вырезание области с равномерным распределением частиц по площади, пучок имеет неравномерное распределение частиц по углам. Таким образом, при удалении пучка от коллиматора распределение плотности тока будет возвращаться к Гауссовому. Единственным способом получить равномерное распределение частиц на мишени с помощью коллиматоров это расположить коллиматор непосредственно перед мишенью, при этом коллиматор должен вырезать ту центральную часть пучка, которая имеет равномерное распределение по площади. Очевидно, что такой подход на практике не эффективен из-за низкой плотности тока. В случае же использования МКЛ для повышения плотности тока, угловой коллиматор будет размещаться на достаточно большом расстоянии от мишени, поскольку фокусирующая система обязана располагаться между угловым коллиматором и мишенью (угловой коллиматор ограничивает сферическую aberrацию линз). Таким образом, важно понимать, что если даже и вырезать с помощью объектного коллиматора центральную часть пучка с равномерным распределением, то к угловому коллиматору пучок придет уже с распределением в виде Гаусса. И тут придется выбирать, что делать с угловым коллиматором: выставить размеры сопоставимые

с объектным коллиматором, что приведет к уменьшению сферических aberrаций линз, но и к уменьшению общего тока пучка на мишени или увеличить размеры углового коллиматора по отношению к объектному, что позволит сохранить общий ток пучка, но влияние сферических aberrаций линз в этом случае может существенно увеличить размер пучка на мишени. Помимо этого для получения пучков с токами в десятки нА размеры как объектного, так и углового коллиматоров превысят области центральной части пучка с равномерным распределением. Поэтому получение пучка на мишени с высокой плотностью тока и его равномерным распределением является сложной задачей, которая заключается в поиске таких размеров объектного и углового коллиматоров, которые бы с учетом имеющейся фокусирующей системы позволили бы получить требуемые параметры зонда.

В задачах микроанализа в роли критерия качества сфокусированного пучка выступает минимальный размер плотности распределения тока на FWHM. Поэтому при формировании пучков с максимальным разрешением мы получаем кругопикированные пучки у которых  $I_{\text{FWHM}}/I_0$  может составлять менее 40%, где  $I_{\text{FWHM}}$  — часть тока сосредоточенная в центральной части пятна,  $I_0$  — полный ток пучка. Для формирования пучков с профилем распределения плотности тока близким к прямоугольному необходимо чтобы отношение  $I_{\text{FWHM}}/I_0$  было не менее 90%. Из работы [132] следует, что в режиме микроанализа существует возможность формировать зонды микронных размеров с параметром  $I_{\text{FWHM}}/I_0 > 90\%$ . Однако в режиме микроанализа токи пучка обычно не превышают 0,5 нА. Такие токи не приемлемы для набора больших доз. Оптимальным условием микрооблучения материалов является формирование пучков на мишени у которых  $I_{\text{FWHM}}/I_0 > 90\%$  при токах в десятки нА.

В задачах по формированию пучка с минимальным размером, распределение плотности тока на мишени может быть с достаточной

точностью представлено в виде распределения Гаусса [138]. В этом случае размер пучка на полувысоте может быть определен в результате восстановления параметров распределения из экспериментальных данных. Эти данные являются результатом регистрации продуктов взаимодействия налетающих ионов с атомами мишени, таких как вторичные электроны, отраженные ионы, рентгеновские кванты, при сканировании микрометрических калиброванных структур. В случае же формирования зонда, у которого профиль распределения плотности тока стремится к прямоугольной форме, такой подход затруднителен. Это связано с тем, что закон распределения плотности тока заранее не известен. Поэтому чтобы найти распределение близкое к прямоугольному необходимо для данной ЗФС определить размеры коллиматоров, которые выделят пучок с необходимым суммарным током и обеспечат требуемое распределение плотности тока на мишени. Для решения такой задачи было использовано численное моделирование, использующее метод определения распределения плотности тока, основанный на многочастичном представлении пучка. Количество частиц составляло  $10^7$ . Параметры их распределения в плоскости объектного коллиматора задавались в соответствии с полученными данными в 3.1.

В результате проведения расчетов определялись размеры объектного и углового коллиматоров, которые вырезают часть пучка с заданным полным током  $I_0$ . Эти коллиматоры должны обеспечить фокусировку пучка на мишени системой МКЛ в пятно с минимальными размерами на полувысоте распределения плотности тока и при этом должно выполняться условие  $I_{\text{FWHM}}/I_0 > 90\%$ . Это условие обеспечивает минимальные размеры гало пучка, когда практически весь ток сосредоточен в области пятна FWHM и тем самым обеспечивается максимальная плотность тока, равномерно распределенная в пятне. В численное моделирование закладывались реальные параметры ЗФС ЯСМЗ ИПФ НАН Украины [139, 140] (рис. 3.4),

который является одним из аналитических каналов ускорительного комплекса на базе малогабаритного электростатического ускорителя с максимальным напряжением на кондукторе 2 МВ. Фокусирующая система



Рис. 3.4. Распределенный «русский квадруплет» ЗФС канала ЯСМЗ ИПФ НАН Украины

микрозонда представляет собой два интегрированных дублета МКЛ [141], отстоящих друг от друга на расстоянии 0,8 м. Квадруплет имеет антисимметричную систему запитывания линз от двух независимых источников питания постоянного тока. Такая конфигурация запитывания линз впервые была предложена в работе [142] и в настоящее время имеет устоявшееся название «русский квадруплет». Коэффициенты уменьшения ЗФС составляют  $23 \times 23$ , а рабочее расстояние 24 см. В расчетах использовались протоны с энергией 1 МэВ и разбросом по импульсу  $\delta_{\max} = 10^{-3}$ . Рассматривались случаи с полным током пучка на мишени в интервале 10–100 нА. В результате были найдены нужные значения коллиматоров (табл. 3.1), при которых профиль распределения плотности тока близок к прямоугольному (рис. 3.5) и установлена зависимость плотности тока от общего тока пучка на мишени (рис. 3.6). Как видно из таблицы, найденные значения коллиматоров формируют угловое расхождение превышающее угловое отклонение пучка (стр. 74). Это свидетельствует о том, что в процессе формирования пучка с равномерным

распределением плотности тока задействованы не только центральная часть, но и края пучка.

*Таблица 3.1*

**Размеры коллиматоров обеспечивающие условие  $I_{\text{FWHM}}/I_0 > 90\%$**

$I_0$ , нА	Объектный, мкм		Угловой, мкм		Угол, мрад	
	$x_1 = x_2$	$y_1 = y_2$	$X_1 = X_2$	$Y_1 = Y_2$	$x'$	$y'$
10	148	148	261	454	0,268	0,467
20	214	214	263	417	0,27	0,429
30	250	250	326	458	0,335	0,471
40	297	297	324	462	0,333	0,475
50	355	355	294	465	0,302	0,478
60	380	380	387	300	0,398	0,308
70	420	420	376	333	0,387	0,342
80	460	460	403	324	0,414	0,333
90	479	479	383	443	0,394	0,456
100	501	501	416	441	0,428	0,453

В силу того, что в эксперименте прямое on-line измерение профиля распределения затруднительно, предполагалось проводить его анализ по регистрации выхода вторичных электронов при сканировании полубесконечных пластин в двух поперечных к пучку направлениях. Поэтому очень важно иметь теоретический профиль выхода продуктов взаимодействия частиц с мишенью, который бы выступал в качестве эталона, и к которому на практике нужно будет стремиться для получения необходимого распределения плотности тока. В работе [138] предложено описание получения профиля выхода ВЭЭ при сканировании зондом калибровочной сетки. В работе предполагается, что плотность тока пучка в поперечном сечении в плоскости мишени имеет нормальное

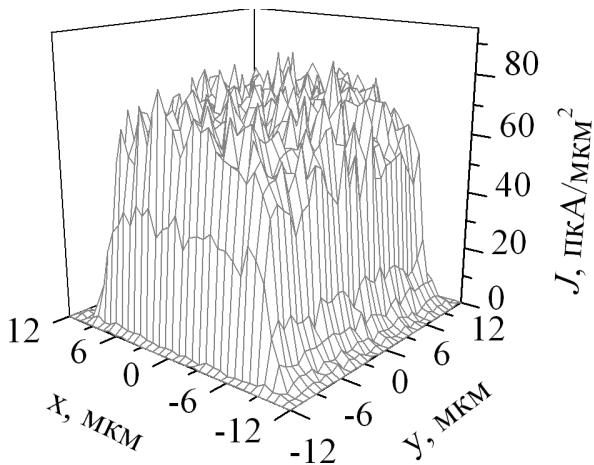


Рис. 3.5. Распределение плотности тока пучка в плоскости мишени с полным током 40 нА. Отношение  $I_{\text{FWHM}}/I_0$  составляет 95%

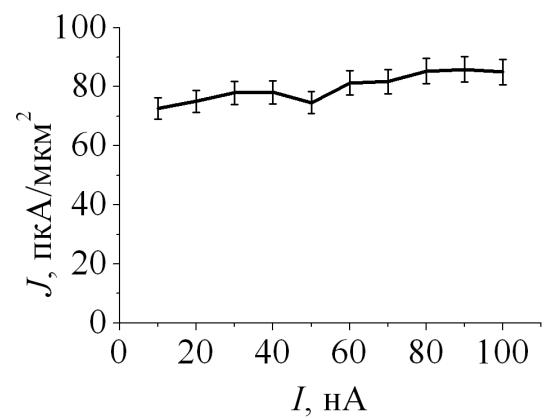


Рис. 3.6. Зависимость плотности тока от общего тока пучка на мишени для зондов с параметром  $I_{\text{FWHM}}/I_0 > 90\%$

распределение. Однако при использовании активных ионно-оптических элементов ЗФС происходит нелинейное преобразование фазовых координат из плоскости объектного коллиматора в плоскость мишени. Именно эта особенность и используется в работе для получения равномерного распределения плотности тока в сфокусированном зонде. Таким образом, рассмотренный метод для нашего случая не применим. Поэтому для получения теоретического профиля выхода ВЭЭ при сканировании ионным зондом использовался подход, основанный на результатах работы [143]. Данный подход учитывает профиль распределения плотности тока на мишени полученный при решении оптимизационной задачи вычисления размеров объектного и углового коллиматоров обеспечивающих условие  $I_{\text{FWHM}}/I_0 > 90\%$  с учетом измеренных параметров яркости на входе ЗФС. Моделирование выхода ВЭЭ с использованием теоретического двумерного распределения плотности тока в зонде (рис. 3.5), основывается на подгонке

по трем параметрам  $H_b$ ,  $H_w$ ,  $X_c$  [140]:

$$T_x(x, H_b, H_w, X_c) = H_b \int_{x_{\min}}^x \int_{y_{\min}}^{y_{\max}} j(\nu - X_c, \tau) d\tau d\nu + H_w \int_{y_{\min}}^{y_{\max}} j(x - X_c, \tau) d\tau,$$

где  $T_x$  — профиль выхода вторичных электронов при сканировании в линию в  $x$  направлении;

$H_b$ ,  $H_w$  — коэффициенты выхода с плоскости перемычки сетки перпендикулярной оси пучка и боковой вертикальной стенки соответственно;

$x_{\min}$ ,  $y_{\min}$ ,  $y_{\max}$  — минимальные и максимальные размеры пучка у основания распределения плотности тока;

$\nu$  — параметр, описывающий интенсивность выхода вторичных электронов с поверхности сетки перпендикулярной оси пучка;

$\tau$  — параметр, описывающий интенсивность выхода вторичных электронов с боковой поверхности ячейки сетки;

$X_c$  — координата боковой вертикальной стенки сетки.

Для вычисления профиля выхода в  $y$  направлении необходимо сделать замену  $x \leftrightarrow y$ .

Эксперименты по формированию пучка с равномерным распределением тока выполнялись на канале ЯСМЗ аналитического ускорительного комплекса «Сокол». Схема эксперимента представлена на рис. 3.7. Использовались протоны энергией 1 МэВ. Вначале был сформирован пучок минимальных размеров на FWHM с использованием калиброванной микрометрической сетки для получения стигматической фокусировки (рис. 3.8). В этом случае распределение плотности тока в пучке имело форму близкую к распределению Гаусса. Затем сетку заменили на лезвия, которые исполняли роль полубесконечных пластин (рис. 3.9а). Для получения зонда с равномерным распределением плотности тока

выставлялись значения коллиматоров рассчитанные теоретически. Профили выхода вторичных электронов получали за счет сканирования краев лезвий и сравнивались с теоретическими. Далее размеры коллиматоров немного изменялись для получения профилей выхода ВЭЭ близких к теоретическим (рис. 3.9б).

