

РАЗДЕЛЕНИЕ И ПРИМЕНЕНИЕ ИЗОТОПОВ. МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ

УДК 681.2.08

ОПТИМИЗАЦИЯ И АДАПТАЦИЯ БАЗОВОГО АЛГОРИТМА ВОССТАНОВЛЕНИЯ МАСС ДЛЯ ТОМОГРАФИЧЕСКОГО АТОМНОГО ЗОНДА С ЛАЗЕРНЫМ ИСПАРЕНИЕМ ПАЗЛ-3D

© 2017 г. А. С. Шутов^{a, b, *}, А. А. Лукьянчук^{a, b}, С. В. Рогожкин^{a, b}, О. А. Разницын^{a, b},
Н. А. Искандаров^{a, b}, А. А. Алеев^{a, b}

^aФГБУ “Институт теоретической и экспериментальной физики” имени А.И. Алиханова
Национального исследовательского центра “Курчатовский институт”,
ул. Большая Черемушнская 25, Москва, 117218 Россия

^bНациональный исследовательский ядерный университет “МИФИ”, Каширское ш. 31, Москва, 115409 Россия

*E-mail: Anton.Shutov@itep.ru

Поступила в редакцию 20.04.2017 г.

В данной статье рассматриваются причины снижения точности базового алгоритма восстановления масс атомно-зондовой томографии, связанные с наличием искривления траекторий ионов вблизи поверхности образца. В работе предложена процедура адаптации рассматриваемого алгоритма к широкоугольной геометрии детектирующей системы атомного зонда ПАЗЛ-3D, позволяющая скорректировать длины пролета ионов и сократить величину методической ошибки алгоритма восстановления масс.

Ключевые слова: масс-спектр, разрешение по массе, сдвиг пика масс-спектра, алгоритм восстановления, билинейная интерполляция

DOI: 10.1134/S2079562917020221

ВВЕДЕНИЕ

Современная технология разработки перспективных материалов подразумевает контроль особенностей структурно-фазового состояния вплоть до наномасштабов. Атомно-зондовая томография, одна из таких методик, которая позволяет исследовать 3х-мерные распределения химических элементов в материалах с атомарным разрешением. С целью проведения исследований перспективных материалов для атомной промышленности [1–4] в ИТЭФ в середине 2000-х был установлен томографический атомный зонд ЕСОТАР (CAMECA) с высоковольтным режимом испарения [5], который предназначен только для исследования проводящих материалов. С целью расширения области исследований в настоящий момент в ИТЭФ разрабатывается прототип атомно-зондового томографа с лазерным режимом испарения ПАЗЛ-3D [6], оснащенный современной 120 мм детектирующей системой на линиях задержки (DLD). Кроме расширения области применимости, эти усовершенствования позволили существенно увеличить количество собираемых данных. Однако геометрические особенности ПАЗЛ-3D потребовали изменения базовых алгоритмов восстановления данных. С целью повышения точности прототипа ПАЗЛ-3D была поставлена задача по оптимизации

базового алгоритма восстановления масс, ориентированной на учет геометрических особенностей разрабатываемого прибора.

БАЗОВЫЙ АЛГОРИТМ ВОССТАНОВЛЕНИЯ МАСС-СПЕКТРА

Для оценки возможностей прототипа с точки зрения химического анализа, в качестве одного из первых тестовых материалов был выбран ранее исследовавшийся на ЕСОТАР сталь ЭК-181, обладающий большим количеством примесных составляющих [1, 2]. Для этого с помощью уравнения (1) было проведено восстановление масс каждого атома и сформирована гистограмма их распределения – масс-спектр:

$$M = \frac{m}{n} = 2eU \left(\frac{t_{\text{flight}} - t_0}{L_{\text{flight}}} \right)^2, \quad (1)$$

где L_{flight} – длина пролета, t_{flight} – время пролета, t_0 – сдвиг по времени, U – напряжение на образце, а e – элементарный заряд электрона. Восстановленный в результате успешного исследования масс-спектр изображен на рис. 1.

