

НА КОНКУРС НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИХ РАБОТ
НИЦ «Курчатовский институт» - ИТЭФ за 2020 г

по разделу «Лучшая работа по созданию установок и развитию методов
эксперимента»

**«Разработка атомно-зондового томографа ПАЗЛ-3D с фемтосекундным
лазерным испарением»**

Авторы:

Рогожкин С.В., Лукьянчук А.А., Разницын О.А., Шутов А.С., Никитин А.А., Алеев А.А., Хомич А.А., Н.А. Искандаров, Хорошилов В.В., Корчуганова О.А.

С.В. Рогожкин – НИЦ «Курчатовский институт» - ИТЭФ, начальник отдела 320,
Лукьянчук А.А., Разницын О.А., Шутов А.С., Никитин А.А., Алеев А.А., Хомич А.А., Н.А.
Искандаров, Хорошилов В.В., Корчуганова О.А. – НИЦ «Курчатовский институт» - ИТЭФ,
сотрудники лаборатории 321

Краткий реферат

«Разработка атомно-зондового томографа ПАЗЛ-3D с фемтосекундным лазерным испарением»

Атомно-зондовая томография является одним из наиболее эффективных прямых методов определения пространственных распределений химических элементов в различных материалах. Контроль трехмерного распределения химических элементов с точностью, близкой к нескольким ангстремам актуален для разработки новых конструкционных материалов. В России атомно-зондовые исследования проводятся только в организациях НИЦ «Курчатовский институт». Значительная часть этих исследований посвящена изучению наноструктуры реакторных материалов. Поскольку атомно-зондовый томограф с лазерным испарением наилучшим образом подходит для этих целей, то в НИЦ «Курчатовский институт» – ИТЭФ был разработан, собран и запущен прототип атомно-зондового томографа с лазерным испарением (ПАЗЛ-3D).

Данный прибор является многокомпонентным, высокотехнологичным устройством, включающим вакуумные камеры, в которых поддерживается высокий и сверхвысокий вакуум, использующим современную быстродействующую детектирующую систему ионов, а также мощную лазерную систему с импульсами фемтосекундной длительности. В качестве детектирующей системы выбран детектор на основе линий задержки с точностью определения координат менее 100 мкм и временным разрешением менее 50 пс, поддерживающий скорость сбора данных до нескольких тыс. событий в секунду. Применена уникальная импульсная испаряющая лазерная система с длительностью импульса ≈ 300 фс и тремя гармониками 515 нм, 343 нм и 257 нм. Наличие разных гармоник позволяет оптимизировать условия испарения для металлов, полупроводников и диэлектриков. Для обеспечения высокого вакуума использовалась система из турбомолекулярных и спиральных форвакуумных насосов.

Помимо разработки прибора, был создан уникальный комплекс программного обеспечения "КВАНТМ-3D", позволяющий расшифровывать и визуализировать данные, полученные на приборе ПАЗЛ-3D.

Тестирование работы установки и программного обеспечения обработки данных были проведены на чистых материалах - вольфраме и алюминии, а также ряде конструкционных сталей для ядерных реакторов. В результате было определено пространственное разрешение установки: латеральное разрешение примерно 2-4 Å, разрешение по глубине примерно 1-2 Å при исследовании металлических образцов. Разрешение по массе составило не менее 600 единиц на полувысоте. Проведена работа по оптимизации параметров установки и продемонстрирована точность определения химического состава до 0.06% на примере модельного сплава Fe-22%Cr.

