

На правах рукописи



**Лукьянчук Антон Алексеевич**

**РАЗРАБОТКА АТОМНО-ЗОНДОВОГО  
ТОМОГРАФА С ФЕМТОСЕКУНДНЫМ  
ЛАЗЕРНЫМ ИСПАРЕНИЕМ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ  
ТРЕХМЕРНОГО РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕМЕНТОВ  
В СПЛАВАХ**

Специальность 1.3.2. Приборы и методы экспериментальной физики

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Москва — 2026

Работа выполнена в федеральном государственном бюджетном учреждении «Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт»).

Научный руководитель: **Рогожкин Сергей Васильевич** – доктор физико-математических наук, профессор Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Москва.

Официальные оппоненты: **Бондаренко Геннадий Германович** – доктор физико-математических наук, ординарный профессор Национального исследовательского университета «Высшая школа экономики» Московский институт электроники и математики имени А.Н. Тихонова, г. Москва;

**Толстогузов Александр Борисович** – кандидат физико-математических наук, доцент, ведущий научный сотрудник Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Рязанский государственный радиотехнический университет имени В.Ф. Уткина», г. Рязань.

Ведущая организация: Институт сильноточной электроники Сибирского отделения РАН, г. Томск.

Защита состоится 4 июня 2026 г., начало в 16:30, на заседании диссертационного совета 02.1.003.01 на базе НИЦ «Курчатовский институт» по адресу: 123182, г. Москва, пл. Академика Курчатова, д. 1.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЦ «Курчатовский институт» и на сайте [www.nrcki.ru](http://www.nrcki.ru).

Автореферат разослан «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2026 года.

Ученый секретарь  
диссертационного совета  
02.1.003.01, к.ф.-м.н.



А.В. Емельянов

## Общая характеристика работы

Актуальность темы. Современные материаловедческие разработки в различных областях (ядерная техника, авиационно-космическая техника, микроэлектроника и другие высокотехнологичные направления) требуют учета не только микроструктурных особенностей материалов, но и деталей их нано-масштабного или даже атомно-масштабного состояния.

Одним из наиболее продвинутых методов контроля морфологии и химического состава наноразмерных объектов в многокомпонентных материалах является атомно-зондовая томография (АЗТ) (в англоязычной литературе atom probe tomography - АРТ). Многие ведущие зарубежные материаловедческие центры и университеты оснащены такими приборами (например, Окриджская национальная лаборатория (США), Оксфордский университет (Англия), Руанский университет (Франция), Институт технологий Карлсруэ (Германия), Университет Тохоку (Япония), Пекинский технологический университет (Китай) и др. [1]). Необходимо отметить, что атомно-зондовая томография – единственная методика, позволяющая получить трехмерное изображение химической структуры материала с атомарным разрешением. На сегодняшний день для аналогичных целей используются другие методики анализа, например, электронная микроскопия (просвечивающая, сканирующая), малоугловое рассеяние нейтронов, позитронная аннигиляционная спектроскопия, Мёсбауэровская спектроскопия. При определенных условиях указанные методики могут обеспечивать практически атомарное разрешение (просвечивающая электронная микроскопия высокого разрешения) или иметь высокое разрешение по массе (вторично-ионная масс-спектрометрия). Но ни одна из этих методик не позволяет получить истинно трехмерное отображение структуры материала с разрешением, близким к атомарному, одновременно с определением химической природы каждого зарегистрированного атома [2]. С помощью атомно-зондовой томографии можно исследовать широкий спектр материалов, например: материалы ядерных энергетических установок, материалы для газотурбинных двигателей, материалы и изделия полупроводниковой промышленности [3], различные биологические материалы [4]. Методика атомно-зондовой томографии часто используется как комплементарный метод анализа наномасштабных объектов в сложно структурированных материалах, имеющих различные особенности на различных пространственных масштабах (зеренную структуру на микромасштабах, вторичные фазы на масштабах от десятков до сотен нанометров, и нанокластеры/предвыделения фаз с размерами единиц нанометров (см, например [5]).