Качество полученного масс-спектра характеризуется заведомо низким разрешением по массе

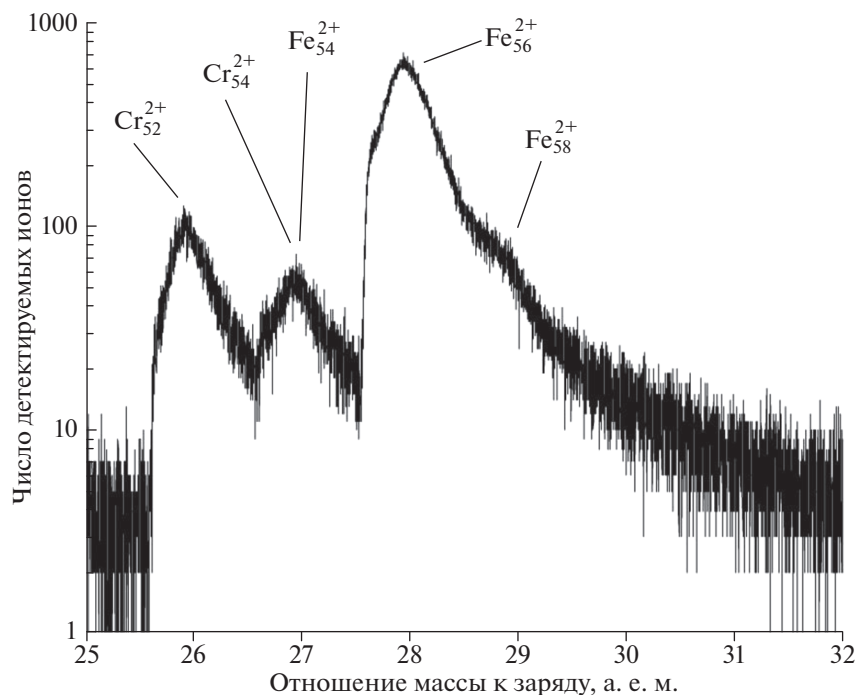


Рис. 1. Масс-спектр ЭК-181, построенный при помощи базового алгоритма восстановления масс ($m/\Delta m < 100$).

[5] на полувывоте $m/\Delta m < 100$. Эта величина отражает наличие значительных погрешностей измерения масс, которые делятся на две категории: случайные и методические [7].

Методические ошибки измерения масс в атомно-зондовой томографии приводят как к сдвигу, так и уширению пиков масс-спектра. Вообще говоря, эти ошибки могут быть устранены путем подбора параметров уравнения (1), таких как L_{flight} , исходя из условий атомно-зондового исследования для конкретных событий.

Для поиска сдвига и уширения пиков спектра было проведено восстановление масс атомов, зарегистрированных в разных частях детектора, а именно, в центре и на периферии. Результат такого восстановления представлен на рис. 2. Продемонстрированный сдвиг массового пика железа свидетельствует о наличии методической ошибки, связанной с неправильным определением длины пролета иона. Подобный эффект и подход к его корректировке был описан Шлейсайгером в 2010 г. [8]. В данной работе показано, что причиной неточного определения длины пролета ионов является наличие искривления траектории движения ионов вблизи поверхности образца, величина которого зависит от угла ее отклонения от оси образец–детектор, то есть непосредственно связана с размерами детектирующей системы. Таким образом, при совпадении оси детектора и образца можно подобрать функцию зависимости L_{flight} от угла отклонения от оси образца. Однако в силу конструктивных особен-

стей ПАЗЛ-3D проведение эксперимента не подразумевает процедуру точного центрирования образца, и таким образом, ось образца не может полностью совпасть с осью детектора.

ПРОЦЕДУРА КОРРЕКЦИИ ДЛИН ПРОЛЕТА

Постольку поскольку, взаимно-однозначной зависимости между углом отклонения от оси образца и расстоянием до центра детектора нет, в силу их несовпадения, корректировка длин пролета ионов не может быть рассчитана по этому расстоянию. На основании этого в качестве дополнения для программы обработки данных установки ПАЗЛ-3D, в программной среде QT был создан модуль обработки данных, включающий в себя двухэтапный алгоритм расчета данной поправки персонально для каждого детектируемого атома. Первый этап данной процедуры подразумевает разбиение области детектора на небольшие квадраты, восстановленные массы атомов в которых формируют независимые наборы данных. После этого, для каждого из таких наборов строится свой масс-спектр, основной массовый пик которого сравнивается с его теоретически известным местоположением. Разница положения теоретического и реального пика позволяет вычислить соответствующую конкретному квадрату поправку длины пролета ионов по формуле (2):

$$\Delta L = \sqrt{2eUT^2} \frac{\sqrt{M} - \sqrt{M_{\text{th}}}}{\sqrt{M_{\text{th}}M}}, \quad (2)$$