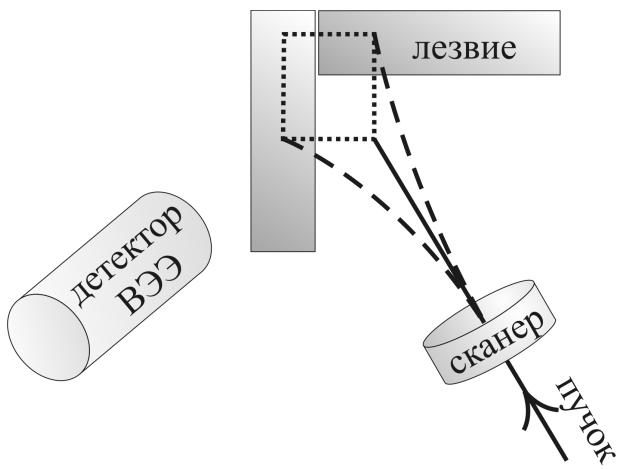


Рис. 3.7. Схема эксперимента по сканированию двух взаимно перпендикулярных лезвий сфокусированным протонным пучком. Пунктиром обозначена область соответствующая рис. 3.9а

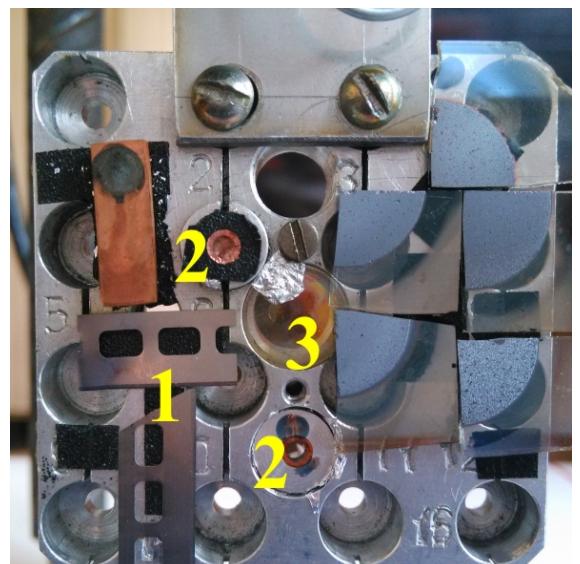


Рис. 3.8. Фотография держателя образцов: 1 – лезвия, 2 – калиброванные микрометрические сетки, 3 – кварцевое стекло

Отличие между теоретическим и экспериментальными результатами связано с тем, что края лезвия не являются прямоугольными как было заложено в теоретических расчетах (рис. 3.10). Чтобы получить полное соответствие по всему профилю выхода ВЭЭ, необходимо в теоретической модели задать реальную форму мишени с микронной точностью, поскольку размеры сфокусированного пучка составляют всего несколько десятков мкм. Также в теоретических расчетах брались во внимание только хроматические и собственные сферические aberrации и

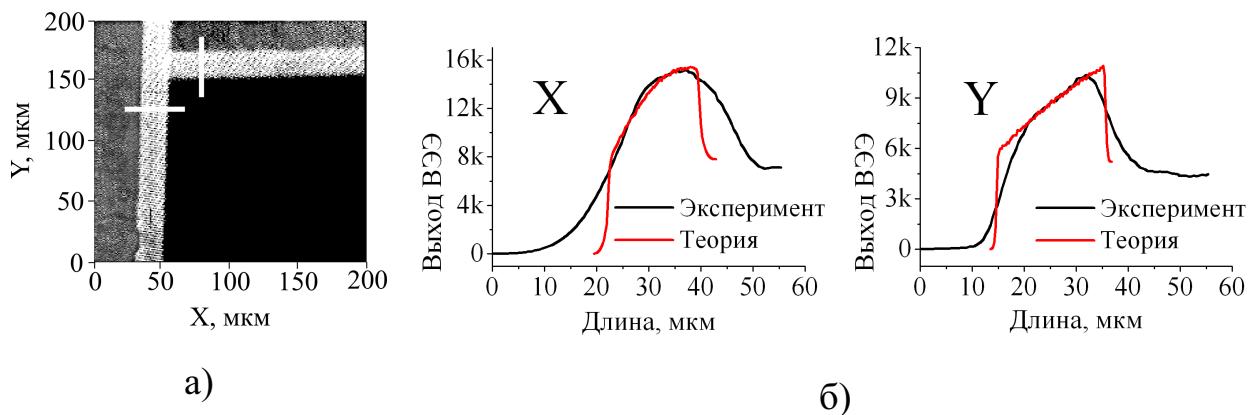


Рис. 3.9. Края лезвий: а) карта ВЭЭ (белые отрезки показывают линии сканирования); б) сравнение теоретического и экспериментального профилей выхода

не учитывались паразитные мультипольные компоненты. Помимо этого на экспериментальные результаты так же оказывают влияние внешние рассеянные поля.

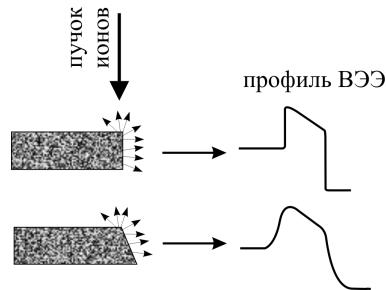


Рис. 3.10. Влияние формы края образца на профиль ВЭЭ для пучка с параметром  $I_{\text{FWHM}}/I_0 = 100\%$

### 3.4. Выводы к разделу 3

1. Усовершенствован метод получения распределения частиц на входе ЗФС. Метод является интегральным и дает возможность избежать влияния рассеянных частиц на краях коллиматоров тем самым позволяя определить распределение частиц в макропучке и вычислить приосевую яркость пучка. Разработанный метод

позволяет решить проблему отсутствия возможности сканирования щелью фиксированного размера по поперечному сечению пучка связанной с геометрическими особенностями коллиматоров.

2. С помощью разработанного метода определено распределение яркости макропучка на входе в канал ЯСМЗ аналитического ускорительного комплекса ИПФ НАН Украины для протонов с энергией 1 МэВ. Рассчитанная величина приосевой яркости макропучка используемого в режиме облучения имеет хорошее совпадение с полученной величиной для микропучка применяемого в режиме микроанализа.
3. Рассмотрены два метода позволяющие найти распределение плотности тока пучка на мишени. Первый из них, интегральный, позволяет получать значения функции распределения плотности тока в каждой точке. В тех задачах, где необходимо получить минимальные размеры контура FWHM при фиксированном отношении тока в этом контуре к полному току пучка  $I_{\text{FWHM}}/I_0 = \text{const}$  использование этого метода неэффективно, поскольку в таких задачах требуется определять двумерное распределение плотности тока  $J(x_t, y_t)$ . Применение интегрального метода для определения такого распределения является неэффективным из-за очень больших затрат на время вычислений. Для этих целей более предпочтительным оказывается второй метод, основанный на многочастичном представлении пучка.
4. Проведенная теоретическая работа показала возможность получения сфокусированных ионных пучков МэВ-ных энергий с распределением плотности тока в плоскости мишени близким к равномерному при токах в десятки нА. С помощью численного моделирования, учитывающего реальное неравномерное распределение частиц пучка на входе ЗФС, были определены

размеры коллиматоров обеспечивающие  $I_{\text{FWHM}}/I_0 > 90\%$ .

5. Сравнение теоретических и экспериментальных профилей выхода ВЭЭ, которые получены при сканировании краев лезвий, дает основание утверждать про адекватность теоретической модели по получению сфокусированных пучков микронных размеров в режимах больших токов с равномерным распределением плотности тока.

**РАЗДЕЛ 4**

**ОПТИМИЗАЦИЯ ПАРАМЕТРОВ ИОННЫХ ПУЧКОВ ДЛЯ  
ИССЛЕДОВАНИЯ РАДИАЦИОННО-СТИМУЛИРОВАННОЙ  
МИГРАЦИИ ПРИМЕСИ В ТВЕРДОМ ТЕЛЕ**

**4.1. Сохранение размеров сфокусированного пучка при изменении его энергии**

В разделе 1 было показано, что облучение ионами мишеней осуществляется преимущественно макропучками. В тоже время практически все исследования по изучению влияния облучения на изменение свойств материалов используют методы микроанализа. Одной из причин препятствующих широкому использованию микрооблучения является необходимость получать в материале равномерно распределенные дефекты по глубине. Как известно максимум энергии пучка высаживается в конце пути частиц, в так называемом Брэгговском пике. Именно здесь и формируется наибольшая концентрация дефектов (рис. 4.1). Для получения равномерного распределения дефектов по глубине необходимо смещать пик Брэгга. Осуществить это можно либо с помощью набора фольг используемых в качестве поглотителя энергии (и вызывающие рассеяние пучка) либо изменяя энергию самого пучка. При облучении материалов ионами разной энергии сохранение размеров зонда является важной задачей, поскольку изменение его размеров при стабильном токе влечёт за собой изменение плотности тока. Для контроля размеров сфокусированного пучка на мишени используют калиброванные микрометрические сетки. При переходе от одной энергии к другой необходимо выполнять процедуру перефокусировки пучка для сохранения размеров микрозонда. Таким

образом, если материал необходимо облучать ионами разных энергий, то каждый раз при смене энергии требуется замена образца на калиброванную сетку для перефокусировки и последующее возвращение образца в прежнюю позицию. Такая процедура не всегда технологически приемлема и отнимает много времени. Поэтому для успешного использования микропучков в экспериментах по облучению актуальной задачей является сохранение размеров пучка на мишени при изменении энергии без смещения образца.



Рис. 4.1. Численное моделирование распределения генерируемых вакансий при прохождении 2 МэВ-ных протонов в меди [144]

При работе с пучками ионов высоких энергий в качестве фокусирующих элементов используют мультиплеты МКЛ. В отличие от электростатических квадрупольных линз им свойственно явление гистерезиса, что негативно оказывается на формировании микрозонда при переходе от одной энергии к другой. В случае электростатических квадрупольей зная нужные значения напряжения на полюсах линз для одной энергии пучка можно с помощью простого пересчета найти необходимые значения напряжений для другой энергии, так что размер пучка на мишени не измениться. В случае МКЛ, зная токи запитки линз для выбранной энергии можно

рассчитать требуемые токи запитки линз для иной энергии, однако из-за гистерезиса размеры микрозонда при этом не сохраняются. Влияние гистерезиса можно оценить основываясь на рис. 4.2, где изображены карты ВЭЭ калиброванной микрометрической сетки. После фокусировки пучка стандартным методом его размер составил  $2,9 \times 3 \text{ мкм}^2$  (левый кадр). Затем питания линз было прервано с последующим возобновлением. Величина токов запитки линз не менялась, однако из-за гистерезиса размер сферически сфокусированного пучка существенно изменился (правый кадр). И все же, если устранять остаточную намагниченность линз при изменении энергии, то теоретически можно добиться сохранения размеров микрозонда.

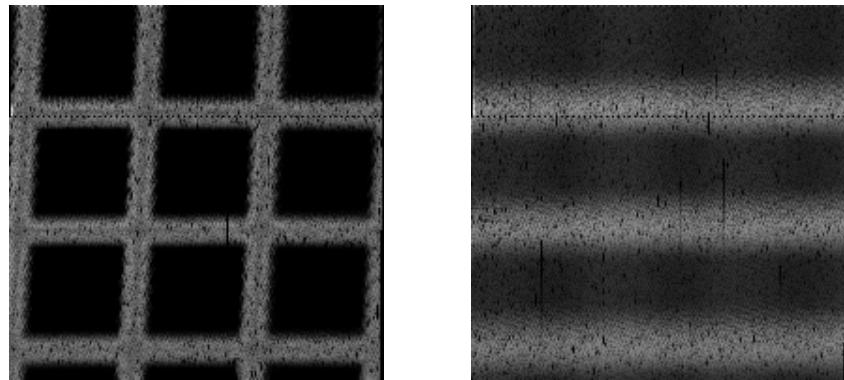


Рис. 4.2. Изменение размеров сфокусированного пучка в результате гистерезиса

При изменении энергии размеры сфокусированного пучка на поверхности мишени не изменятся, если возбуждения полюсов линз  $\beta$  останутся неизменными. Зависимость  $\beta$  от параметров линз и энергии пучка для нерелятивистского случая имеет вид

$$\beta = \sqrt{\frac{qB_p}{r_a\sqrt{2mE}}}, \quad (4.1)$$

где  $q, m, E$  — заряд, масса и энергия частиц пучка соответственно;  $B_p, r_a$  — величина магнитной индукции на полюсе и радиус апертуры линзы

соответственно.

Из соотношения (4.1) видно, что условие  $\beta = \text{const}$  может быть выполнено, если при переходе от энергии  $E_1$  к энергии  $E_2$  изменить магнитную индукцию на полюсе согласно соотношению

$$B_2 = B_1 \sqrt{E_2/E_1}. \quad (4.2)$$

В силу того что МКЛ, применяемые для фокусировки пучков легких ионов в ядерном микрозонде, имеют малый радиус апертуры ( $r_a < 0,01 \text{ м}$ ), расположить датчик для измерения поля на каждом из полюсов с относительной погрешностью измерений  $\sim 10^{-4}$  крайне затруднительно. Поэтому изменение магнитной индукции на полюсе определяется согласно экспериментальной зависимости намагничивания полюсов от тока  $I$  в возбуждающих катушках

$$B = f(I). \quad (4.3)$$

Магнитопровод интегрированных дублетов линз используемых на канале ЯСМЗ ИПФ НАН Украины изготовлен из магнитомягкого материала, который применяется для анализирующих магнитов в масс-спектрометрах. Этот материал имеет область изменения величины тока 0–960 A·t (ампер-витков), в которой зависимость магнитной индукции от тока возбуждающих катушек близка к линейному закону. На рис. 4.3 представлена эта зависимость для готовых МКЛ в результате интерполяции экспериментальных данных. Используемый ускоритель типа Ван де Графф и поворотно-анализирующий магнит аналитического ускорительного комплекса ИПФ на практике позволяет получать пучки ионов водорода и гелия с максимальной энергией 1,8 и 1,6 МэВ соответственно. При таких энергиях и сортах ионов токи запитки линз при фокусировке пучка не

превышают 10,5 А. Как видно из графика (рис. 4.3) в этом диапазоне зависимость индукции магнитного поля от тока можно считать линейной.

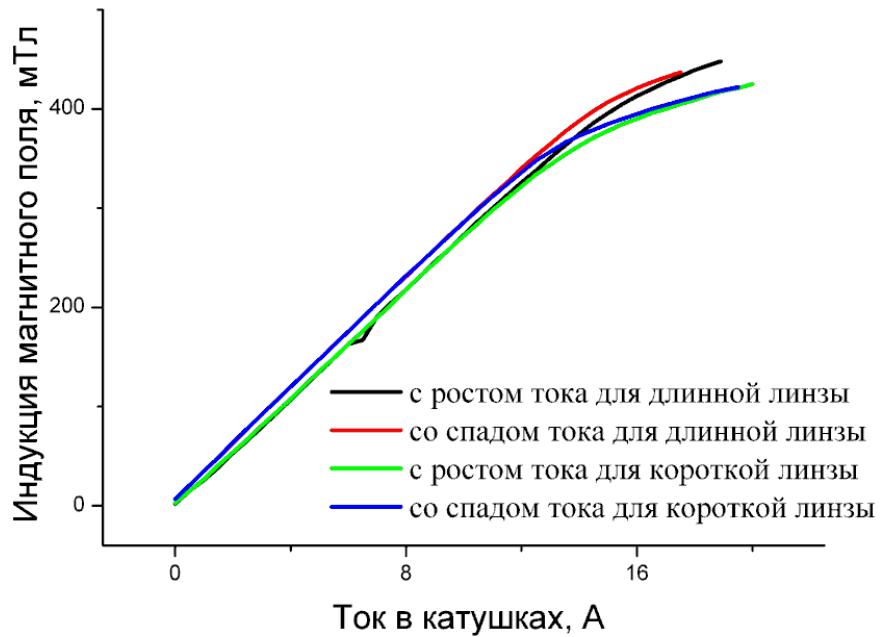


Рис. 4.3. Зависимость индукции магнитного поля от тока запитки МКЛ полученная экспериментально

Таким образом, соотношение (4.2) может быть переписано в виде

$$I_2 = I_1 \sqrt{E_2/E_1}. \quad (4.4)$$

Экспериментальные работы проводились на канале ЯСМЗ ИПФ НАН Украины. Стабильность источников питания составляет  $10^{-4}$  с минимальной дискретной установкой тока 1 мА. Каждая из катушек имеет 80 витков. Максимальный используемый ток для протонов энергии 1,6 МэВ не превышает 6,1 А.