В России, до недавних пор, инструментальная база для атомно-зондовых исследований была представлена всего двумя установками. Первая установка ЕСОТАР была запущена в 2003 году в Институте Теоретической и Экспериментальной Физики (сейчас является частью НИЦ "Курчатовский институт"). Это одна из первых коммерческих установок АЗТ, она имела электрическое импульсное испарение и рефлектрон для повышения разрешения по массе. Вторая - LEAP 4000 HR запущена в 2015 г. в НИЦ "Курчатовский институт". Она имеет более совершенную электрическую систему испарения типа "локальный электрод". Этих установок явно не достаточно для современных отечественных разработок в области материаловедения. Более того, они не отвечают широкому кругу современных материаловедческих задач, выходящих за пределы металлических систем, для которых подходят АЗТ установки с электрическим испарением. Современные исследования в этой области демонстрируют высокую эффективность приборов с лазерной системой испарения. Учитывая имеющиеся ограничения поставок такого рода установок, создание современной российской установки АЗТ с лазерным испарением и разработка методик работы на такой установке является актуальным.

**Целью** данной диссертационной работы является разработка комплекса атомно-зондовой томографии с фемтосекундным лазерным испарением с программными средствами автоматизации управления и контроля установки, а также развитие методик проведения исследований материалов на атомно-зондовом томографе с лазерным испарением.

Для достижения поставленной цели были решены следующие **задачи**:

1. Разработать установку атомно-зондовой томографии с фемтосекундным лазерным испарением;
2. Разработать комплекс программ для контроля и управления установкой АЗТ;
3. Провести первичный подбор мощности лазерной системы и поляризации лазерного пучка для корректного испарения;
4. Разработать метод коррекции базового метода восстановления атомно-зондовых данных;
5. Разработать методику контроля условий испарения материала в процессе сбора данных по соотношению зарядностей ионов основного элемента материала;
6. Демонстрация возможностей разработанной установки по исследованию различных материалов (среднеуглеродистой стали, высокопрочной экономнолегированной стали и алюминиевых сплавах).

**Научная новизна.** Впервые в России спроектирована и создана установка атомно-зондовой томографии для изучения состава и структуры материалов с особенностями, характерный размер которых лежит в диапазоне от 1 до 500 нм. Разработаны методики контроля и воспроизводимости условий испарения. Предложена оригинальная методика коррекции 3D восстановления АЗТ данных. На созданной установке впервые в России проведены исследования алюминиевых сплавов, среднеуглеродистых, экономнолегированных сталей и других сплавов с целью получения уникальной информации о структуре и составе материалов. Показаны возможности установки по исследованию различных наномасштабных особенностей материалов, в том числе продемонстрирована возможность прецизионной характеристики таких объектов как: зоны Гинье-Перстона, радиационно-индуцированные кластеры, карбиды.

**Научная и практическая значимость.** Созданная установка АЗТ позволила провести ряд уникальных исследований структуры и состава материалов в рамках анализа радиационной стойкости материалов ядерной техники. Полученный опыт при разработке установки позволит модернизировать имеющиеся атомно-зондовые томографы и разрабатывать новые томографы в интересах научных институтов России, занимающихся науками о материалах. Разработанный томограф прошел апробацию на широком классе материалов: ферритно-мартенситных сталях, дисперсно-упрочненных оксидами сталях, различных сплавах, никелевых суперсплавах для турбин авиационных двигателей и др. Данные работы могут иметь практическое значение для научных организаций: ВНИИНМ им. Бочвара, ЦНИИКМ «Прометей», НИТУ МИСиС, НИЯУ МИФИ, Белгородский национальный исследовательский университет и др.

### **Основные положения, выносимые на защиту:**

1. Первая в России установка атомно-зондовой томографии с фемтосекундным лазерным испарением, отвечающая основным требованиям, предъявляемым к конфигурации и работе оборудования, позволяющая проводить атомно-зондовые исследования широкого спектра материалов и получать информацию о трехмерном распределении элементов в объеме образца с разрешением, близким к атомному.
2. Оригинальная методика коррекции атомно-зондовых данных по атомной плотности материала для компенсации ошибки восстановления трехмерных координат, обеспечивающая восстановление 3D координат атомов точнее, чем стандартные алгоритмы обработки.

