
РАЗДЕЛЕНИЕ И ПРИМЕНЕНИЕ ИЗОТОПОВ.
МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ

УДК 53.086

**ОПТИМИЗАЦИЯ ПАРАМЕТРОВ ЛАЗЕРА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЙ
СПЛАВОВ НА АТОМНО-ЗОНДОВОМ ТОМОГРАФЕ
С ЛАЗЕРНЫМ ИСПАРЕНИЕМ**

© 2017 г. О. А. Разницын^{а, б, *}, А. А. Лукьянчук^{а, б}, А. С. Шутов^{а, б}, С. В. Рогожкин^{а, б}, А. А. Алеев^{а, б}

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

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

*E-mail: Oleg.Raznitsyn@itep.ru

Поступила в редакцию 20.04.2017 г.

В работе представлены результаты оптимизации параметров лазерной системы атомно-зондового томографа с фемтосекундным лазерным испарением для достижения разрешения по массе при исследовании металлов более 500.

Ключевые слова: атомно-зондовая томография, времяпролетный масс-спектрометр, лазерное испарение

DOI: 10.1134/S2079562917020208

ВВЕДЕНИЕ

Современное развитие науки в области разработки новых материалов зачастую связано с модификацией структуры материала на масштабах, близких к атомным. Наноособенности, имеющие размеры порядка 10 нм, могут вносить существенный вклад в конструкционные свойства материалов — жаростойкость, жаропрочность и т.п. Среди областей, в которых востребованы исследования наноструктуры, следует особо отметить разработку конструкционных сталей для ядерных реакторов. В лаборатории атомно-масштабных исследований конденсированных сред НИЦ “Курчатовский институт” — ИТЭФ проводятся исследования структуры различных конструкционных сталей ядерных реакторов и модельных сплавов при помощи атомно-зондовой томографии [1, 2]. С целью развития в лаборатории методики атомно-зондовой томографии (АЗТ), был сконструирован атомно-зондовый томограф с лазерным испарением, на котором отрабатывается современный метод лазерного испарения с современной, быстродействующей детектирующей системой [3]. Это обеспечивает высокую точность получаемых данных и в перспективе позволит проводить исследование материалов с низкой проводимостью (вплоть до диэлектриков).

В процессе разработки АЗТ необходимо оптимизировать некоторые параметры прибора для достижения наилучшей точности восстановления данных. С этой целью в настоящей работе

проведена оптимизация поляризации пучка и мощности лазера для достижения оптимального качества масс-спектра.

РЕЗУЛЬТАТЫ

Поляризация лазера

Одной из критически важных характеристик пучка лазера для АЗТ является его поляризация относительно оси исследуемого образца. Известно, что плоскость колебаний вектора напряженности электрического поля пучка должна быть параллельна оси образца, в противном случае разрешение по массе становится крайне низким [4]. Чтобы убедиться в правильности выбранной плоскости поляризации, были проведены эксперименты с различным углом между плоскостью поляризации и осью образца. Отдельно необходимо отметить, что луч лазера перпендикулярен оси образца. Используемая лазерная система ТЕТА 25ST фирмы Авеста-Проект позволяет устанавливать плоскость поляризации как раз в двух вариантах, в одном из которых плоскость поляризации параллельна оси образца, а в другом случае — перпендикулярна. Для демонстрации эффекта выбрана ДУО сталь Fe–13.5Cr–0.3Ti, имеющая выраженные пики двухзарядных изотопов Ni²⁺ и Cr²⁺ и пик Co²⁺, расположенные вблизи основного пика ⁵⁶Fe²⁺, которые в случае неоптимальных условий эксперимента будут неразличимы. Сбор данных проводился при следующих па-