В рамках разработки процедуры восстановления данных были оптимизированы базовые алгоритмы восстановления масс и координат. Для оптимизации базового алгоритма восстановления масс был разработан и апробирован комплексный алгоритм статистической обработки данных на материале тестовых исследований сплавов железа-хрома, вольфрама, алюминия, и титан-молибден-циркония. По результатам разработки были получены существенные улучшения параметра разрешения по массе на восстанавливаемых масс-

спектрах, с показателем не менее 100 единиц до оптимизации, вплоть до 1000 единиц (при исследовании сплавов алюминия) после ее проведения. Также, была разработана процедура автоматической коррекции масс для обеспечения теоретически верных положений основных пиков масс-спектра. В рамках работы по оптимизации базового алгоритма восстановления координат были реализованы прямопроекторные и стереографические варианты данного алгоритма, дополненные специальными процедурами, уточняющими местоположение атомов путем интерполяции параметров восстановления, функционально зависящих от напряжения на образце. По результатам работы были получены изображения кристаллографических структур, разрешенных в нескольких направлениях, что позволило измерить среднее значение пространственного разрешения, которое составило 2-4 А.

Основные результаты работы:

Разработана, запущена и апробирована установка Томографический Атомный Зонд ПАЗЛ-3D с фемтосекундной системой лазерного испарения атомов. Эта установка является одной из трех установок атомно-зондовой томографии, функционирующих на территории Российской Федерации. Это единственная установка, разработанная и собранная в России. Данная установка использует лазерный тип испарения, что выгодно отличает её от поставленных в РФ установок фирмы САМЕСА, поскольку позволяет исследовать не только проводники, но и полупроводники и диэлектрики. Также ПАЗЛ-3D использует программное обеспечение, полностью разработанное и реализованное в ИТЭФ. Разработаны уникальные методики проведения атомно-зондовых исследований на данной установке. Все вышеуказанные факты позволяют заключить, что разработка комплекса, включающего: систему сверхвысоковакуумных камер, систему лазерного испарения, высокого напряжения и криогенную систему, а также уникальное программное обеспечение позволило не только создать уникальную научную установку для России, но и получить беспрецедентный опыт разработки, запуска и эксплуатации комплекса одной из современных методик анализа материалов на практически атомарном уровне.

Руководитель работ



С.В. Рогожкин

«Разработка атомно-зондового томографа ПАЗЛ-3D с фемтосекундным лазерным испарением»,