3. Методика контроля условий испарения материала в процессе сбора данных по соотношению зарядностей ионов основного элемента материала.
4. Результаты исследования состава и структуры материалов с помощью атомно-зондовой томографии:
  - Получены атомные карты химических элементов для сплава Al-Mg-Si. Измерены плотность и характерные размеры включений Mg-Si. Получен состав nano-размерных включений;
  - Исследованы сегрегации атомов углерода (кластеры) и крупные карбидные частицы в образцах среднеуглеродистой стали после различных температур отпуска;
  - Подтверждено наличие nano-размерных кластеров углерода в экономнолегированной стали после высокотемпературного отпуска;
  - Показана возможность анализа профилей концентраций на когерентной и полу-когерентной границах  $\theta'$ -фазы сплава алюминия Al-Si-Cu-Sn.

Достоверность полученных результатов и выводов диссертационной работы обусловлена: применением общепринятых подходов к разработке и проектированию научных установок; использованием современных узлов и приборов в составе установки; соответствием качественно и количественно результатов, полученных с помощью АЗТ в сравнении с другими методиками. Полученные характеристики установки (пространственное разрешение и разрешение по массе) соответствуют результатам других разработчиков атомно-зондовых томографов.

Апробация работы. Основные результаты работы докладывались на российских и международных конференциях:

- Международная конференция «АРТ&М» (Германия, Штутгарт, 2014);
- Международная конференция «European Atom Probe Workshop» (Швеция, Гётеборг, 2017; Германия, Дюссельдорф, 2018; Франция, Руан, 2019);
- Международный Уральский семинар «Радиационная физика металлов и сплавов» (Россия, Кыштым, 2015, 2017, 2019);
- Международная молодежная научная школа-конференция «Современные проблемы физики и технологий» (Москва, НИЯУ МИФИ 2016 год);
- Курчатовская молодежная школа (Россия, Москва, 2014, 2016, 2017);

- Всероссийская научно-практическая конференция «Научное приборостроение – современное состояние и перспективы развития» (Россия, Казань, 2018);
- Международная конференция «Деформация материалов и разрушение материалов и наноматериалов» (Россия, Москва, 2019);
- Научная конференция «ИТЭФ – научные итоги года» (Россия, Москва, 2019);
- Молодежная конференция по теоретической и экспериментальной физике (НИЦ КИ – ИТЭФ, Москва, Россия, 2016, 2017, 2018, 2019, 2020, 2021);
- Четвертый междисциплинарный научный форум с международным участием «Новые материалы и перспективные технологии» (Россия, Москва, 2018);
- Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов» (Россия, Москва, 2018);
- Всероссийская научно-практическая конференция с международным участием «Научное приборостроение – перспективы разработки, создания, развития и использования» (Россия, Ростов-на-Дону, 2024);

**Личный вклад.** Диссертант Лукьянчук А.А. внес существенный вклад в создание, эксплуатацию и проведение экспериментов на первом в России атомно-зондовом томографе с лазерным испарением – ПАЗЛ-3D. Диссертант внес определяющий вклад в разработку схемы установки и компоновки узлов; системы загрузки/выгрузки образцов, системы охлаждения образца в анализационном объеме. Он участвовал в пуско-наладочных работах, непосредственно проводил эксперименты по исследованию различных материалов и обрабатывал полученные данные. Лукьянчук А.А. также участвовал в разработке ПО обработки АЗТ данных (KVANTM-3D). ПО контроля и управления установкой ПАЗЛ-3D было разработано и использовано в исследованиях непосредственно диссертантом. В процессе работы на установке диссертантом была создана оригинальная методика коррекции восстановления 3D данных. Диссертант непосредственно участвовал в подготовке всех публикаций по теме квалификационной работы.