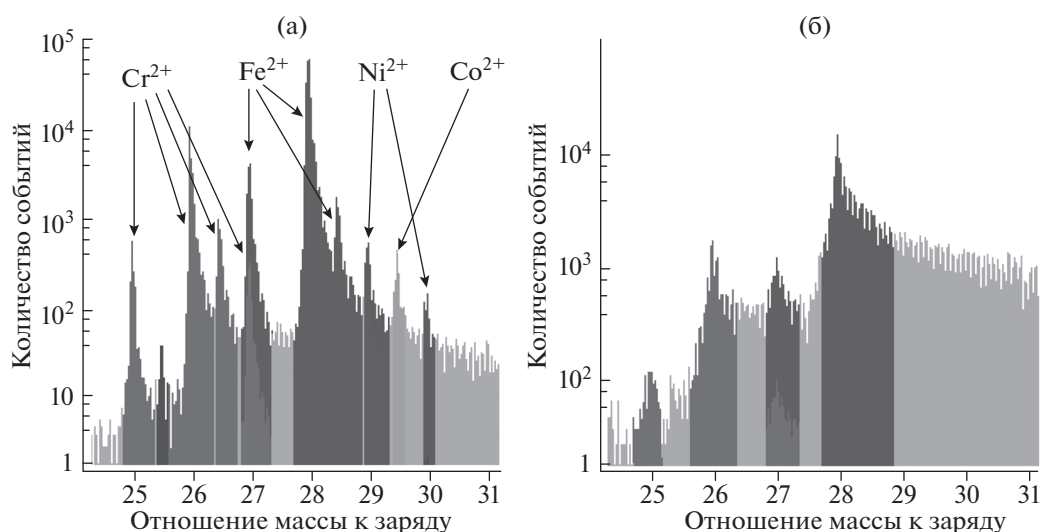


Рис. 1. Масс-спектр, полученный при поляризации лазера вдоль оси образца (а); масс-спектр, полученный при поляризации лазера перпендикулярно оси образца (б).

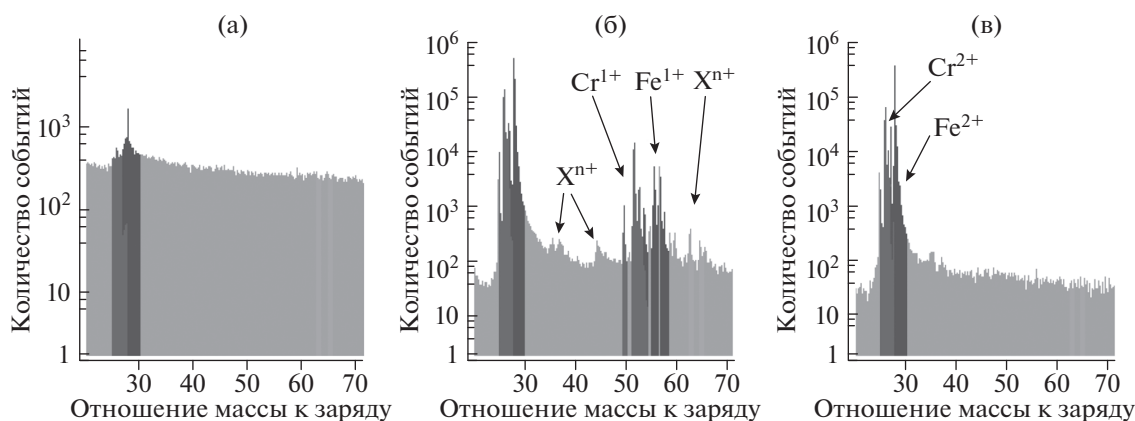


Рис. 2. Примеры масс-спектров, полученных при различной мощности лазера: (а) при мощности 1 мВт; (б) при мощности 40 мВт (Xn^{+} — многозарядные и комплексные ионы); (в) при мощности 15 мВт.

раметрах: частота воздействий лазера 25 кГц, мощность лазера 15 мВт, температура образца 50 К, скорость сбора данных 200 событий/с. Анализируемый набор данных — 300 тыс. событий для каждого из двух случаев поляризации (вдоль и поперек оси образца). Обработка данных проводилась специализированным программным обеспечением, разработанным в ИТЭФ. На рис. 1а показан масс-спектр, полученный при положении плоскости колебаний вектора напряженности электрического поля вдоль оси образца, а на рис. 1б — перпендикулярно оси образца.

Как видно из рис. 1, поляризация лазера вносит существенный вклад в разрешение по массе — пики Cr, Ni и Co на масс-спектре с поляризацией вдоль оси образца отчетливо разрешаются, для основного пика железа $M/\Delta M_{50\%} = 620$ и $M/\Delta M_{10\%} = 210$, в отличие от случая с поляризацией перпендикулярно оси образца, где $M/\Delta M_{50\%} = 100$ и $M/\Delta M_{10\%} = 10$.