представленной на конкурс научно-исследовательских работ

«Курчатовский институт» - ИТЭФ

1. С.В. Рогожкин, А.А. Алеев, А.А. Лукьянчук, А.С. Шутов, О.А. Разницын, С.Е. Кириллов, Прототип атомного зонда с лазерным испарением, Приборы и техника эксперимента, 2017, №3, С. 129-134. DOI: 10.7868/S0032816217020227
S.V. Rogozhkin, A.A. Aleev, A.A. Lukyanchuk, A.S. Shutov, O.A. Raznitsyn, S.E. Kirillov, Atom probe tomography prototype with laser evaporation, Instruments and Experimental Techniques, 2017, Vol. 60, No. 3, pp. 428–433. doi: 10.1134/S002044121702021X
2. Разницын О.А., Лукьянчук А. А., Шутов А.С., Рогожкин С. В., Алеев А. А. Оптимизация параметров анализа материалов методами атомно-зондовой томографии с лазерным испарением атомов, Масс-спектрометрия. 2017. Т. 14, № 1. С. 33-39, О. А. Raznitsyn, A. A. Lukyanchuk, A. S. Shutov, S. V. Rogozhkin, and A. A. Aleev, Optimization of Material Analysis Conditions for Laser-Assisted Atom Probe Tomography Characterization, Journal of Analytical Chemistry, 2017, Vol. 72, No. 14, pp. 1404–1410. DOI: 10.1134/S1061934817140118
3. В. В. Хорошилов, О. А. Корчуганова, А. А. Лукьянчук, О. А. Разницын, А. А. Алеев, С. В. Рогожкин, Прецизионная подготовка образцов для атомно-зондовой томографии с помощью фокусированного ионного пучка в РЭМ. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2018, № 1, с. 101–108 DOI: 10.7868/S020735281801016X
V.V. Khoroshilov, O.A. Korchuganova, A. A. Lukyanchuk, O.A. Raznitsyn, A.A. Aleev, S.V. Rogozhkin. On the Precision Preparation of Samples for Atom Probe Tomography Using a Focused Ion Beam in a SEM. Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, 2018, Vol. 12, No. 1, pp. 87–93. DOI: 10.1134/S1027451017060106
4. О. А. Разницын, А. А. Лукьянчук, А. С. Шутов, С. В. Рогожкин, А. А. Алеев. Оптимизация параметров лазера для исследований сплавов на атомно-зондовом томографе с лазерным испарением. Ядерная физика и инжиниринг, 2017, Т. 8, № 2, с. 138-140, DOI: 10.1134/S2079562917020208
5. А.С. Шутов, А.А. Лукьянчук, С.В. Рогожкин, О.А. Разницын, Н.А. Искандаров, А.А. Алеев, «Оптимизация и адаптация базового алгоритма восстановления масс для томографического атомного зонда с лазерным испарением ПАЗЛ-3D». Ядерная физика и инжиниринг, 2017, Т. 8, № 2, с. 141-144, DOI: 10.1134/S2079562917020221
6. А.С. Шутов, А.А. Лукьянчук, С.В. Рогожкин, О.А. Разницын, А.А. Никитин, А.А. Алеев, С.Е. Кириллов, «Оптимизация базового алгоритма восстановления масс для томографического атомно-зондового анализа». Ядерная физика и инжиниринг, 2018, Т. 9, № 4, с. 371-381, DOI: 10.1134/S2079562918040176
7. S. V. Rogozhkin, L. B. Ber, A. A. Nikitin, A. A. Khomich, O. A. Raznitsyn, A. A. Lukyanchuk, A. S. Shutov, M. M. Karashaev, and A. G. Zaluzhny, Atom Probe Tomography of the VV751P Nickel-Based Superalloy, Physics of Metals and Metallography, 2020, Vol. 121, No. 1, pp. 53–64. DOI: 10.1134/S0031918X20010123
8. E. A. Meshkov, I. I. Novoselov, A. V. Yanilkin, S. V. Rogozhkin, A. A. Nikitin, A. A. Khomich, A. S. Shutov, B. A. Tarasov, S. E. Danilov, V. L. Arbutov. Experimental and Theoretical Study of the Atomic Structure Evolution of High-Entropy Alloys Based on Fe, Cr,

- Ni, Mn, and Co upon Thermal and Radiation Aging. *Physics of the Solid State*, volume 62, pages 389–400 (2020). <https://doi.org/10.1134/S1063783420030130>
9. O. A. Raznitsyn, A. A. Lukyanchuk, I. A. Raznitsyna, A. S. Shutov, A. A. Khomich, V. V. Khoroshilov, A. A. Nikitin, A. A. Aleev, and S. V. Rogozhkin. Study of Silicon and the Transition Layer between Titanium and Titanium Oxide by Laser-Assisted Atom Probe Tomography, *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, 2020, Vol. 14, No. 5, pp. 882–888. DOI: 10.1134/S1027451020050158
 10. S. V. Rogozhkin, A. S. Shutov, A. A. Khomich, A. A. Nikitina, A. A. Lukyanchuk, O. A. Raznitsyn, and L. Meshi, *Atom Probe Tomography of High-Entropy Alloy AlCoCrFeNi*. *Physics of Atomic Nuclei*, 2020, Vol. 83, No. 10, pp. 1–11.

Свидетельство о государственной регистрации программы

Алеев Андрей Аскольдович, Рогожкин Сергей Васильевич, Лукьянчук Антон Алексеевич, Шутов Антон Сергеевич, Разницын Олег Анатольевич, Никитин Александр Александрович, Искандаров Насиб Амирхан-оглы, Корчуганова Олеся Алексеевна, Кириллов Станислав Евгеньевич, «Программный комплекс по восстановлению, обработке и анализу томографических атомно-зондовых данных "КВАНТМ-3D" V1.0.0», Правообладатель: Федеральное государственное бюджетное учреждение «Институт теоретической и экспериментальной физики имени А.И. Алиханова Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (RU), Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2018661876, Заявка № 2018616853, Дата поступления 03 июля 2018 г., Дата государственной регистрации в Реестре программ для ЭВМ 20 сентября 2018 г.