В эксперименте остаточную магнитную индукцию убирали методом хождения по частным петлям гистерезиса сводя ее к нулю. Для этого использовали коммутацию запитки линз с уменьшением тока, создавая, таким образом, переменное магнитное поле с затухающей амплитудой.

Для эффективного выполнения фокусировки необходимо иметь возможность определять размер пучка в режиме реального времени. Обычно для этих целей используют калиброванные микрометрические сетки. Обрабатывая профиль выхода продуктов индуцированных ионным пучком во время сканирования перемычки сетки можно определить размер пучка. При этом точность определения размеров зонда напрямую зависит от величины статистики зарегистрированных продуктов взаимодействия ионов с мишенью. В связи с этим использовать такие методы как PIXE и Резерфордовское обратное рассеяние, которые относятся к основным методам анализа, применяемые в ЯСМЗ, не целесообразно в связи с их малым выходом в расчете на один налетающий ион. К тому же в данных методах используются системы сбора данных, предназначенные для невысокой скорости счета  $< 5 \text{ кГц}$  связанной с мертвым временем. Таким образом, процесс фокусировки пучка с использованием данных методов занимает продолжительное время. Поэтому в качестве регистрируемых продуктов взаимодействия ионов с мишенью во время проведения процедуры фокусировки пучка используются вторичные электроны вместе с АЦП со скоростью счета  $> \text{МГц}$ . При сканировании двух перпендикулярных перемычек сетки в линию получают профиль выхода ВЭЭ. Затем для определения размера ширины пучка на полувысоте с помощью метода Левенберга-Марквардта подгоняется теоретический профиль под экспериментальный. Точная функция, которая используется для подгонки профилей и учитывает повышенный выход вторичных электронов от стенок перемычек сетки, имеет вид [138]:

$$F(x, f, a) = H_{\text{err}} \left[ 1 + \text{Erf} \left( \frac{2\sqrt{\ln 2}}{f} (a - x) \right) \right] + \\ + H_{\text{gau}} \left[ -\frac{\ln 16}{f^2} (a - x)^2 \right] + H_{\text{low}}$$

где  $H_{err}$ ,  $H_{gau}$ ,  $H_{low}$ ,  $a$ ,  $f$  — подгоночные параметры, физический смысл которых изображен на рис. 4.4;  $Erf(x)$  — дополнительная функция ошибок.

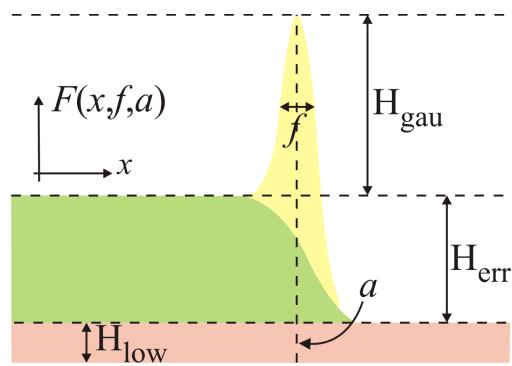


Рис. 4.4. Параметры подгонки, используемые в задаче определения размеров FWHM пучка. Розовая область показывает выход вторичных электронов из подложки на которой размещена сетка. Зеленая область соответствует выходу вторичных электронов с поверхности перемычки сетки перпендикулярной ионному пучку. Желтая область показывает выход вторичных электронов с боковой поверхности перемычки

Стоит подчеркнуть, что подобный метод определения размеров зонда хорошо работает лишь в том случае, когда профиль пучка в плоскости мишени имеет форму Гаусса. Если же форма пучка отличается от гауссовой, то погрешность будет высокой. В таком случае необходимо использовать метод описанный в разделе 3.3.

Во время эксперимента точная фокусировка и определение размеров пучка осуществлялись посредством сканирования медной микрометрической сетки с регистрацией выхода вторичных электронов. Период сетки — 63,5 мкм, размер перемычки — 10 мкм. Размеры зонда  $d_x(FWHM) \times d_y(FWHM)$  определялись по величине полной ширины на полувысоте распределения плотности тока пучка в плоскости поверхности сетки за счет обработки профилей выхода вторичных электронов при сканировании в поперечных  $x$  и  $y$  направлениях к оси пучка. Обработка

профилей осуществлялась при помощи выше изложенного метода. За размеры зонда принимались усредненные значения нескольких обработанных профилей в направлениях  $x$  и  $y$ , при этом аномальные значения отбрасывались. Эти значения являются причиной недостаточной статистики при флюктуациях тока пучка.

Размагничивая и подбиравая значение токов катушек, удалось получить следующие размеры пучка:  $d_{x(FWHM)} \times d_{y(FWHM)} = 3,7 \times 4 \text{ мкм}^2$  (рис. 4.5а). Значение токов запитки линз, а также размеры полученного пучка были приняты за репер, по которому производился пересчет нужных значений токов при смене энергии пучка с помощью равенства (4.4). Перед установкой новых значений токов в возбуждающих катушках с понижением энергии пучка проводилось предварительное размагничивание линз.

При смене энергии с 1,6 на 1,4 МэВ наблюдается незначительное уширение зонда (рис. 4.5б). Уменьшение энергии до 1,2 МэВ приводит к уже существенному увеличению размеров зонда (рис. 4.5в). При этом размытие по  $x$  значительно сильнее, чем по  $y$ . При уменьшении энергии до 1 МэВ характер изменения не нарушается: размер зонда продолжает расти, а размытие зонда по  $x$  координате больше, чем по  $y$  (рис. 4.5г). При этом применяемый метод определения размеров зонда не позволяет получить адекватные результаты по  $x$  координате из-за неопределенности границы перемычки сетки. Дальнейшее уменьшение энергии приводит к полной деградации зонда и невозможности определения его размеров (рис. 4.5д).

Таким образом, с помощью пересчета от реперного значения не удается сохранить размер пучка при изменении энергии. Такой результат может быть обусловлен следующими факторами: неточность выставления энергии на ускорителе; остаточная магнитная индукция не сводиться к нулю; зависимость магнитной индукции от тока в катушках линз не достаточно линейна. Для выяснения причины полученных результатов все эти факторы необходимо проанализировать. Точность выставления напряжения

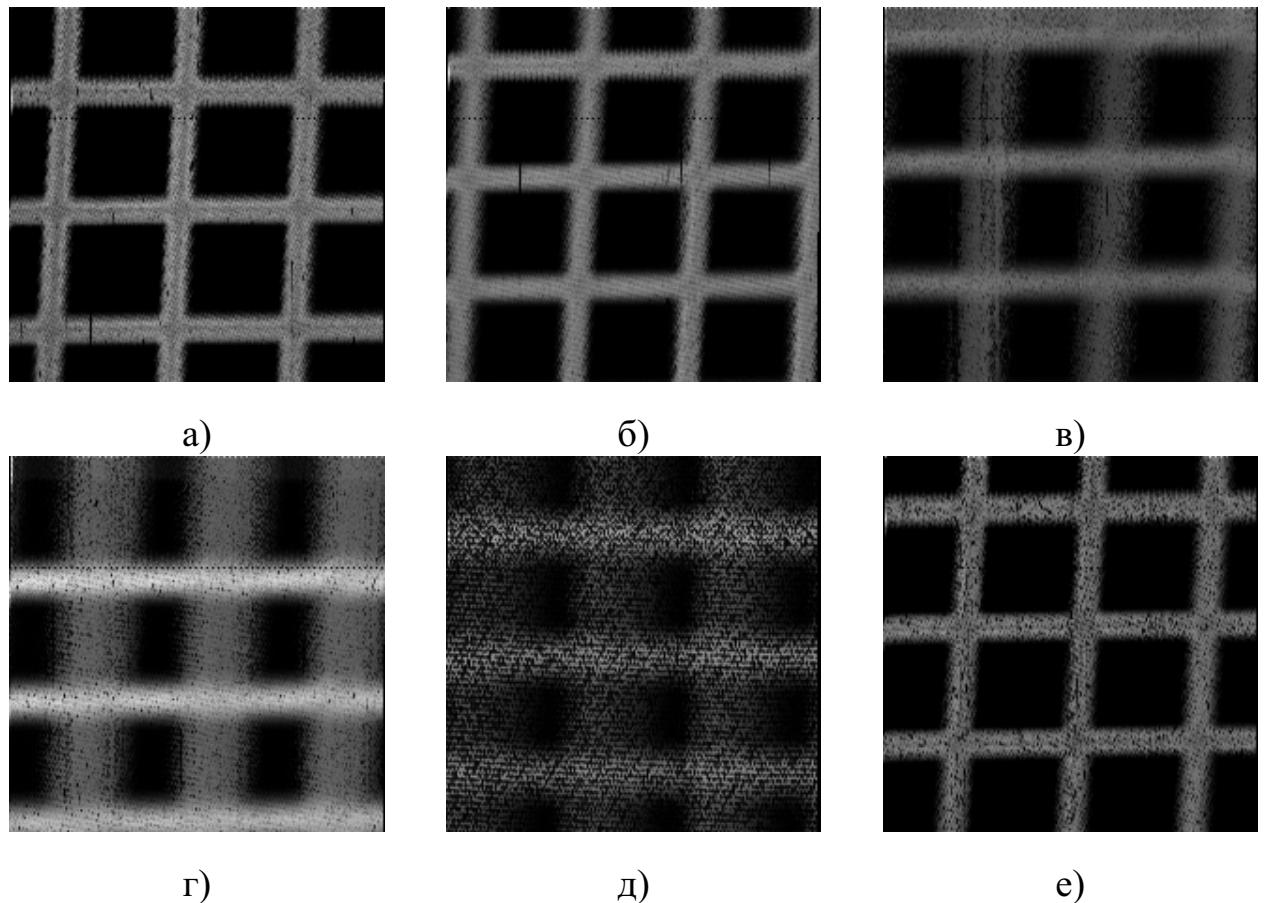


Рис. 4.5. Карты ВЭЭ калиброванной микрометрической сетки, полученные сканированием сфокусированным протонным пучком. а)  $E = 1,6 \text{ МэВ}$  (размер пучка:  $x \times y = 3,7 \times 4,0 \text{ мкм}^2$ ); б)  $E = 1,4 \text{ МэВ}$  ( $x \times y = 4,2 \times 4,3 \text{ мкм}^2$ ); в)  $E = 1,2 \text{ МэВ}$  ( $x \times y = 11 \times 6,4 \text{ мкм}^2$ ); г)  $E = 1 \text{ МэВ}$  ( $x - \text{не определён}, y - 8,4 \text{ мкм}$ ); д)  $E = 0,8 \text{ МэВ}$  ( $x, y - \text{не определены}$ ); е)  $E = 1,6 \text{ МэВ}$  ( $x \times y = 3,9 \times 4,0 \text{ мкм}^2$ )

на электростатическом ускорителе ИПФ НАН Украины находится на уровне  $10^{-4}$ , в то время как разброс частиц по энергии составляет  $10^{-3}$ . Таким образом, данный фактор не оказывает влияние на результаты. Для проверки следующей причины мы вернулись на начальную энергию пучка и установили реперные токи запитки линз, предварительно их размагнитив. Размеры пучка при этом равнялись первоначальным значениям (рис. 4.5е). Это подтверждает тот факт, что во время размагничивания линз остаточная магнитная индукция сводиться к нулю. В связи с этим единственной

причиной, из-за которой не удается сохранить размеры пучка с помощью пересчета значений тока при изменении энергии, является недостаточная линейная зависимость (4.3) для данной задачи.

На основе анализа полученных результатов был разработан метод, который позволяет сохранять размер зонда при смене энергии без изменения положения облучаемой мишени. Его суть заключается в следующем: для каждой требуемой энергии необходимо найти свои реперные значения токов запитывания катушек полюсов линз с помощью точной фокусировки на микрометрической сетке. Затем при переходе от одной энергии к другой необходимо производить процедуру размагничивания линз и устанавливать найденные реперные значения токов. Таким образом, проводя микрооблучение мишени можно создавать распределенные дефекты по глубине при этом точно контролируя размеры облучаемой области и внесенную дозу.

#### **4.2. ЯСМЗ как инструмент исследования стимулированной миграции примеси в твердых телах**

Современные материалы испытывают значительные эксплуатационные нагрузки, вызывающие изменение физико-химических свойств материала препятствующих их дальнейшему использованию. Исследование процессов вызванных их влиянием позволяет понять причины их возникновения, найти методы борьбы с ними, а также разработать новые материалы, которые будут обладать высокой резистивностью к данным видам воздействий. Именно поэтому поиск новых инструментов и методов позволяющих изучать подобные эффекты не прекращается.

Одним из методов, используемых для улучшения физических свойств материалов, является легирование. Внедрение малого количества добавок в основной материал позволяет существенно изменить характеристики

образцов. Однако в процессе эксплуатации в результате тепло- и радиационных нагрузок эти примесные элементы могут мигрировать и собираться в стоках. Этим процессам подвержены и примеси содержащиеся в образце изначально. Поскольку материалы представляют собою в основном поликристаллы, то в качестве таких стоков часто выступают границы зерен. Такая сегрегация на границах зерен является одной из основных причин способствующих преждевременному разрушению материала [145–147]. Для экспериментального изучения влияния облучения на процесс сегрегации необходимо выполнение следующих условий:

1. требуются пучки с высокой плотностью тока для набора необходимой дозы за короткое время;
2. должна быть обеспечена возможность использования ионов разных сортов для изучения влияния различных типов создаваемых дефектов на процесс сегрегации;
3. требуется метод позволяющий строить карты распределения элементов, поскольку сегрегация происходит по границам зерен;
4. этот метод должен иметь низкий предел обнаружения примесных атомов с целью выявления сегрегации на ранних этапах;
5. при облучении, анализе и в промежутке между ними образец должен находиться в одной среде.

Классическим приложением ЯСМЗ является определение распределения микропримесей в материалах различного происхождения, включая биологические объекты [148]. Благодаря фокусирующей системе он позволяет получать пучки с высокой плотностью тока. Тандемные ускорители, на базе которых часто создаются установки ЯСМЗ, позволяют получать пучки ионов в широком диапазоне (от водорода до висмута). С помощью ЯСМЗ можно получать двумерные карты распределения элементов, используя метод микро-PIXE, основанный на регистрации характеристического рентгеновского излучения в каждой позиции

сфокусированного пучка в растре сканирования, а чувствительность данного метода находится на уровне 1 ppm. В рабочем режиме образцы находятся в вакууме, исключая воздействие окружающей среды. Следовательно, он удовлетворяет всем перечисленным выше требованиям для изучения радиационно-стимулированной миграции примесей в материале.