**Публикации.** Материалы диссертации опубликованы в 9 работах, из них 6 публикаций в рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК РФ, в том числе 4 статьи, входящих в базы данных Scopus и Web of Science, и 3 тезисов в сборниках трудов российских и международных научных конференций.

**Структура и объем диссертации.** Диссертация состоит из введения, 4 глав, заключения и 3 приложений. Полный объем диссертации

составляет 128 страниц, включая 64 рисунка и 9 таблиц. Список литературы содержит 92 наименований.

## Содержание работы

Во введении обосновывается актуальность темы диссертации, формулируется цель, ставятся задачи работы, излагается научная новизна и практическая значимость представляемой работы. Также формулируются положения, выносимые на защиту.

Первая глава посвящена описанию работы атомно-зондового томографа. Были изложены теоретические основы метода атомно-зондовой томографии. Описана общая схема проведения эксперимента и подробно описаны узлы типичной установки атомно-зондовой томографии. Показана важность выбора условий проведения исследований, в том числе описаны основные используемые метрики качества АЗТ данных. Сведения, описанные в рамках данной главы, легли в основу разработки Прототипа Атомно-Зондового томографа с лазерным испарением (ПАЗЛ-ЗД), конструкция и принцип работы которого описывается далее.

Вторая глава описана общая схема и концепция разработанного атомно-зондового томографа с лазерным испарением ПАЗЛ-ЗД. На Рисунке 1 представлена схема расположения образца, детектирующей системы, криогенной системы и лазерной системы в ПАЗЛ-ЗД.

В разработанной установке используется прямо-пролетная схема, которая позволяет применять наиболее простые алгоритмы восстановления АЗТ-данных. Для проектирования компоновки вакуумных объемов и деталей держателя образцов использовалась система автоматизированного проектирования (САПР) CATIA (Dassault Systemes, Франция). Ниже на Рисунке 2 показан изометрический вид установки в САПР.

В Установке используется детектор на основе линий задержки состоит из следующих элементов: сборка микроканальных пластин (МКП), система из двух или трех анодов, усилитель сигналов, аналого-цифровой преобразователь (АЦП) и специальное программное обеспечение на персональном компьютере (ПК). Схема работы детектирующей системы показана на Рисунке 3.

В качестве системы испарения для ПАЗЛ-ЗД было выбрано лазерное испарение. Была изготовлена специальная лазерная система TETA 25ST производства ООО «Авеста-Проект» (Россия), состоящая из нескольких модулей. Основной блок лазера генерирует излучение с длиной волны 1030 нм и длительностью импульса 300 фс. Полная мощность лазерной системы составляет 3 Вт. Энергия импульса составляет от 0,1 до 250 мкДж. Частота работы системы составляет 50 кГц. Лазерная система

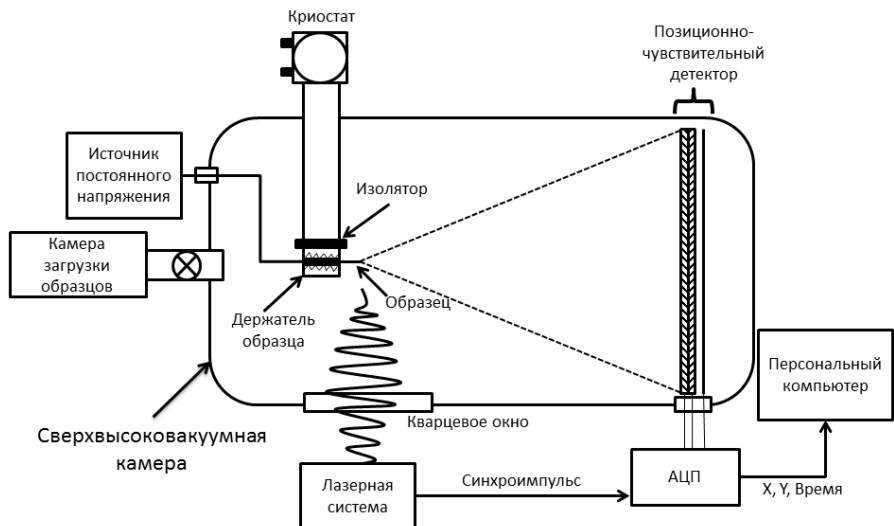


Рисунок 1 — Схема прототипа атомного зонда ПАЗЛ-3D с лазерным испарением и детектором на линиях задержки