Патент на изобретение

Шутов Антон Сергеевич, Алеев Андрей Аскольдович, Лукьянчук Антон Алексеевич, Разницын Олег Анатольевич, Рогожкин Сергей Васильевич, «Способ восстановления масс для атомно-зондового томографа с лазерным испарением», Правообладатель: Федеральное государственное бюджетное учреждение «Институт теоретической и экспериментальной физики имени А.И. Алиханова Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (RU), Номер патента № RU 2702112 С1, Заявка № 2019104116 Дата, Дата поступления 14 февраля 2019 г., Дата публикации 04 октября 2019 г., Бюл. №28

НОУ-ХАУ

ТР (know-how): № 01-321-01-03-2018, Собственность НИЦ "Курчатовский институт" – ИТЭФ, Приказ №407 от 05.09.2018

Название: Способ оптимизации процесса анализа материалов на Атомно-зондовом томографе с лазерным испарением для исследования сплавов Fe-Cr с содержанием хрома 12-30 ат.%, Авторы: Лукьянчук Антон Алексеевич, Разницын Олег Анатольевич, Шутов Антон Сергеевич, Рогожкин Сергей Васильевич, Никитин Александр Александрович

Свидетельство о государственной регистрации программы

Алеев Андрей Аскольдович, Рогожкин Сергей Васильевич, Лукьянчук Антон Алексеевич, Шутов Антон Сергеевич, Разницын Олег Анатольевич, Никитин Александр Александрович, Искандаров Насиб Амирхан-оглы, Корчуганова Олеся Алексеевна, Кириллов Станислав Евгеньевич. ПАЗЛ-3D-Сбор V 1.0. RU 2019612689. Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2019612689, Заявка № 2019611358, Дата поступления 14 февраля 2019 г., Дата государственной регистрации в Реестре программ для ЭВМ 26 февраля 2019 г.

Доклады на конференциях, семинарах, школах, рабочих совещаниях:

Разработка установки ПАЗЛ-3D и работы, выполненные на ней, были представлены в следующих докладах:

1. А.А. Лукьянчук, А.А. Алеев, С.В. Рогожкин, А.С. Шутов, О.А. Разницын ПРОЕКТИРОВАНИЕ УСТАНОВКИ АТОМНО-ЗОНДОВОЙ ТОМОГРАФИИ С ЛАЗЕРНЫМ ИСПАРЕНИЕМ ДЛЯ НАНОМАСШТАБНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ СТАЛЕЙ И СПЛАВОВ, Тезисы докладов Двенадцатого Международного Уральского семинара «Радиационная физика металлов и сплавов», Кыштым, 27 февраля – 4 марта 2017 г., С. 95
2. А.С. Шутов, С.В. Рогожкин, А.А. Алеев, А.А. Лукьянчук, О.А. Разницын, РАЗВИТИЕ МЕТОДОВ АНАЛИЗА ДАННЫХ АТОМНО-ЗОНДОВОЙ ТОМОГРАФИИ ДЛЯ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ ОСОБЕННОСТЕЙ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ МАТЕРИАЛОВ НА НАНОМАСШТАБАХ, Тезисы докладов Двенадцатого Международного Уральского семинара «Радиационная физика металлов и сплавов», Кыштым, 27 февраля – 4 марта 2017 г., С. 95-96
3. С. В. Рогожкин, А. А. Лукьянчук, О. А. Разницын, А. С. Шутов, А.А. Никитин, А.А. Хомич, Н.А. Искандаров, В.В. Хорошилов. Наномасштабный химический анализ материалов методом атомно-зондовой томографии с фемтосекундным лазерным испарением. Труды XXVII Международной конференции «Радиационная физика твердого тела» (Севастополь, 10 июля - 15 июля 2017 г.), стр. 11-20.
4. А.А. Lukyanchuk, S.V. Rogozhkin, A.A. Aleev, A.S. Shutov, O.A. Raznitsyn, Atom probe tomography development in ITER. 2017 European Atom Probe Tomography Workshop 2-5th of October, Chalmers University of Technology, Gullmarstrand, Sweden.
5. В.В. Хорошилов, А.А. Лукьянчук, С.В. Рогожкин, А.А. Никитин, Применение атомно-зондовой томографии для исследования нанозлектронных структур. 2-й Международный форум, «Техноюнити – Электронно-лучевые технологии для микроэлектроники», Техноюнити - ЭЛТМ 2017, Москва, Зеленоград, 9 - 12 октября 2017 г.
6. А.С. Шутов, А.А. Лукьянчук, С.В. Рогожкин, А.А. Никитин Оптимизация и адаптация алгоритмов обработки данных для прототипа атомно-зондового томографа «ПАЗЛ-3D», СОВРЕМЕННЫЕ ПРОБЛЕМЫ ФИЗИКИ И ТЕХНОЛОГИЙ, V-я Международная молодежная научная школа-конференция, 18-23 апреля 2016 г.: Тезисы докладов. Часть 2. М.: НИЯУ МИФИ, 2016. Часть 2, с. 267-269.
7. А.А. Лукьянчук, С.В. Рогожкин, А.А. Алеев, А.С. Шутов, О.А. Разницын, С.Е. Кириллов, ПРОТОТИП ТОМОГРАФИЧЕСКОГО АТОМНОГО ЗОНДА С ЛАЗЕРНЫМ ИСПАРЕНИЕМ, СОВРЕМЕННЫЕ ПРОБЛЕМЫ ФИЗИКИ И ТЕХНОЛОГИЙ, V-я Международная молодежная научная школа-конференция, 18-23 апреля 2016 г.: Тезисы докладов. Часть 2. М.: НИЯУ МИФИ, 2016. Часть 2, с. 229-231.
8. О.А. Разницын, А.А. Лукьянчук, Шутов А.С., Рогожкин С.В., Исследование влияния параметров томографического атомно-зондового анализа сталей на точность определения химического состава, XIV Курчатовская междисциплинарная молодежная научная школа, г. Москва 8-11 ноября 2016 г., Сборник аннотаций работ, с. 45
9. А.А. Лукьянчук, А.А. Алеев, С.В. Рогожкин, А.С. Шутов, О.А. Разницын, "Проектирование установки атомно-зондовой томографии с лазерным испарением для наномасштабных исследований", 14-я Курчатовская междисциплинарная молодежная научная школа, г. Москва, 8-11 ноября 2016 г., Сборник аннотаций, с. 145
10. А.А. Lukyanchuk, S.V. Rogozhkin, A.A. Aleev, A.S. Shutov, O.A. Raznitsyn, Calibration methods for wide-angle atom-probe tomography. 2018 European Atom Probe Tomography Workshop, 7-9 November 2018, Max Planck Institute for Iron Research, Düsseldorf, Germany