На сегодняшний день работ по применению микрозондов для одновременного облучения и исследования миграции примеси в материалах с помощью метода микро-PIXE нет. В связи с этим необходимо провести испытательные эксперименты, которые бы показали эффективность использования данной установки для поставленной задачи. Проведение этих экспериментов планируется осуществить в четыре этапа. На первом этапе требуется подготовить образцы конструкционного материала с зернами, размер которых на порядок больше размера сфокусированного микропучка ЯСМЗ. Сведения о размере зерен позволяют различить сегрегацию на границах зерен от других мест скопления примеси таких как дефекты решетки, микроцарапины, а также исключить инородные включения. Поскольку в образцах концентрация примеси находится на низком уровне, то на следующем этапе для ускорения наблюдения миграции примеси на поверхность образца необходимо равномерно нанести пленку из элемента, являющегося характерной примесью для выбранного материала. На третьем этапе осуществляется облучение образца в области нанесенной пленки. Финальный этап заключается в изучении миграции примеси к границам зерен в зависимости от дозы облучения за счет построения карт распределения элементов. Дополнительным пятым этапом может быть послойное травление верхнего слоя образца с целью анализа диффузии примеси вглубь самой границы зерна.

#### **4.2.1. Исследование сегрегации примеси в конструкционном материале.**

Для демонстрации эффективности применения ЯСМЗ в задачах миграции примеси можно привести экспериментальные работы по изучению перераспределения элементов в конструкционном материале в результате температурной нагрузки, которые проводились в ИПФ НАН Украины. В исследовании использовался многослойный образец подготовленный методом твердофазного соединения различных сортов материала с помощью горячей вакуумной прокатки на оборудовании Национального научного центра «Харьковского физико-технического института». Выбор данного типа образца для исследования связан с практической точки зрения. Твердофазные швы обладают высокими прочностными свойствами, однако воздействие высоких тепловых нагрузок приводит к диффузии микропримесей с образованием различного рода выделений, что ухудшает прочностные характеристики конструкции в целом. Предполагается, что введение дополнительных промежуточных тонких барьерных или демптирующих прослоек может обеспечить необходимую конструкционную прочность, коррозионную стойкость и другие эксплуатационные свойства [149]. Для определения миграции химических элементов в области соединительного шва при моделировании эксплуатационных нагрузок использовался ядерно-физический метод анализа микро-PIXE [150].

Для изучения были взяты два образца композиционного материала «нержавеющая сталь»/Cu/Nb/Zr1Nb. Первый образец не был подвержен какому-либо воздействию, а второй прошел термоциклическую обработку близкую к условиям эксплуатации. Для анализа образцов методом микро-PIXE на канале ЯСМЗ ИПФ НАН Украины использовались протоны энергией 1,4 МэВ. Характеристическое рентгеновское излучение регистрировалось Si-PIN-детектором XR-100CR фирмы Amptek. Размер

сфокусированного пучка на мишени составлял  $3 \times 4 \text{ мкм}^2$ . Ток пучка — до 300 пкА. При сканировании момент перехода от точки к точке определялся величиной накопленного заряда заданной экспериментатором. Растр сканирования —  $100 \times 100$  пикселей, шаг сканирования — 1 мкм. Время получения карт распределения в одной выбранной области образца составляло 1,5...2 часа.

Набор спектрометрической информации производился в каждом положении зонда, и каждое событие маркировалось энергией  $E_i$  рентгеновского кванта и местоположением зонда  $(x_i, y_i)$  в растре сканирования. Расположение каждого элемента в растре определялось с помощью установленного энергетического окна за счет вырезания сигнала из каждого элементарного спектра в пикселе. Таким образом, были получены карты выхода на конкретной линии характеристического рентгеновского излучения. Так как набор спектрометрической информации проводился при условии контроля одинакового накопленного заряда в каждом пикселе, то при равном количестве ионов на точку растра полученная карта несет качественную и, в определенной мере, количественную информацию о распределении рассматриваемого химического элемента в растре сканирования. На рис. 4.6 показаны карты распределения элементов Fe, Cu, S, Ti в области границы шва «нержавеющая сталь»/медь, которые показывают характерные особенности распределения основных и примесных элементов. Шкала слева от карт показывает количество сгенерированных рентгеновских квантов в каждой точке для энергетического окна, которое соответствует ширине пика выбранного элемента.

Благодаря ЯСМЗ с использованием метода микро-PIXE было выявлено, что в образцах, не подвергавшихся термообработке, распределение основных и примесных элементов в слое стали имеет равномерный характер. В слое меди наблюдаются локальные включения серы размерами

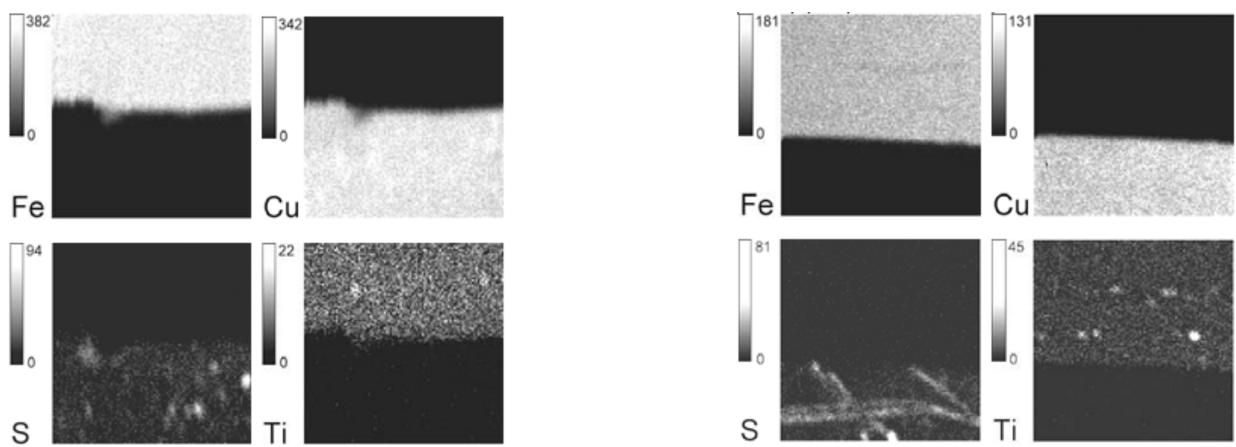


Рис. 4.6. Распределение элементов в области границы шва «нержавеющая сталь»/медь. Размеры карт —  $100 \times 100$  мкм<sup>2</sup>. Слева — исходный образец, справа — обработанный образец [11]

5...10 мкм. В образце, который подвергался термообработке, наблюдается концентрирование титана в слое стали и образование точечных структур размерами 3...5 мкм. Неравномерное распределение серы в слое меди имеет продольно поперечные структуры, что свидетельствует о сегрегации серы на границах зерен меди.

#### **4.2.2. Использование ЯСМЗ для контроля качества подготавливаемых образцов в задачах радиационно-стимулированной миграции примеси.**

Важным преимуществом ЯСМЗ для задач радиационно-стимулированной миграции примеси является возможность его использования для контроля качества подготавливаемых образцов. Это важный момент, поскольку от качества пробоподготовки напрямую зависит конечный результат исследования. Для демонстрации эффективности такого применения ЯСМЗ в имитационной задаче сегрегации примеси по границам зерен в качестве конструкционного материала была выбрана медь, а в качестве примеси — сера. Данный выбор связан с широким применением меди в ускорительной, ядерной технике, создании сверхпроводников. Сера

же является одной из главных неметаллических примесей способствующая ухудшению свойств меди и приводящая к преждевременному разрушению изделий из данного материала.

Тестовые образцы изготавливались из чистой меди. Для шлифовки и полировки использовали наждачные бумаги и полировочные пасты. В процессе механической обработки контроль качества поверхности образцов осуществлялся с помощью микроскопа МБС-10. Для выявления микроструктуры использовался реактив на основе хлорной меди (4 г) и 25% раствора аммиака (50 мл). Нанесение пленок серы проводилось двумя методами: термоиспарением в ВУПе и капельным методом с использованием раствора серы в этиловом спирте. При нанесении серы в ВУПе образец закрывался алюминиевой фольгой, в которой было проделано отверстие размерами  $\sim 300 \times 400 \text{ мкм}^2$ . Из-за малой плотности и формы серы в виде порошка нанесение пленки осуществлялось в три этапа. В случае капельного метода толщина нанесенной пленки задавалась количеством капель осажденных друг на друга. Каждая новая капля наносилась после полного высыхания предыдущей.

Исследование образцов проводилось на канале ЯСМЗ аналитического ускорительного комплекса ИПФ НАН Украины. Для построения карт распределения химических элементов применялся метод микро-PIXE. В экспериментах использовались протоны с энергией 1,2; 1,5; 1,6 МэВ. Размер пучка на мишени находился в пределах 4–5 мкм.

Перед нанесением пленки серы, подготовленные медные образцы были исследованы на предмет посторонних примесей, которые могли появиться в процессе обработки. Фотография микроструктуры одного из образцов, позволяющая оценить размер зерен поликристалла меди, представлена на рис. 4.7. Белым квадратом выделена область, выбранная для детального изучения. Исследуемые образцы помещались в камеру взаимодействия и облучались пучком протонов ориентированном по нормали к поверхности

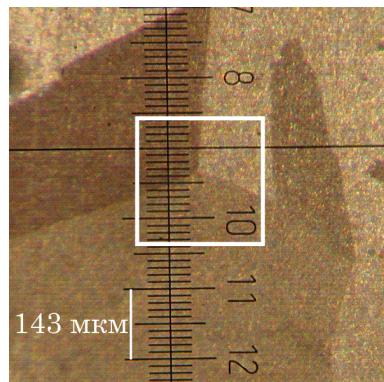
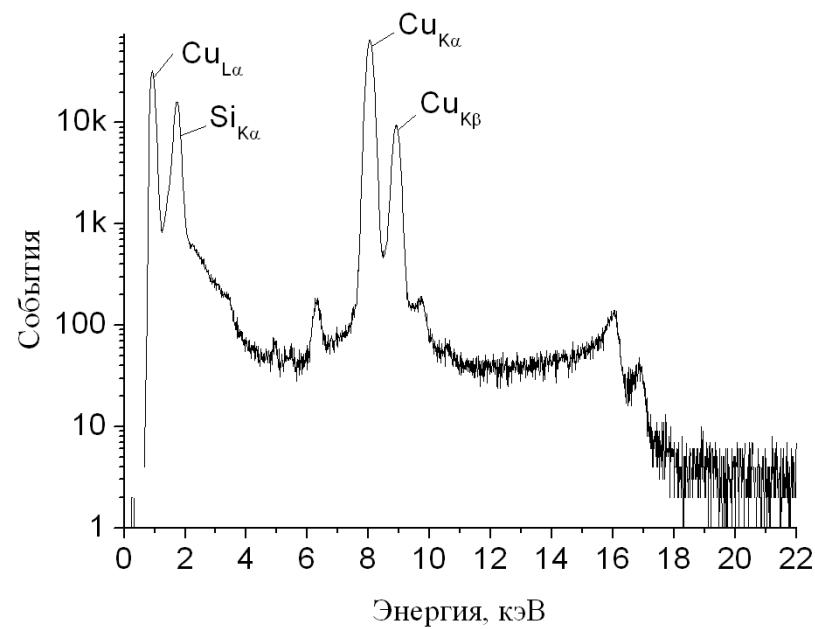


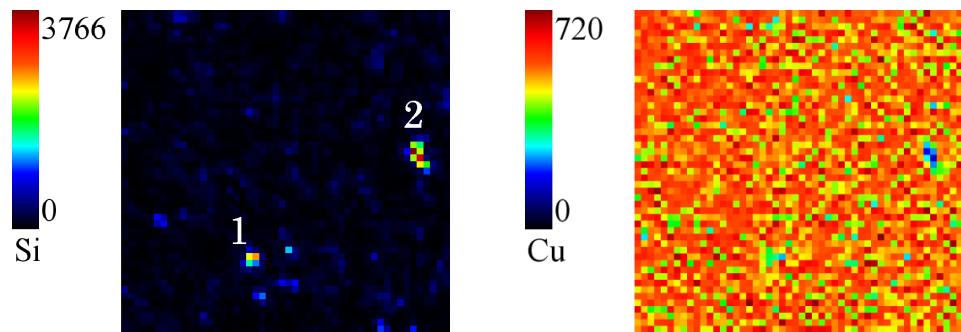
Рис. 4.7. Микроструктура подготовленного медного образца

при давлении  $10^{-4}$  Па. Набранный интегральный спектр показал наличие кремния в образце (рис. 4.8а). На построенных картах распределения элементов (рис. 4.8б) можно увидеть, что кремний расположен в образце не равномерно, и представляет собой хаотично расположенные включения. Наиболее крупные из них достигают размеров до 30 мкм в длину (рис. 4.8в). Появление включений связано с обработкой образца, поскольку шлифовальные шкурки, которые использовали при шлифовке, изготовлены из карбида кремния. Этому нежелательному результату способствует и сам образец, поскольку медь довольно мягкий металл, и поэтому разломленные кристаллы наждачной бумаги легко врезаются в образец. В дальнейшем качество обработки было улучшено и следов кремния в новых подготовленных образцах не осталось (рис. 4.9а).