Мощность лазера

Одним из основных варьируемых параметров прибора, который требует точной подстройки в процессе проведения анализа образцов, является мощность лазера. Мощность лазера способна влиять на ряд параметров точности восстановления данных, в частности на качество получаемого масс-спектра. Для исследования качества получаемого масс-спектра в зависимости от используемой мощности лазера, был использован модельный бинарный сплав Fe—Cr (22 ат. %). Сбор данных проводился при эквивалентных описанному выше условиях. На рис. 2а представлен масс-спектр, полученный при мощности лазера 1 мВт. Как видно, химическая идентификация при столь малой мощности невозможна из-за случайного испарения атомов, не связанного с воздействием лазера.

При слишком высокой мощности лазера (более 40 мВт), пики разрешаются достаточно хорошо, однако происходит испарение большого количества многозарядных и сложных ионов (в том числе гидридов CrH , FeH), что затрудняет химическую идентификацию (см. рис. 2б). Этот эффект известен в атомно-зондовой томографии и связан с увеличением вероятности испарения некоторых элементов и их соединений при возрастании мощности воздействующего лазерного излучения [5]. К тому же при высокой мощности лазера происходит перегрев поверхности образца, что снижает пространственное разрешение [6]. При оптимальной мощности лазера (10–20 мВт) происходит испарение простых ионов, с наименьшим полем испарения, вследствие чего расшифровка масс-спектра наименее затруднительна, а также минимален шум от случайного испарения атомов (см. рис. 2в). Разрешение по массе $M/\Delta M_{50\%}$ для основного пика железа в этом случае составило ~ 520 .

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В данной работе было рассмотрено влияние основных параметров лазерной системы (поляризации пучка и мощности лазера) на качество масс-спектрометрических данных при анализе сплавов на основе Fe—Cr на атомно-зондовом томографе с лазерным испарением.

В ходе данной работы:

— продемонстрирован эффект резкого возрастания разрешения по массе при установке поляризации пучка параллельно оси образца ($M/\Delta M_{50\%} = 620$ для основного пика железа) по

сравнению с вариантом поляризации, перпендикулярной оси образца ($M/\Delta M_{50\%} = 100$);

— продемонстрирован эффект увеличения разрешения по массе при увеличении мощности лазера с 1 до 15 мВт. Показано, что избыточная мощность лазера (40 мВт) приводит к возникновению многозарядных и комплексных ионов, затрудняющих расшифровку масс-спектра.

Таким образом, оптимизация вышеперечисленных параметров позволяет получать высокую точность восстановления данных для системы Fe—Cr с разрешением по массе более 500 на высоте основного пика железа.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнялась на оборудовании Центра коллективного пользования КАМИКС (<http://kamiks.itep.ru/>) НИЦ “Курчатовский институт” — ИТЭФ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ/REFERENCES

1. Aleev A.A., Iskandarov N.A., M. Klimenkov et al. // J. Nucl. Mat. 2011. V. 409. No. 2. P. 65–71.
2. Rogozhkin S.V., Ageev V.S., Aleev A.A. et al. // Phys. Met. Metallogr. 2009. V. 108. No. 6. P. 579–585.
3. Rogozhkin S.V., Aleev A.A., Lukyanchuk A.A. et al. // Instrum. Exp. Tech. 2017. V. 60. No. 3. P. 428–433. doi 10.1134/S002044121702021X.
4. Houard J., Vella A., Vurpillot F., Deconihout B. // Phys. Rev. B. 2010. V. 81. No. 12. P. 125411.
5. Yiyu Tu, Plotnikov E.Y., Seidman D.N. // Microsc. Microanal. 2015. V. 21. No. 2. P. 480–490.
6. Cerezo A., Clifton P.H., Gmberg A., Smith G.D.W. // Ultramicroscopy. 2007. V. 107. No. 9. P. 720–725.

Optimization of Laser Parameters for Laser-Assisted Atom Probe Tomography Characterization

O. A. Raznitsyn^{1,2}, A. A. Lukyanchuk^{1,2}, A. S. Shutov^{1,2,*}, S. V. Rogozhkin^{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: Oleg.Raznitsyn@itep.ru

Received April 20, 2017

Abstract—The results of optimizing the parameters of the laser system of an atom-probe tomograph with femtosecond laser evaporation in order to achieve a mass resolution on metals higher than 500 are presented.

Keywords: atom probe tomography, time-of-flight mass spectrometer, laser evaporation