11. А.А. Лукьянчук, О.А. Разницын, А.С. Шутов, А.А. Алеев, А.А. Никитин, С.В. Рогожкин, «Развитие методики атомно-зондовой томографии в ИТЭФ», 2-ая Всероссийская научно-практическая конференция Научное приборостроение – современное состояние и перспективы развития», г. Казань, 4-7 июня 2018 г., Сборник материалов, С.190-192
12. О.А. Разницын, А.А. Лукьянчук, А.С. Шутов, С.В. Рогожкин, «Отработка методики анализа материалов на атомно-зондовом томографе ПАЗЛ-3D», 2-ая Всероссийская научно-практическая конференция Научное приборостроение – современное состояние и перспективы развития», г. Казань, 4-7 июня 2018 г., Сборник материалов, С.248-249
13. А.С. Шутов, А.А. Лукьянчук, О.А. Разницын, А.А. Алеев, С.В. Рогожкин, А.А. Никитин, «Развитие и адаптация методов обработки атомно-зондовых данных для разрабатываемого в ИТЭФ прототипа атомно-зондового томографа с лазерным испарением ПАЗЛ-3D», 2-ая Всероссийская научно-практическая конференция Научное приборостроение – современное состояние и перспективы развития», г. Казань, 4-7 июня 2018 г., Сборник материалов, С.314-316
14. А.А. Лукьянчук, О.А. Разницын, А.С. Шутов, А.А. Алеев, А.А. Никитин, С.В. Рогожкин, «Развитие методики атомно-зондовой томографии в ИТЭФ», 4-ый междисциплинарный научный форум с международным участием «Новые материалы и перспективные технологии», г. Москва, 27-30 ноября 2018 г., Сборник материалов, С. 699-702
15. Лукьянчук А.А., Рогожкин С.В., Алеев А.А., Шутов А.С., Разницын О.А., «Эффективность и точность гистограммы близости для АЗТ данных», Молодежная конференция по теоретической и экспериментальной физике МКТЭФ-2019, 25-28 ноября, г. Москва, 2019 г. Сборник аннотаций С. – 88
16. Лукьянчук А. А., Разницын О.А., Шутов А.С., Алеев А.А., Никитин А.А., Рогожкин С.В. «Развитие методики атомно-зондовой томографии в ИТЭФ» VIII международная конференция "Деформация и разрушение материалов и наноматериалов", 19-22 ноября 2019 г., Москва, Сборник материалов С. – 790-792
17. Шутов А.С., Рогожкин С.В., Алеев А.А., Никитин А.А., Лукьянчук А.А., Разницын О.А., «Развитие методов анализа данных атомно-зондовой томографии для характеристики структурно-фазового состояния материалов» VIII Международная конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов», Москва, 19-22 ноября 2019 г., Сборник аннотаций С.794
18. Разницын О.А., Лукьянчук А.А., Шутов А.С., Рогожкин С.В. «Отработка методики анализа материалов на атомно-зондовом томографе ПАЗЛ-3D» VIII Международная конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов», Москва, 19-22 ноября 2019 г., Сборник аннотаций С.792
19. Шутов А.С., Рогожкин С.В., Лукьянчук А.А., Разницын О.А., Никитин А.А., «Применение технологий параллельного вычисления в статистических методах анализа данных атомно-зондовой томографии» Молодежная конференция по теоретической и экспериментальной физике МКТЭФ-2019 Москва, 25-28 ноября 2019 г., Сборник аннотаций С.163
20. A. Lukyanchuk [et. al.] «Effectiveness and accuracy of the proximity histogram for APT data analysis “European atom probe tomography workshop” France, Rouen 12-14 November. Book of abstracts P. 38
21. A. Shutov, S. Rogozhkin, A. Lukyanchuk, O. Raznitsyn, A. Nikitin Application of parallel computing to statistical analysis of atom probe tomography data “European atom probe tomography workshop” France, Rouen, November 12-14 2019, Book of abstracts P. 40

Данная установка использовалась и используется для выполнения контрактов с АО «Наука и инновации», НИЦ "Курчатовский институт" - ЦНИИКМ ПРОМЕТЕЙ, гранта РФФ,

работ в рамках Центра коллективного пользования КАМИКС для организаций: ОАО ВИЛС, ИПСМ РАН, НИТУ МИСиС.

Договора

Договор с АО «Наука и инновации» № 313/1710-Д от « 17 » сентября 2019 г. по теме: «Разработка метода, стандарта испытаний и верификация экспресс-анализа радиационной стойкости конструкционных материалов с использованием ионного облучения, прецизионного ультрамикроскопического анализа и верификации в реакторных экспериментах с учётом флукс-фактора»

Договор с АО «ВНИИНМ» № 320/26/9507-Д от «23» октября 2020 г. по теме: «Анализ механизмов радиационного упрочнения жаропрочных сталей для элементов активных зон РУ с применением облучения пучками ионов»

Договор с АО «ИРМ» № 61/2599-Д от 30.10.2018 на выполнение научно-исследовательской и опытно-конструкторской работы по теме: «Обоснование разработки и изготовления опытно-промышленного комплекса атомно-зондовой томографии на экспериментальной базе АО «ИРМ»».