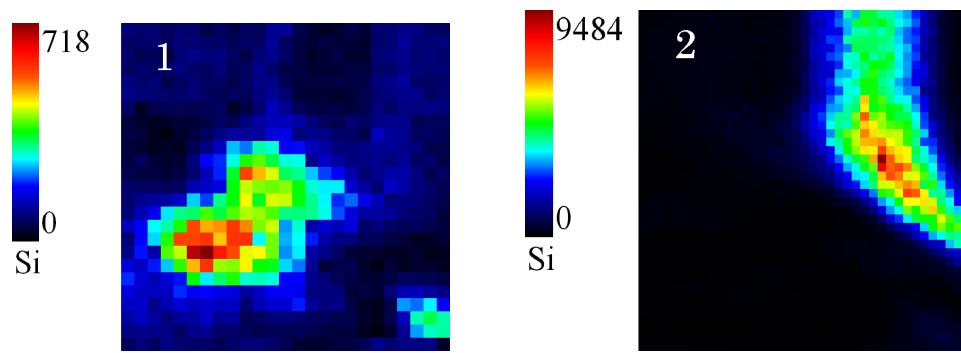
На рис. 4.9б приведены карты распределения элементов на которых показаны размеры осажденной пленки серы полученной с помощью ВУПа. Отдельные черные точки на картах вызваны кратковременным отсутствием облучающего пучка и как результат отсутствием генерируемых рентгеновских квантов. В этом случае заряд необходимый для перехода на следующую точку набирался за счет фонового тока. Такое случается при наборе данных в режиме быстрого сканирования, когда заряд в точке меньше 0,1 нКл. При детальном исследовании нанесенной пленки было



а)

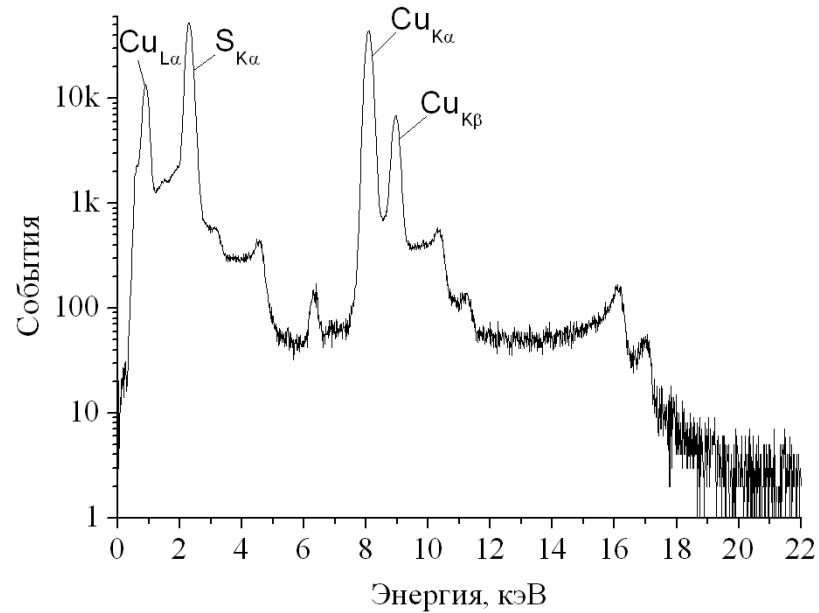


б)

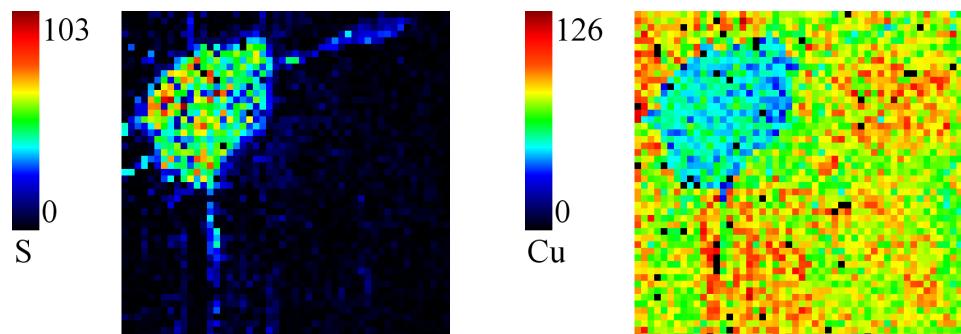


в)

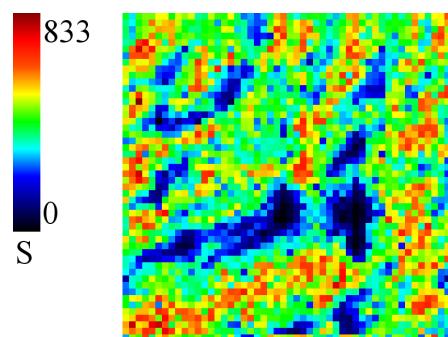
Рис. 4.8. Анализ области образца выделенной на рис. 4.7: а) интегральный спектр; б) карты распределения элементов (размер раstra —  $250 \times 250 \text{ мкм}^2$ ); в) увеличенные фрагменты включений (размер раstra 1 —  $25 \times 25 \text{ мкм}^2$ , размер раstra 2 —  $38 \times 38 \text{ мкм}^2$ )



a)



б)



в)

Рис. 4.9. Распределение элементов в образце с нанесенной пленкой серы с применением ВУПа: а) интегральный спектр; б) общий вид (размер раstra —  $1 \times 1 \text{ мм}^2$ ); в) увеличенный фрагмент центральной части пленки (размер раstra —  $100 \times 100 \text{ мкм}^2$ )

обнаружено неравномерное распределение серы (рис. 4.9в). В связи с этим данный метод требует улучшений.

Размеры пленки серы полученной капельным методом составляют 5 мм в диаметре. Их анализ показал хорошую равномерность распределения серы (рис. 4.10). Таким образом, данный метод можно рекомендовать к использованию для получения качественных образцов.

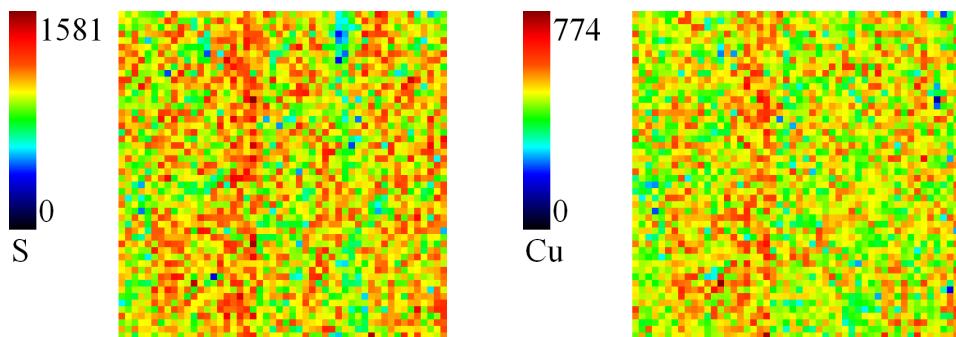


Рис. 4.10. Распределение элементов в образце с нанесенной пленкой серы полученной капельным методом (размер растров —  $200 \times 200 \text{ мкм}^2$ )

### 4.3. Выводы к разделу 4

1. Предложен подход, который позволяет осуществлять фокусировку пучка в ядерном микрозонде при изменении его энергии с сохранением размеров зонда в заданных пределах. Подход основан на предварительном определении реперных значений токов запитывания катушек полюсов линз для каждой энергии при условии точной фокусировки пучка на микрометрической сетке.
2. Рассмотрено применение ЯСМЗ в исследованиях радиационно-стимулированной миграции примеси в твердом теле. Показана эффективность применения ЯСМЗ использующего ядерно-физический метод анализа для контроля пробоподготовки в таких задачах. С помощью картирования химических

элементов методом микро-PIXE установлено, что в результате эксплуатационной нагрузки в многослойном материале, подготовленного методом холодной сварки, происходит сегрегация серы на границах зерен меди.

## ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

В результате проведенных в диссертационной работе теоретических и экспериментальных исследований процессов формирования пучка для усовершенствования микрооблучения материалов и использования ЯСМЗ для изучения радиационно-стимулированной миграции примеси в твердом теле можно сделать следующие выводы:

1. Анализ ЗФС на базе мультиплетов МКЛ, используемых для формирования пучков с высокой плотностью тока, показал, что для триплета и распределенного «русского квадруплета» МКЛ максимальные значения плотности тока достигаются при определенном рабочем расстоянии и размере пучка на мишени. В случае дублета МКЛ максимальная плотность тока ограничена размерами апертуры линз.
2. Рассмотрение процессов формирования пучка ионов с неоднородной фазовой плотностью нелинейными ЗФС показало, что задача оптимизации получения оптимального сфокусированного микропучка заключается в поиске таких размеров коллиматоров, которые обеспечивают максимальный ток пучка в зонде заданного размера для ЗФС, у которой все ионно-оптические характеристики заранее определены.
3. Усовершенствованный метод получения параметров распределения частиц в пучке позволяет определять приосевую яркость макропучка без сканирования фиксированной щелью поперечной плоскости пучка, а также нивелирует влияние рассеянных на краях коллиматора частиц на получаемые данные.
4. Экспериментальные работы по получению микрозонда с

равномерным распределением плотности тока в режиме высоких токов подтвердили теоретические расчеты, основанные на многочастичном представлении пучка с учетом неравномерного распределения частиц на входе ЗФС.

5. Разработанный подход сохранения размеров зонда при изменении энергии пучка дает возможность проводить фокусировку пучка без смещения облучаемой мишени позволяя получать распределенные дефекты по глубине в строго выбранной области.
6. Полученные двумерные карты распределения элементов в конструкционном материале с помощью метода микро-PIXE показали эффективность применение ЯСМЗ не только для исследования радиационно-стимулированной миграции примеси в твердом теле, но и для контроля качества подготавливаемых образцов.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Romanenko A. V. Ion microbeam formation for study of radiation-induced segregation at grain boundaries in construction materials / A. V. Romanenko, A. A. Ponomarov, A. G. Ponomarev // Problems of atomic science and technology. — 2013. — Vol. 98, no. 4. — P. 338–341.
2. Romanenko A. V. Formation of ion beam with high current density for micro irradiation techniques / A. V. Romanenko, A. G. Ponomarev // 14-th International conference on nuclear microprobe technology and applications (ICNMTA2014), July 7-11, 2014: book of abstracts. Padova, Italy. — 2014. — P. 49.
3. Romanenko A. V. Formation of ion beam with high current density for micro irradiation techniques / A. V. Romanenko, A. G. Ponomarev // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2015. — Vol. 348. — P. 115–118.
4. Романенко А. В. Влияние гистерезиса магнитных квадрупольных линз на процесс фокусировки пучка при изменении его энергии в ядерном сканирующем микрозонде / А. В. Романенко, А. Г. Пономарев // X Конференция по физике высоких энергий, ядерной физике и ускорителям: 27 февраля–2 марта 2012 г.: тезисы докладов. Харьков, Украина. — 2012. — С. 81.
5. Романенко А. В. Влияние гистерезиса магнитных квадрупольных линз на процесс фокусировки пучка при изменении его энергии в ядерном сканирующе микрозонде / А. В. Романенко, А. Г. Пономарев // Письма в ЖТФ. — 2013. — Т. 39, № 7. — С. 1–8.
6. Romanenko A. V. Formation of MeV energy ion beams with high current density for materials micro-irradiation / A. V. Romanenko, A. G. Ponomarev, V. I. Miroshnichenko // Problems of atomic science

- and technology. — 2013. — Vol. 86, no. 4. — P. 30–33.
7. Romanenko A. V. The use of nuclear scanning microprobe to study radiation-induced migration of impurities at the grain boundaries in construction materials / A. V. Romanenko, A. G. Ponomarev // Journal of nano- and electronic physics. — 2016. — Vol. 8, no. 1. — P. 01014–1–01014–4.
  8. Scanning nuclear microprobe application in studying of element distribution in structural materials / A. G. Ponomarev, D. V. Magilin, K. I. Melnik [et al.] // 3 International Conference «Current Problems in Nuclear Physics and Atomic Energy»: 7–12 June 2010: book of abstracts. Kyiv, Ukraine. — 2010. — P. 156–157.
  9. Investigation of element distribution in interfaces of solid-phase joining materials by  $\mu$ -PIXE and SIMS techniques / V. E. Storizhko, A. G. Ponomarev, D. V. Magilin [et al.] // 12 International conference on nuclear microprobe technology and applications (ICNMTA2010): 26–30 July 2010: book of abstracts. Leipzig, Germany. — 2010. — P. 147.
  10. Исследование распределения элементов в конструкционных материалах методом  $\mu$ -PIXE / А. Г. Пономарев, Д. В. Магилин, К. И. Мельник [и др.] // XIX Международная конференция по физике радиационных явлений и радиационному материаловедению: 06–11 сентября 2010 г.: труды конференции. Алушта, Украина. — 2010. — С. 453.
  11. Исследование распределения элементов в конструкционных материалах методом микро-PIXE / А. Г. Пономарев, Д. В. Магилин, К. И. Мельник [и др.] // IX Международная конференция «Взаимодействие излучения с твердым телом» (ВИТТ–2011): 20–22 сентября 2011 г.: труды конференции. Минск, Республика Беларусь. — 2011. — С. 442–443.
  12. Investigation of Cd<sub>1-x</sub>Mn<sub>x</sub>Te polycrystalline thin films using nuclear

- microprobe techniques / A. G. Ponomarev, A. S. Opanasyuk, P. V. Koval [et al.] // 13-th International conference on nuclear microprobe technology and applications (ICNMTA2012): 22–27 July 2012: book of abstracts. Lisbon, Portugal. — 2012. — P. 87.
13. Пономарев А. А. Определение параметров зондоформирующей системы ядерного сканирующего микрозонда на базе электростатического ускорителя ЭГ-5 ЛНФ ОИЯИ / А. А. Пономарев, А. В. Романенко, А. Г. Пономарев // XII Конференция по физике высоких энергий, ядерной физике и ускорителям: 17–21 марта 2014 г.: тезисы докладов. Харьков, Украина. — 2014. — С. 87.
  14. Неклюдов И. М. Современный статус радиационного материаловедения / И. М. Неклюдов, В. Н. Воеводин // X Международная конференция «Взаимодействие излучения с твердым телом» (ВИТТ–2013): 24–27 сентября 2013 г.: труды конференции. Минск, Республика Беларусь. — 2013. — С. 127–133.
  15. Workshop on Correlation of Neutron and Charged Particle Damage, Oak Ridge, 1976, ed. J.O. Stiegler, Conf-760673.
  16. Averback R. S. Correlations between ion and neutron irradiations: Defect production and stage i recovery / R. S. Averback, R. Benedek, K. L. Merkle // Journal of Nuclear Materials. — 1978. — Vol. 75. — P. 162–166.
  17. Averback R. S. Atomic displacement processes in irradiated metals / R. S. Averback // Journal of Nuclear Materials. — 1994. — Vol. 216. — P. 49–62.
  18. Ullmaier H. The simulation of neutron-induced mechanical property changes by light ion bombardment / H. Ullmaier // Ann. Chim. Fr. Sci.Mat. — 1984. — Vol. 9, no. 3. — P. 263–274.
  19. Emulation of reactor irradiation damage using ion beams / G. S. Was, Z. Jiao, E. Getto [et al.] // Scripta Materialia. — 2014. — Vol. 88. —

- P. 33–36.
20. Moslang A. IFMIF: the intense neutron source to qualify materials for fusion reactors / Anton Moslang // C. R. Physique. — 2008. — Vol. 9. — P. 457–468.
  21. Establishment of in situ TEM–implanter/accelerator interface facility at Wuhan University / L. P. Guo, C. S. Liu, M. Li [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. A. — 2008. — Vol. 586. — P. 143–147.
  22. Accelerated radiation damage test facility using a 5 MV tandem ion accelerator / P. T. Wady, A. Draude, S. M. Shubeita [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. A. — 2016. — Vol. 806. — P. 109–116.
  23. Ion irradiation combined with nanoindentation as a screening test procedure for irradiation hardening / C. Heintze, F. Bergner, S. Akhmadaliev, E. Altstadt // Journal of Nuclear Materials. — 2016. — Vol. 472. — P. 196–205.
  24. Аналитический ядерно-физический комплекс ННЦ ХФТИ «СОКОЛ» / В. Н. Бондаренко, Л. С. Глазунов, А. В. Гончаров [и др.] // International Conference NPAE-Kyiv 2006. — C. 852–857.
  25. A new multiple beams–material interaction research facility for radiation damage studies in fusion materials / A. Kohyama, Y. Katoh, M. Ando, K. Jimbo // Fusion Engineering and Design. — 2000. — Vol. 51–52. — P. 789–795.
  26. Kohyama A. Radiation damage study by advanced dual-ion irradiation methods / Akira Kohyama, Yutai Katoh, Kouichi Jimbo // Materials Transactions. — 2004. — Vol. 45, no. 1. — P. 51–58.
  27. Zhang Y. New ion beam materials laboratory for materials modification and irradiation effects research / Y. Zhang, M. L. Crespillo, H. Xue // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2014. — Vol. 338. — P. 19–30.
  28. A radiation effects facility using a 1.7 MV tandem accelerator / D. L. Damcott, J. M. Cookson, V. H. Rotberg, G. S. Was // Nucl. Instr.