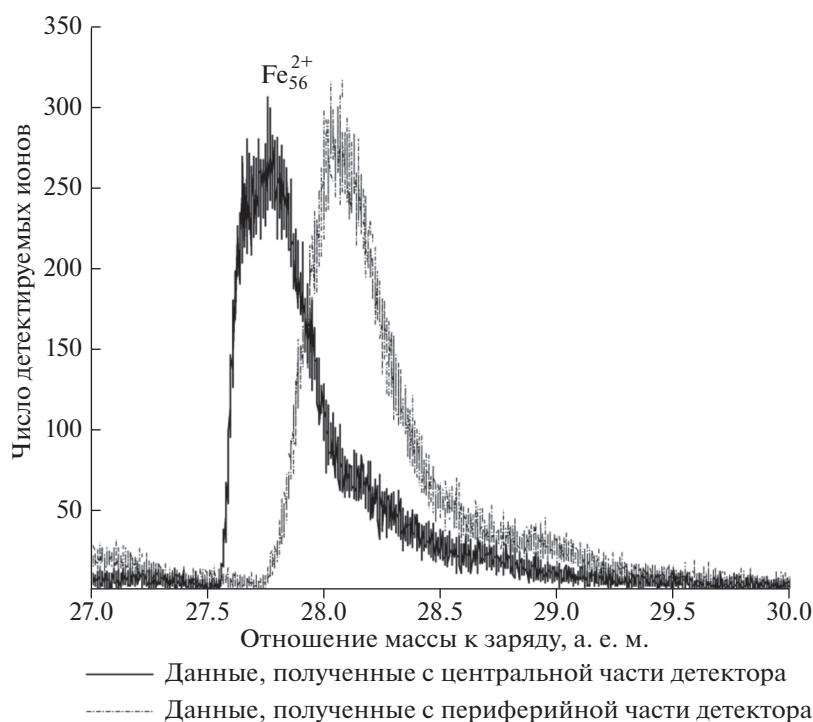


Рис. 2. Масс-спектры, восстановленные по данным, собранным на периферии и в центральной части детектора.

где M_{th} — теоретически известная масса основного элемента исследуемого материала, M — фактическая масса, соответствующая пику наибольшей высоты. После проведения подобной процедуры для всех остальных квадратов процедура оптимизации приступает ко второму этапу — билинейной интерполяции [9]. В ходе данной процедуры поправка длины пролета вычисляется для каждого атома по узловым точкам каждого квадрата сетки

первого этапа. По окончании всех расчетов массы каждого атома снова пересчитываются для восстановления итогового масс-спектра.

В рамках исследования стали ЭК-181 данная процедура была использована впервые, и результаты ее применения показаны на рис. 3а в сравнении с неоптимизированным масс-спектром на рис. 3б. На данном рисунке отчетливо видно со-

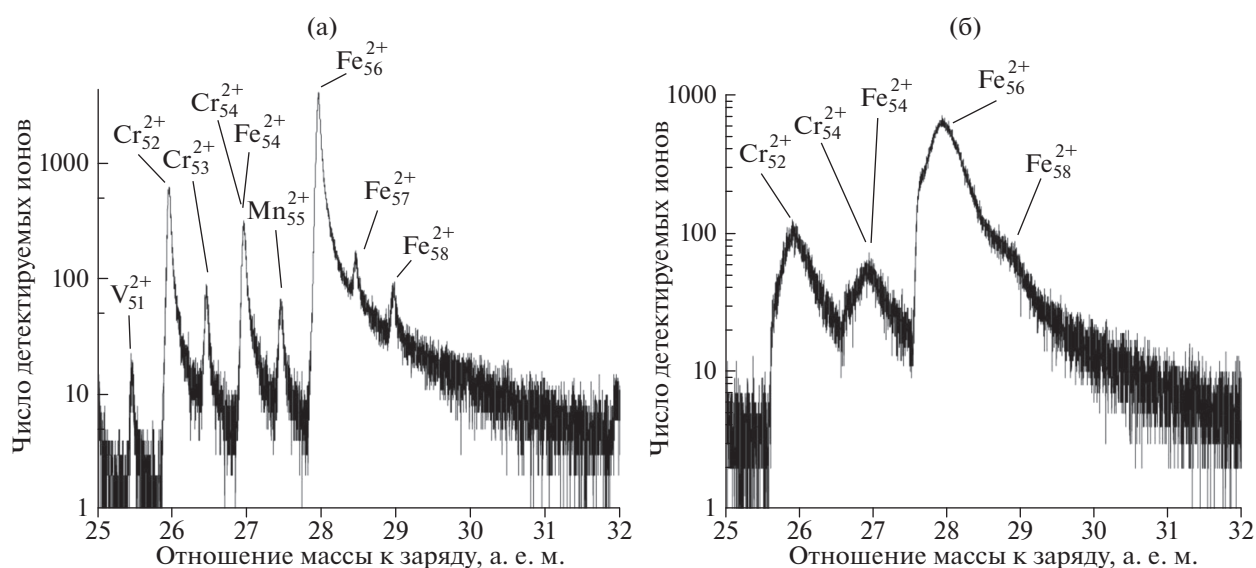


Рис. 3. (а) Оптимизированный масс-спектр ЭК-181 ($m/\Delta m > 550$); (б) масс-спектр ЭК-181 без оптимизации ($m/\Delta m < 100$).