- and Meth. B. — 1995. — Vol. 99. — P. 780–783.
29. A heavy-ion accelerator-electron microscope link for the direct observation of ion irradiation effects / D. S. Whitmell, W. A. D. Kennedy, D. J. Mazey, R. S. Nelson // Radiation Effects. — 1974. — Vol. 22, no. 3. — P. 163–168.
  30. In situ studies of the effects of ion beams on materials using the electron microscope ion beam interface / S. Ishino, H. Kawanishi, K. Fukuya, T. Muroga // IEEE Transactions on Nuclear Science. — April 1983. — Vol. NS-30, no. 2.
  31. In situ implantation system in Argonne National Laboratory HVEM-tandem facility / Anthony Taylor, Jack R. Wallace, Edward A. Ryan [et al.] // Nuclear Instruments and Methods. — 1981. — Vol. 189. — P. 211–217.
  32. Adaptation of an ion implanter on a 100 kV electron microscope for in situ irradiation / M. O. Ruaultt, M. Lerme, B. Jouffreyt, J. Chaumont // J. Phys. E: Sci. Instrum. — 1978. — Vol. 11. — P. 1125–1128.
  33. Taylor A. The HVEM-tandem accelerator facility at Argonne National laboratory / A. Taylor, C. W. Allen, E. A. Ryan // Nucl. Instr. and Meth. B. — 1987. — Vol. 24–25. — P. 598–602.
  34. In situ ion irradiation/implantation studies in the HVEM-tandem facility at Argonne National Laboratory / C. W. Allen, L. L. Funk, E. A. Ryan, A. Taylor // Nucl. Instr. and Meth. B. — 1989. — Vol. 40–41. — P. 553–556.
  35. Transmission electron microscope interfaced with ion accelerators and its application / H. Abe, H. Naramoto, K. Hojou [et al.] // Proceedings of the 7th international Symposium on Advanced Nuclear Energy Research Takasaki, Gunma, Japan, March 18-20, 1996. — P. 365–370.
  36. Hinks J. A. A review of transmission electron microscopes with in situ ion irradiation / J. A. Hinks // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2009. — Vol. 267. — P. 3652–3662.

37. Microirradiation of cells with energetic heavy ions / G. Dollinger, V. Hable, A. Hauptner [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2005. — Vol. 231. — P. 195–201.
38. The use of microbeams to investigate radiation damage in living cells / Melvyn Folkard, Kevin M. Prise, Geoff Grime [et al.] // Applied Radiation and Isotopes. — 2009. — Vol. 67. — P. 436–439.
39. Proton beam writing of chalcogenide glass: A new approach for fabrication of channel waveguides at telecommunication O and C bands / Qiang An, Chen Cheng, Sudheer Kumar Vanga [et al.] // Journal of Lightwave Technology. — 2014. — Vol. 32, no. 22. — P. 4365–4369.
40. Proton-beam writing of poly-methylmethacrylate buried channel waveguides / T. C. Sum, A. A. Bettoli, Catalin Florea, F. Watt // Journal of Lightwave Technology. — 2006. — Vol. 24, no. 10. — P. 3803–3809.
41. In-situ current–voltage analysis of Au/GaAs Schottky diode under nitrogen ion irradiation / A. T. Sharma, Shahnawaz, Sandeep Kumar [et al.] // Surface & Coatings Technology. — 2009. — Vol. 203. — P. 2667–2669.
42. Swift heavy ion-induced radiation damage in isotropic graphite studied by micro-indentation and in-situ electrical resistivity / Christian Hubert, Kay Obbe Voss, Markus Bender [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2015. — Vol. 365. — P. 509–514.
43. In situ X-ray diffraction study of the growth of silver nanoparticles embedded in silica film by ion irradiation: The effect of volume fraction / Fouran Singha, Subodh K. Gautam, Pawan Kumar Kulriya, Jean Claude Pivin // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2013. — Vol. 311. — P. 5–9.
44. On-line Raman spectroscopy of calcite and malachite during irradiation with swift heavy ions / Sebastian Dederer, Michael Burchard, Ulrich A. Glasmacher [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2015. — Vol. 365. — P. 564–568.

45. In situ and postradiation analysis of mechanical stress in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Cr induced by swift heavy-ion irradiation / V. A. Skuratov, G. Bujnarowski, Yu. S. Kovalev [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2010. — Vol. 268. — P. 3023–3026.
46. In situ RBS measurements for the effect of swift heavy ion irradiation on metal–insulator interfaces / M. Hayashi, M. Matsuda, T. Asozu [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2013. — Vol. 314. — P. 176–179.
47. Argon implantation into GaAs and in situ RBS analysis at 21 and 77 K / B. Breeger, E. Wendler, Ch. Schubert, W. Wesch // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2000. — Vol. 161–163. — P. 415–418.
48. In-situ measurement of the lithium distribution in Li-ion batteries using micro-IBA techniques / A. Yamazaki, Y. Orikasa, K. Chen [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2016. — Vol. 371. — P. 298–302.
49. Triple ion beam irradiation facility / M. B. Lewis, W. R. Allen, R. A. Buhl [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. B. — 1989. — Vol. 43. — P. 243–253.
50. In-situ capability of ion beam modification and characterization of materials at Los Alamos National Laboratory / Ning Yu, Michael Nastasi, Timothy E. Levine [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. B. — 1995. — Vol. 99. — P. 566–568.
51. Optics calculations and beam line design for the JANNUS / N. Chauvin, S. Henry, H. Flocard [et al.] // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. — 2007. — Vol. 261. — P. 34–39.
52. JANNUS: A multi-irradiation platform for experimental validation at the scale of the atomostic modelling / Y. Serruys, P. Trocellier, S. Miro [et al.] // Journal of Nuclear Materials. — 2009. — Vol. 386–388. — P. 967–970.
53. The JANNUS Saclay facility: A new platform for materials irradiation, implantation and ion beam analysis / S. Pellegrino, P. Trocellier, S. Miro [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2012. — Vol. 273. — P. 213–217.

54. Application of multi-irradiation facilities / P. Trocellier, Y. Serruys, S. Miro [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2008. — Vol. 266. — P. 3178–3181.
55. Report on the workshop for science application of a triple beam capability for advanced nuclear energy materials. April 6-7, 2009. Lawrence Livermore National Laboratory.
56. JANNUS: experimental validation at the scale of atomic modelling / Yves Serruys, Marie-Odile Ruault, Patrick Trocellier [et al.] // C. R. Physique. — 2008. — Vol. 9. — P. 437–444.
57. Устройство для моделирования эффектов взаимодействия нейтронных потоков с материалами ядерных реакторов / А. В. Пермяков, В. В. Мельниченко, В. В. Брык [и др.] // ВАНТ. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. — 2014. — Т. 90, № 2. — С. 180–186.
58. Воеводин В. Н. Конструкционные материалы ядерной энергетики — вызов 21 века / В. Н. Воеводин // ВАНТ. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. — 2007. — № 2. — С. 10–22.
59. Mansur L. K. Theory of transitions in dose dependence of radiation effects in structural alloys / L. K. Mansur // Journal of Nuclear Materials. — 1993. — Vol. 206. — P. 306–323.
60. Mansur L. K. Theory and experimental background on dimensional changes in irradiated alloys / L. K. Mansur // Journal of Nuclear Materials. — 1994. — Vol. 216. — P. 97–123.
61. Emulation of neutron irradiation effects with protons: validation of principle / G. S. Was, J. T. Busby, T. Allen [et al.] // Journal of Nuclear Materials. — 2002. — Vol. 300. — P. 198–216.
62. Radiation-induced segregation in desensitized type 304 austenitic stainless steel / Parag Ahmedabadi, V. Kain, K. Arora [et al.] // Journal of Nuclear Materials. — 2011. — Vol. 416, no. 3. — P. 335–344.

63. Nastar M. Radiation-induced segregation / M. Nastar, F. Soisson // Comprehensive Nuclear Materials. — 2012. — P. 471–496.
64. Anisotropic radiation-induced segregation in 316L austenitic stainless steel with grain boundary character / Christopher M. Barr, Gregory A. Vetterick, Kinga A. Unocic [et al.] // Acta Materialia. — 2014. — Vol. 67. — P. 145–155.
65. The formation of radiation-induced segregation at twin bands in ion-irradiated austenitic stainless steel / Hyung-Ha Jin, Gyeong-Geun Lee, Junhyun Kwon [et al.] // Journal of Nuclear Materials. — 2014. — Vol. 454, no. 1–3. — P. 28–36.
66. Effect of solute misfit and temperature on irradiation-induced segregation in binary Ni alloys / L. E. Rehn, P. R. Okamoto, D. I. Potter, H. Wiedersich // Journal of Nuclear Materials. — 1978. — Vol. 74, no. 2. — P. 242–251.
67. Rehn L. E. Surface modification and radiation-induced segregation / L. E. Rehn // Materials Research Society. — 1981. — Vol. 7. — P. 17–34.
68. Okamoto P. R. Segregation of alloying elements to free surfaces during irradiation / P. R. Okamoto, H. Wiedersich // Journal of Nuclear Materials. — 1974. — Vol. 53. — P. 336–345.
69. Kornblit L. The size effect in radiation-induced segregation of solutes in binary metallic alloys / L. Kornblit, A. Ignatiev // Journal of Nuclear Materials. — 1984. — Vol. 126, no. 1. — P. 77–78.
70. Irradiation damage of single crystal, coarse-grained, and nanograined copper under helium bombardment at 450°C / Han Weizhong, E. G. Fu, Michael J. Demkowicz [et al.] // Journal of Materials Research. — 2013. — Vol. 28, no. 20. — P. 2763–2770.
71. Swelling and post-irradiated deformation structures in 18Cr–10Ni–Ti irradiated with heavy ions / O. V. Borodin, V. V. Bryk, A. S. Kalchenko

- [et al.] // Journal of Nuclear Materials. — 2004. — Vol. 329–333. — P. 630–633.
72. Microstructural evolution of proton irradiated T91 / G. Gupta, Z. Jiao, A. N. Ham [et al.] // Journal of Nuclear Materials. — 2006. — Vol. 351. — P. 162–173.
73. Hashimoto N. Microstructural evolution of nickel-doped 9Cr steels irradiated in HFIR / N. Hashimoto, R. L Klueh // Journal of Nuclear Materials. — 2002. — Vol. 305. — P. 153–158.
74. Jia X. Microstructure in martensitic steels T91 and F82H after irradiation in SINQ Target-3 / X. Jia, Y. Dai // Journal of Nuclear Materials. — 2003. — Vol. 318. — P. 207–214.
75. Klueh R. L. Microstructure-mechanical properties correlation of irradiated conventional and reduced-activation martensitic steels / R. L. Klueh, Ji-Jung Kai, D. J. Alexander // Journal of Nuclear Materials. — 1995. — Vol. 225. — P. 175–186.
76. Zinkle S. J. Dose dependence of the microstructural evolution in neutron-irradiated austenitic stainless steel / S. J. Zinkle, P. J. Maziasz, R. E. Stoller // Journal of Nuclear Materials. — 1993. — Vol. 206. — P. 266–286.
77. Microstructural characterization of Eurofer-97 and Eurofer-ODS steels before and after multi-beam ion irradiations at JANNUS Saclay facility / Daniel Brimbal, Lucile Beck, Oliver Troeber [et al.] // Journal of Nuclear Materials. — 2015. — Vol. 465. — P. 236–244.
78. He and Cr effects on radiation damage formation in ion-irradiated pure iron and Fe–5.40 wt.% Cr: A transmission electron microscopy study / Daniel Brimbal, Estelle Meslin, Jean Henry [et al.] // Acta Materialia. — 2013. — Vol. 61. — P. 4757–4764.
79. Effect of pre-implanted helium on void swelling evolution in self-ion irradiated HT9 / E. Getto, Z. Jiao, A. M. Monterrosa [et al.] // Journal