крашение ширины массовых пиков, и то, что ранее перекрытые другими элементами пики (пик Mn) стали различимы и идентифицируемы. Это стало возможным благодаря возросшему разрешению по массе, которое достигает значений $m/\Delta m > 550$, что в пять раз превышает исходное значение и сопоставимо с аналогичным разрешением для ЕСОТАР.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Для повышения разрешающей способности томографического атомного зонда ПАЗЛ-3D разработана процедура оптимизации базового алгоритма восстановления масс. В результате применения данной процедуры разрешение по массе ($m/\Delta m$) возросло до 550 и более, что соответствует 5-кратному увеличению разрешающей способности прибора по сравнению с базовым алгоритмом. Данное усовершенствование позволило разделить пики различных элементов и выявить наличие легирующих добавок в материале, что свидетельствует о значительном улучшении точности химического анализа разрабатываемой установки применительно к исследованию данного материала. Также полученный результат позволяет рассчитывать на аналогичное улучшение и при исследовании других материалов.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнялась на оборудовании Центра коллективного пользования КАМИКС ([http://](http://kamiks.itep.ru/)

kamiks.itep.ru/) НИЦ “Курчатовский институт” — ИТЭФ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ/REFERENCES

1. Rogozhkin S.V., Aleev A.A., Zaluzhnyi A.G., Ageev V.S., Leont'eva-Smirnova M.V., Nikitin A.A. // Phys. Met. Metallogr. 2009. V. 108. No. 6. P. 579.
2. Rogozhkin S.V., Aleev A.A., Zaluzhnyi A.G., Iskandarov N.A., Nikitin A.A., Leontieva-Smirnova M.V., Mozhanov E.M. // Perspektivnyye materialy. 2011. No. 5. P. 29 (in Russian).
3. Rogozhkin S.V., Bogachev A.A., Kirillov D.I., Nikitin A.A., Orlov N.N., Aleev A.A., Zaluzhnyi A.G., Kozodaev M.A. // Phys. Met. Metallogr. 2014. V. 115. No. 12. P. 1259.
4. Rogozhkin S.V., Korchuganova O.A., Aleev A.A. // Perspektivnyye materialy. 2015. No. 12. P. 34 (in Russian).
5. Gault B., Moody M.P., Cairney J.M., Ringer S.P. // Atom Probe Microscopy. 2012. New York: Springer.
6. Rogozhkin S.V., Aleev A.A., Lukyanchuk A.A., Shutov A.S., Raznitsyn O.A., Kirillov S.E. // Instrum. Exp. Tech. 2017. V. 60. No. 3. P. 428–433. doi 10.1134/S002044121702021X.
7. Lefebvre W., Vurpillot F., Sauvage X. (Eds.) // Atom Probe Tomography. Put Theory Into Practice. 2016. London: Academic Press.
8. Schlesiger R., Oberdorfer C., Würz. R., Greife G., Stender P., Artmeier M., Pelka P., Spaleck F., Schmitz G. // Rev. Sci. Instrum. 2010. No. 81. P. 043703.
9. Kalitkin N.N. // Chislennyye metody. [Numerical Methods]. 1978. Moscow: Nauka (in Russian).

Optimization and Adaptation of the Mass Reconstruction Base Algorithm for Atom Probe Tomography with Laser Evaporation APPLE-3D Setup

A. S. Shutov^{1, 2, *}, A. A. Lukyanchuk^{1, 2}, S. V. Rogozhkin^{1, 2}, O. A. Raznitsyn^{1, 2},
N. A. Iskandarov^{1, 2}, and A. A. Aleev^{1, 2}

¹Alikhanov Institute for Theoretical and Experimental Physics, National Research Center Kurchatov Institute, Moscow, 117218 Russia

²National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Moscow, 115409 Russia

*e-mail: Anton.Shutov@itep.ru

Received April 20, 2017

Abstract—Reasons for a decrease in the accuracy of the base mass reconstruction method of the atom probe tomography, which are due to distortions of ion trajectories near sample surface have been analyzed. The procedure of adaptation of base reconstruction algorithm for a wide-angle detection system of the APPLE-3D atom probe has been proposed. This procedure can correct the lengths of ion flight trajectories and reduce errors of mass reconstruction algorithms.

Keywords: mass-spectrum, mass resolution, shift of the mass peak, reconstruction algorithm, bilinear interpolation