- of Nuclear Materials. — 2015. — Vol. 462. — P. 458–469.
80. Evaluation of Helium effects on swelling behavior of oxide dispersion strengthened ferritic steels under ion irradiation / K. Yutani, H. Kishimoto, R. Kasada, A. Kimura // Journal of Nuclear Materials. — 2007. — Vol. 367–370. — P. 423–427.
81. Ion-induced swelling of ODS ferritic alloy MA957 tubing to 500 dpa / M. B. Toloczko, F. A. Garner, V. N. Voyevodin [et al.] // Journal of Nuclear Materials. — 2014. — Vol. 453. — P. 323–333.
82. Synergistic effect of helium and hydrogen for defect evolution under multi-ion irradiation of Fe-Cr ferritic alloys / T. Tanaka, K. Oka, S. Ohnuki [et al.] // Journal of Nuclear Materials. — 2004. — Vol. 329–333. — P. 294–298.
83. Synergistic effects of hydrogen and helium on microstructural evolution in vanadium alloys by triple ion beam irradiation / N. Sekimura, T. Iwai, Y. Arai [et al.] // Journal of Nuclear Materials. — 2000. — Vol. 283–287. — P. 224–228.
84. Features of structure-phase changes in high-manganese type EP-838 austenitic stainless steel irradiated with heavy ions and neutrons / V. I. Krivoshey, O. V. Borodin, V. N. Voyevodin [et al.] // Journal of Nuclear Materials. — 1993. — Vol. 203. — P. 128–135.
85. Neklyudov I. M. Features of structure-phase transformations and segregation processes under irradiation of austenitic and ferritic-martensitic steels / I. M. Neklyudov, V. N. Voyevodin // Journal of Nuclear Materials. — 1994. — Vol. 212–215. — P. 39–44.
86. Microstructure investigation of Cr and Cr alloys irradiated with heavy ions / V. V. Bryk, V. N. Voyevodin, I. M. Neklyudov, A. N. Rakitskij // Journal of Nuclear Materials. — 1995. — Vol. 225. — P. 146–153.
87. Displacement and helium-induced enhancement of hydrogen and deuterium retention in ion-irradiated 18Cr10NiTi stainless steel /

- G. D. Tolstolutskaya, V. V. Ruzhytskiy, I. E. Kopanets [et al.] // Journal of Nuclear Materials. — 2006. — Vol. 356. — P. 136–147.
88. Влияние содержания кислорода на эволюцию микроструктуры сплава Zr1%Nb при ионном облучении / О. В. Бородин, В. В. Брык, Р. Л. Василенко [и др.] // ВАНТ. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. — 2008. — № 2. — С. 53–61.
89. Microstructure evolution and degradation mechanisms of reactor internal steel irradiated with heavy ions / O. V. Borodin, V. V. Bryk, A. S. Kalchenko [et al.] // Journal of Nuclear Materials. — 2009. — Vol. 385. — P. 325–328.
90. Prediction of swelling of 18Cr10NiTi austenitic steel over a wide range of displacement rates / A. S. Kalchenko, V. V. Bryk, N. P. Lazarev [et al.] // Journal of Nuclear Materials. — 2010. — Vol. 399. — P. 114–121.
91. Synergistic effects of helium and hydrogen on self-ion-induced swelling of austenitic 18Cr10NiTi stainless steel / O. V. Borodin, V. V. Bryk, A. S. Kalchenko [et al.] // Journal of Nuclear Materials. — 2013. — Vol. 442. — P. 817–820.
92. Microstructural evolution and radiation stability of steels and alloys / V. N Voyevodin, I. M. Neklyudov, V. V. Bryk, O. V. Borodin // Journal of Nuclear Materials. — 1999. — Vol. 271–272. — P. 290–295.
93. Use of double and triple-ion irradiation to study the influence of high levels of helium and hydrogen on void swelling of 8–12% Cr ferritic-martensitic steels / Y. E. Kupriyanova, V. V. Bryk, O. V. Borodin [et al.] // Journal of Nuclear Materials. — 2016. — Vol. 468. — P. 264–273.
94. Proton irradiation effects on Resistive Random Access Memory with ZrO/HfO stacks / D. Lee, J. Lee, S. Jung [et al.] // IEEE Transactions on Nuclear Science. — 2011. — Vol. 58. — P. 3317–3320.
95. The impact of X-Ray and proton irradiation on HfO<sub>2</sub>/Hf-based bipolar

- resistive memories / J. S. Bi, Z. S. Han, E. X. Zhang [et al.] // IEEE Transactions on Nuclear Science. — 2013. — Vol. 60. — P. 4540–4546.
96. Proton-based total-dose irradiation effects on Cu/HfO<sub>2</sub>:Cu/Pt ReRAM devices / B. Butcher, X. He, M. Huang [et al.] // Nanotechnology. — 2010. — Vol. 21, no. 47. — P. 475206.
  97. Bolse W. Mechanisms of ion beam induced atomic mixing in solids / Wolfgang Bolse // Materials Science and Engineering A. — 1998. — Vol. 253. — P. 194–201.
  98. Swift heavy ions induced mixing in metal/semiconductor system / Sarvesh Kumar, R. S. Chauhan, D. C. Agarwal [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2008. — Vol. 266. — P. 1759–1763.
  99. Dooley S. P. He<sup>+</sup> and H<sup>+</sup> mubeam damage, swelling and annealing in diamond / S. P. Dooley, D. N. Jamieson, S. Prawer // Nucl. Instr. and Meth. B. — 1993. — Vol. 77. — P. 484–491.
  100. Brown R. A. 2 MeV He microbeam damage in Si and GaAs / R. A. Brown, J. C. McCallum, J. S. Williams // Nucl. Instr. and Meth. B. — 1991. — Vol. 54. — P. 197–203.
  101. Roberts A. Fabrication of buried channel waveguides in fused silica using focused MeV proton beam irradiation / A. Roberts, M. L. von Bibra // Journal of Lightwave Technology. — 1996. — Vol. 14, no. 11. — P. 2554–2557.
  102. Fabrication of buried channel waveguides in photosensitive glass using proton beam writing / A. A. Bettoli, S. Venugopal Rao, E. J. Teo [et al.] // Applied Physics Letters. — 2006. — Vol. 88, no. 17. — P. 171106.
  103. Embedded photonic structures fabricated in photosensitive glass using proton beam writing / A. A. Bettoli, C. N. B. Udalagama, E. J. Teo [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2007. — Vol. 260. — P. 357–361.
  104. Polymer microlens replication by Nanoimprint Lithography using proton beam fabricated Ni stamp / R. K. Dutta, J. A. van Kan, A. A. Bettoli,

- F. Watt // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2007. — Vol. 260. — P. 464–467.
105. Fabrication and characterization of microcavity lasers in rhodamine B doped SU8 using high energy proton beam / S. Venugopal Rao, A. A. Bettoli, K. C. Vishnubhatla [et al.] // Applied Physics Letters. — 2007. — Vol. 90. — P. 101115.
106. Electroforming of Ni mold for imprint lithography using high-aspect-ratio PMMA microstructures fabricated by proton beam writing / Yusuke Tanabe, Hiroyuki Nishikawa, Yoshihiro Seki [et al.] // Microelectronic Engineering. — 2011. — Vol. 88. — P. 2145–2148.
107. Бенфорд А. Транспортировка пучка заряженных частиц / А. Бенфорд. — Москва: Атомиздат, 1969. — 240 с.
108. Ulmer C. J. In situ ion irradiation of zirconium carbide / Christopher J. Ulmer, Arthur T. Motta, Mark A. Kirk // Journal of Nuclear Materials. — 2015. — Vol. 466. — P. 606–614.
109. The effects of external fields and slit scattering on the beam spot profile of the coupled triplet system / F. Watt, T. F. Choo, K. K. Lee [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. B. — 1995. — Vol. 104. — P. 101–106.
110. High velocity ion microprobes and their source requirements / G. J. F. Legge, G. R. Moloney, R. A. Colman, G. L. Allan // Review of Scientific Instruments. — 1996. — Vol. 67. — P. 909.
111. A survey of two-stage focusing systems for nanobeam design / M. J. Merchant, G. W. Grime, K. J. Kirkby, R. Webb // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2007. — Vol. 260. — P. 8–14.
112. First results obtained using the CENBG nanobeam line: Performances and applications / Ph. Barberet, L. Daudin, N. Gordillo [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2011. — Vol. 269. — P. 2163–2167.
113. Quantitative trace element analysis with sub-micron lateral resolution / Tilo Reinert, Daniel Spemann, Markus Morawski, Thomas Arendt // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2006. — Vol. 249. — P. 734–737.

114. Rothermel M. Rearranging a nanoprobe: Line foci, grid shadow patterns and performance tests / Martin Rothermel, Tilman Butz, Tilo Reinert // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2009. — Vol. 267. — P. 2017–2020.
115. High energy focused ion beam technology and applications / G. A. Glass, A. D. Dymnikov, B. Rout, D. P. Zachry // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2007. — Vol. 260. — P. 372–377.
116. One-stage probe-forming systems with quadrupole lenses excited by individual power supplies / A. A. Ponomarova, K. I. Melnik, G. S. Vorobjov, A. G. Ponomarev // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2011. — Vol. 269. — P. 2202–2205.
117. Melnik K. I. Experimental results of microprobe focusing by quadruplet with four independent lens power supplies / K. I. Melnik, D. V. Magilin, A. G. Ponomarev // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2013. — Vol. 306. — P. 17–20.
118. Vizkelethy G. The new Sandia light ion microbeam / G. Vizkelethy, B. L. Doyle, F. L. McDaniel // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2012. — Vol. 273. — P. 222–225.
119. Баранова Л. . Электростатические электронные линзы / Л. Я. Баранова, С. Я. Явор. — Москва: Наука. Гл. ред. физ.-мат. лит., 1986. — 192 с.
120. Корн Г. Справочник по математике для научных работников и инженеров / Г. Корн, Т. Корн. — Москва: Наука, 1978. — 832 с.
121. Grime G. W. Beam optics of quadrupole probe-forming systems / G. W. Grime, F. Watt. — Bristol, UK: Adam Hilger Ltd., 1984. — 273 p.
122. Buon J. Beam phase space and emittance / J. Buon // CERN Accelerator School Proceedings, (Editor: S. Turner). — 1994. — Vol. 1. — P. 89–115.
123. Гантмахер Ф. Р. Теория матриц / Ф. Р. Гантмахер. — Москва: Наука, 1966. — 576 с.
124. Дымников А. Д. Системы формирования протонных пучков микронных размеров / А. Д. Дымников, Г. М. Осетинский // Физика

- элементарных частиц и атомного ядра. — 1989. — Т. 20, № 3. — С. 694–733.
125. Ponomarev A. G. Parametric multiplets of magnetic quadrupole lenses: application prospects for probe-forming systems of nuclear microprobe / A. G. Ponomarev, K. I. Melnik, V. I. Miroshnichenko // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2005. — Vol. 231. — P. 86–93.
  126. Ponomarev A. G. Optimum collimator shape and maximum emittance for submicron focusing of ion beams. Determination of the probe forming system resolution limit / A. G. Ponomarev, V. I. Miroshnichenko, V. E. Storizhko // Nucl. Instr. and Meth. A. — 2003. — Vol. 506, no. 3. — P. 20–25.
  127. Ponomarev A. G. Permissible technological limitation of quadrupole lenses used in parameter multiplets for ion microprobe forming / A. G. Ponomarev, K. I. Melnik // VANT. — 2003. — Vol. 3, no. 4. — P. 301–304.
  128. Optimization of magnetic quadrupole probe-forming systems by the method of synthesis / V. A. Brazhnik, S. A. Lebed, V. I. Miroshnichenko [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2000. — Vol. 171. — P. 558–564.
  129. Пономарев А. Г. Влияние паразитических компонент поля магнитных квадрупольных линз на разрешающую способность высокоэнергетичного ядерного микрозонда: дис. кандидата физ.-мат. наук: 01.04.01 / А. Г. Пономарев. — Сумы, 1999. — 156 с.
  130. Гончаров А. В. Программа оптимизации размеров входного коллиматора протонного микрозонда для получения пучка с максимальным фазовым объемом / А. В. Гончаров // Материалы II Всесоюзной конференции «Микроанализ на ионных пучках»: 11–13 октября 1988 г. Харьков, Украина. — 1988. — С. 271–275.
  131. Глазер В. Основы электронной оптики (пер. с немецкого) / В. Глазер. — Москва: Государственное издательство технико-теоретической

- литературы, 1957. — 764 с.
132. Ponomarov A. A. Influence of the beam current density distribution on the spatial resolution of a nuclear microprobe / A. A. Ponomarov, V. I. Miroshnichenko, A. G. Ponomarev // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2009. — Vol. 267. — P. 2041–2045.
  133. Numerical Recipes The Art of Scientific Computing / W. H. Press, S. A. Teukolsky, W. T. Vetterling, B. P. Flannery. — Cambridge, UK: Cambridge University Press, 2007. — 1262 p.
  134. Гайдукова И. С. О расчете распределения плотности тока в зонде электронно-лучевого прибора / И. С. Гайдукова, О. Ю. Ильина, Я. С. Ярмусевич // Радиотехника и электроника. — 1980. — Т. 25, № 6. — С. 1256–1263.
  135. Овсянникова Л. П. Метод расчета распределения плотности тока в электронно-оптических системах / Л. П. Овсянникова, Е. В. Шпак, С. Я. Явор // ЖТФ. — 1975. — Т. 44, № 11. — С. 2421–2424.
  136. Овсянникова Л. П. Распределение плотности тока в электронно-оптических системах с диафрагмированным пучком / Л. П. Овсянникова, Е. В. Шпак // ЖТФ. — 1977. — Т. 47, № 2. — С. 438–440.
  137. Пономарев А. А. Формирование пучка в ядерном микрозонде с учетом неоднородности фазовой плотности частиц: дис. кандидата физ.-мат. наук: 01.04.20 / А. А. Пономарев. — Сумы, 2013. — 134 с.
  138. The rapid secondary electron imaging system of the proton beam writer at CIBA / C. N. B. Udalagama, A. A. Bettoli, J. A. van Kan [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2007. — Vol. 260. — P. 390–395.
  139. The Sumy scanning nuclear microprobe: design features and first tests / V. E. Storizhko, A. G. Ponomarev, V. A. Rebrov [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2007. — Vol. 260. — P. 49–54.

140. Performance of the Sumy nuclear microprobe with the integrated probe-forming system / D. V. Magilin, A. G. Ponomarev, V. A. Rebrov [et al.] // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2009. — Vol. 267. — P. 2046–2049.
141. The new design of magnetic quadrupole lens doublet manufactured from a single piece / V. A. Rebrov, A. G. Ponomarev, V. K. Palchik, N. G. Melnik // Nucl. Instr. and Meth. B. — 2007. — Vol. 260. — P. 34–38.
142. Дымников А. Д. Четыре квадрупольные линзы как аналог аксиальносимметричной системы / А. Д. Дымников, С. Я. Явор // ЖТФ. — 1963. — Т. 33, № 7. — С. 851–858.
143. Пономарев А. Г. Восстановление распределения приосевой яркости пучка в электростатическом ускорителе / А. Г. Пономарев, А. А. Пономарев, В. И. Мирошниченко // Труды XVII Международной конференции по электростатическим ускорителям и пучковым технологиям (ESACCEL 2008): 21–23 октября 2008 г. Обнинск, Россия. — 2008. — С. 152–155.
144. [www.srim.org](http://www.srim.org).
145. Garcia-Mazario M. Embrittlement susceptibility induced by impurities segregation to grain boundaries in martensitic steels candidates to be used in ADS / M. Garcia-Mazario, A. M. Lancha, M. Hernandez-Mayoral // Journal of Nuclear Materials. — 2007. — Vol. 360, no. 3. — P. 293–303.
146. Ilyin A. M. Synergistic effect of hydrogen and impurity segregations on the grain boundary embrittlement in Nb / A. M. Ilyin, V. P. Shestakov, I. L. Tazhibaeva // Journal of Nuclear Materials. — 2000. — Vol. 283–287, no. 1. — P. 161–163.
147. Secondary ion mass spectroscopy of impurities in iridium / R. Volkl, A. Behrends, J. Merker [et al.] // Materials Science and Engineering: A. — 2004. — Vol. 368, no. 1–2. — P. 109–116.

148. Пономарев А. Г. Ядерный сканирующий микрозонд: современное состояние в мире, области применения и перспективы развития / А. Г. Пономарев // Материалы 9-ой Международной конференции «Взаимодействие излучений с твердым телом»: 20–22 сентября 2011 г. Минск, Беларусь. — 2011. — С. 438–440.
149. Исследование процессов сварки многослойных структур из кристаллитов различного химического состава с помощью горячей прокатки в вакууме / Б. В. Борц, А. Ф. Ванжа, А. Т. Лопата [и др.] // Problems of atomic science and technology. — 2005. — Т. 88, № 5. — С. 156–158.
150. Breese M. B. H. Materials analysis using a nuclear microprobe / M. B. H. Breese, D. N. Jamieson, P. J. C. King. — New York: John Wiley, 1996. — 464 p.

## Приложение

Измерение распределения тока. Показания ламелей приведены в мкм.

Величина тока — в нА. Погрешность измерения тока <10%.

*Таблица 1*

### 16.01.2014. Частицы — протоны. Энергия частиц — 1 МэВ.

#### Конденсорная система — включена.

Объектный коллиматор		Угловой коллиматор		Ток	Объектный коллиматор		Угловой коллиматор		Ток
правая ламель	левая ламель	правая ламель	левая ламель		верхняя ламель	нижняя ламель	верхняя ламель	нижняя ламель	
500	0	500	0	52	500	0	500	0	52
500	0	300	0	33	500	0	300	0	31,5
500	0	100	0	10,5	500	0	100	0	9,7
500	0	0	100	7,2	500	0	0	100	4,3
500	0	0	300	11,55	500	0	0	300	5,9
500	0	0	500	12	500	0	0	500	6
300	0	500	0	34	300	0	500	0	42
300	0	300	0	25	300	0	300	0	30,5
300	0	100	0	9,95	300	0	100	0	9,25
300	0	0	100	7	300	0	0	100	3,95
300	0	0	300	11	300	0	0	300	5,7
300	0	0	500	11,25	300	0	0	500	5,9
100	0	500	0	6,3	100	0	500	0	10,65
100	0	300	0	5,75	100	0	300	0	10
100	0	100	0	2,7	100	0	100	0	5,25
100	0	0	100	2,25	100	0	0	100	2,6
100	0	0	300	4,6	100	0	0	300	3,55
100	0	0	500	4,7	100	0	0	500	3,75
0	100	500	0	4,4	0	100	500	0	3,6

продолжение таблицы 1

Объектный коллиматор		Угловой коллиматор		Ток	Объектный коллиматор		Угловой коллиматор		Ток
правая ламель	левая ламель	правая ламель	левая ламель		верхняя ламель	нижняя ламель	верхняя ламель	нижняя ламель	
0	100	300	0	4,25	0	100	300	0	3,3
0	100	100	0	2,55	0	100	100	0	2,2
0	100	0	100	3,3	0	100	0	100	4,45
0	100	0	300	8	0	100	0	300	9,5
0	100	0	500	9,5	0	100	0	500	10,15
0	300	500	0	6,9	0	300	500	0	6
0	300	300	0	6,7	0	300	300	0	5,5
0	300	100	0	4,6	0	300	100	0	3,4
0	300	0	100	8,5	0	300	0	100	7,55
0	300	0	300	26,5	0	300	0	300	30
0	300	0	500	36	0	300	0	500	40,5
0	500	500	0	7,1	0	500	500	0	6,1
0	500	300	0	6,8	0	500	300	0	5,55
0	500	100	0	4,6	0	500	100	0	3,5
0	500	0	100	8,95	0	500	0	100	7,8
0	500	0	300	29,5	0	500	0	300	31,5
0	500	0	500	49	0	500	0	500	49

$$b_0 = (6,7 \pm 1,1) \text{ пкА}/(\text{мкм}^2 \cdot \text{мрад}^2);$$

$$\sigma_x = 0,621 \text{ мм}; x_0 = -0,049 \text{ мм}; \sigma_{x'} = 0,088 \text{ мрад}; x'_0 = -0,016 \text{ мрад};$$

$$k_x = -0,4;$$

$$\sigma_y = 0,667 \text{ мм}; y_0 = -0,011 \text{ мм}; \sigma_{y'} = 0,098 \text{ мрад}; y'_0 = -0,001 \text{ мрад};$$

$$k_y = -0,9.$$

Таблица 2

**17.02.2014. Частицы – протоны. Энергия частиц – 1 МэВ.****Конденсорная система – включена.**

Объектный коллиматор		Угловой коллиматор		Ток	Объектный коллиматор		Угловой коллиматор		Ток
правая ламель	левая ламель	правая ламель	левая ламель		верхняя ламель	нижняя ламель	верхняя ламель	нижняя ламель	
500	0	500	0	59,5	500	0	500	0	56
500	0	300	0	37,5	500	0	300	0	34,5
500	0	100	0	11	500	0	100	0	11,15
500	0	0	100	7,65	500	0	0	100	6
500	0	0	300	10,5	500	0	0	300	8,4
500	0	0	500	11,25	500	0	0	500	8,6
300	0	500	0	34,5	300	0	500	0	41,5
300	0	300	0	27,5	300	0	300	0	31,5
300	0	100	0	11,25	300	0	100	0	11,2
300	0	0	100	7,5	300	0	0	100	5,5
300	0	0	300	10,75	300	0	0	300	7,6
300	0	0	500	11,05	300	0	0	500	8
100	0	500	0	7,95	100	0	500	0	9,6
100	0	300	0	7,25	100	0	300	0	9,45
100	0	100	0	3,65	100	0	100	0	5,65
100	0	0	100	3,05	100	0	0	100	3,5
100	0	0	300	6	100	0	0	300	5,4
100	0	0	500	6,15	100	0	0	500	5,55
0	100	500	0	5,05	0	100	500	0	3,05
0	100	300	0	4,8	0	100	300	0	2,7
0	100	100	0	2,9	0	100	100	0	1,85
0	100	0	100	3,75	0	100	0	100	4,45
0	100	0	300	8,45	0	100	0	300	10,65
0	100	0	500	10,35	0	100	0	500	11,4
0	300	500	0	7,7	0	300	500	0	5,8
0	300	300	0	6,85	0	300	300	0	5,2

продолжение таблицы 2

Объектный коллиматор		Угловой коллиматор		Ток	Объектный коллиматор		Угловой коллиматор		Ток
правая ламель	левая ламель	правая ламель	левая ламель		верхняя ламель	нижняя ламель	верхняя ламель	нижняя ламель	
0	300	100	0	5,55	0	300	100	0	3,1
0	300	0	100	9,55	0	300	0	100	7,3
0	300	0	300	24,5	0	300	0	300	28,5
0	300	0	500	38	0	300	0	500	40
0	500	500	0	7,8	0	500	500	0	6
0	500	300	0	7,6	0	500	300	0	5,45
0	500	100	0	5,05	0	500	100	0	3,55
0	500	0	100	9	0	500	0	100	7,55
0	500	0	300	29	0	500	0	300	31
0	500	0	500	50	0	500	0	500	47

$$b_0 = (6,7 \pm 1,2) \text{ пкА/(мкм}^2\cdot\text{мрад}^2\text{);}$$

$$\sigma_x = 1,043 \text{ мм}; x_0 = -0,375 \text{ мм}; \sigma_{x'} = 0,081 \text{ мрад}; x'_0 = -0,009 \text{ мрад};$$

$$k_x = -0,32;$$

$$\sigma_y = 0,583 \text{ мм}; y_0 = -0,06 \text{ мм}; \sigma_{y'} = 0,086 \text{ мрад}; y'_0 = -0,003 \text{ мрад};$$

$$k_y = -0,78.$$

Таблица 3

**3.06.2015. Частицы – протоны. Энергия частиц – 1 МэВ. Конденсорная система – выключена.**

Объектный коллиматор		Угловой коллиматор		Ток	Объектный коллиматор		Угловой коллиматор		Ток
правая ламель	левая ламель	правая ламель	левая ламель		верхняя ламель	нижняя ламель	верхняя ламель	нижняя ламель	
400	0	400	0	25,95	400	0	400	0	19,65
400	0	200	0	13,05	400	0	200	0	7,5
400	0	0	200	4,97	400	0	0	200	1,43
400	0	0	400	5,17	400	0	0	400	1,6

продолжение таблицы 3

Объектный коллиматор		Угловой коллиматор		Ток	Объектный коллиматор		Угловой коллиматор		Ток
правая ламель	левая ламель	правая ламель	левая ламель		верхняя ламель	нижняя ламель	верхняя ламель	нижняя ламель	
200	0	0	400	5,03	200	0	0	400	1,58
200	0	0	200	5	200	0	0	200	1,44
200	0	200	0	12,35	200	0	200	0	6,94
200	0	400	0	15,5	200	0	400	0	13,55
0	200	400	0	0,53	0	200	400	0	2,77
0	200	200	0	0,52	0	200	200	0	2,58
0	200	0	200	9,1	0	200	0	200	7,6
0	200	0	400	18,65	0	200	0	400	13
0	400	0	400	21,5	0	400	0	400	20,2
0	400	0	200	8,9	0	400	0	200	8,05
0	400	200	0	0,52	0	400	200	0	2,59
0	400	400	0	0,53	0	400	400	0	2,73

$$b_0 = (4 \pm 2,8) \text{ пкА}/(\text{мкм}^2 \cdot \text{мрад}^2);$$

$$\sigma_x = 0,534 \text{ мм}; x_0 = 0,051 \text{ мм}; \sigma_{x'} = 0,138 \text{ мрад}; x'_0 = -0,012 \text{ мрад};$$

$$k_x = 0,96;$$

$$\sigma_y = 0,812 \text{ мм}; y_0 = 0,017 \text{ мм}; \sigma_{y'} = 0,16 \text{ мрад}; y'_0 = 0,015 \text{ мрад}; k_y = 0,98.$$

Таблица 4

**25.05.2015. Частицы –  $\text{He}^+$ . Энергия частиц – 1 МэВ. Конденсорная система – включена.**

Объектный коллиматор		Угловой коллиматор		Ток	Объектный коллиматор		Угловой коллиматор		Ток
правая ламель	левая ламель	правая ламель	левая ламель		верхняя ламель	нижняя ламель	верхняя ламель	нижняя ламель	
450	0	450	0	8,29	450	0	450	0	7,37
450	0	300	0	5,72	450	0	300	0	4,9
450	0	150	0	2,76	450	0	150	0	2,24

продолжение таблицы 4

Объектный коллиматор		Угловой коллиматор		Ток	Объектный коллиматор		Угловой коллиматор		Ток
правая ламель	левая ламель	правая ламель	левая ламель		верхняя ламель	нижняя ламель	верхняя ламель	нижняя ламель	
450	0	0	150	1,56	450	0	0	150	0,59
450	0	0	300	1,73	450	0	0	300	0,72
450	0	0	450	1,69	450	0	0	450	0,63
300	0	450	0	1,72	300	0	450	0	0,7
300	0	300	0	1,68	300	0	300	0	0,51
300	0	150	0	1,49	300	0	150	0	0,41
300	0	0	150	2,8	300	0	0	150	2,07
300	0	0	300	5,85	300	0	0	300	4,62
300	0	0	450	7,51	300	0	0	450	7
150	0	450	0	3,51	150	0	450	0	3,45
150	0	300	0	3,33	150	0	300	0	4,31
150	0	150	0	2,16	150	0	150	0	2,13
150	0	0	150	1,56	150	0	0	150	0,29
150	0	0	300	1,67	150	0	0	300	0,36
150	0	0	450	1,67	150	0	0	450	0,23
0	150	450	0	4,58	0	150	450	0	4,22
0	150	300	0	3,77	0	150	300	0	3,98
0	150	150	0	2,07	0	150	150	0	2,36
0	150	0	150	0,95	0	150	0	150	0,58
0	150	0	300	1,07	0	150	0	300	0,46
0	150	0	450	1,03	0	150	0	450	0,55
0	300	450	0	1,15	0	300	450	0	0,6
0	300	300	0	1,11	0	300	300	0	0,65
0	300	150	0	1,04	0	300	150	0	0,35
0	300	0	150	2,79	0	300	0	150	2,36
0	300	0	300	6,11	0	300	0	300	5,94
0	300	0	450	9,47	0	300	0	450	9,05
0	450	450	0	10,35	0	450	450	0	9,88
0	450	300	0	6,9	0	450	300	0	6,05

продолжение таблицы 4

Объектный коллиматор		Угловой коллиматор		Ток	Объектный коллиматор		Угловой коллиматор		Ток
правая ламель	левая ламель	правая ламель	левая ламель		верхняя ламель	нижняя ламель	верхняя ламель	нижняя ламель	
0	450	150	0	2,83	0	450	150	0	2,3
0	450	0	150	1,13	0	450	0	150	0,41
0	450	0	300	1,16	0	450	0	300	0,29
0	450	0	450	1,11	0	450	0	450	0,44

$$b_0 = (19,9 \pm 3,7) \text{ пкА}/(\text{мкм}^2 \cdot \text{мрад}^2);$$

$$\sigma_x = 0,406 \text{ мм}; x_0 = -0,115 \text{ мм}; \sigma_{x'} = 0,104 \text{ мрад}; x'_0 = -0,036 \text{ мрад};$$

$$k_x = -0,75;$$

$$\sigma_y = 1,966 \text{ мм}; y_0 = -3,495 \text{ мм}; \sigma_{y'} = 0,532 \text{ мрад}; y'_0 = -0,944 \text{ мрад};$$

$$k_y = -0,99.$$