позволяет испарять образцы одной из трех гармоник: второй (515 нм), третьей (343 нм) или четвертой (257 нм). Вторая гармоника имеет наибольшую мощность, что позволяет исследовать материалы при более широком диапазоне возможных энергий импульса. Третья и четвертая гармоники используются для получения более качественных данных при исследовании диэлектриков и полупроводников [6].

Для сбора данных с детектирующей системы разработано и создано специализированное программное обеспечение «ПАЗЛ-3D-Сбор V 1.0» [7]. Данное ПО решает задачи по сбору данных от АЦП детектирующей системы по USB соединению, управляет напряжением на образце по последовательному интерфейсу RS-232. Данные сохраняются в специализированном формате данных \*.pos. На графическом интерфейсе ПО пользователь может наблюдать в реальном времени графики напряжения, потока событий на детекторе, предварительный масс-спектр исследуемого образца. Данное ПО работает на персональном компьютере под управлением операционной системы Windows. ПО разработано в среде разработки Visual Studio с использованием библиотек Qt5 и других библиотек, необходимых для взаимодействия с АЦП и с источником

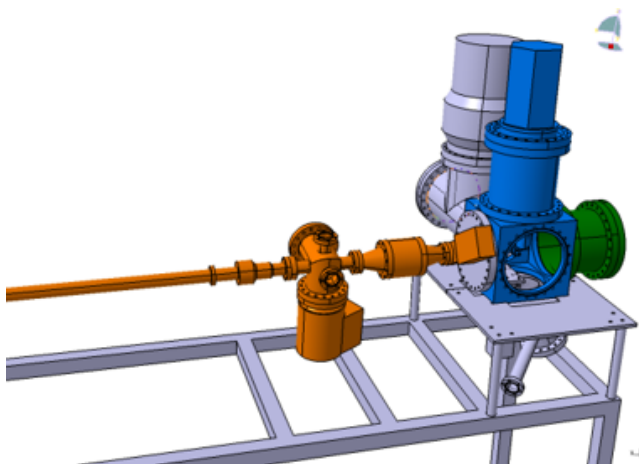


Рисунок 2 — Внешний вид установки ПАЗЛ-3D в системе САПР CATIA на одном из этапов разработки. Оранжевым цветом выделена камера загрузки с транспортным штоком и шибером, синим - криосистема и часть объема для проведения исследований, зеленым - фланец с расположенной внутри вакуумной частью детектирующей системы

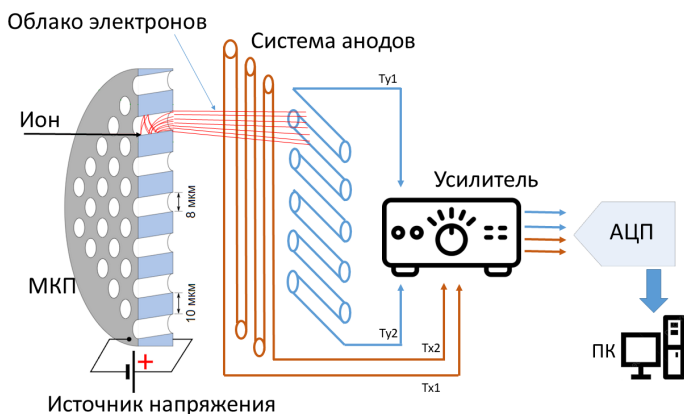


Рисунок 3 — Схема работы детектирующей системы

напряжения ПАЗЛ-3D. Внешний вид окна программы сбора данных представлен на Рисунке 4.

Для управления узлами установки атомно-зондовой томографии ПАЗЛ-3D разработано программное обеспечение JabberWocky (пример интерфейса программы показан на Рисунке 5). Данное ПО способно взаимодействовать с блоками управления турбомолекулярных насосов,

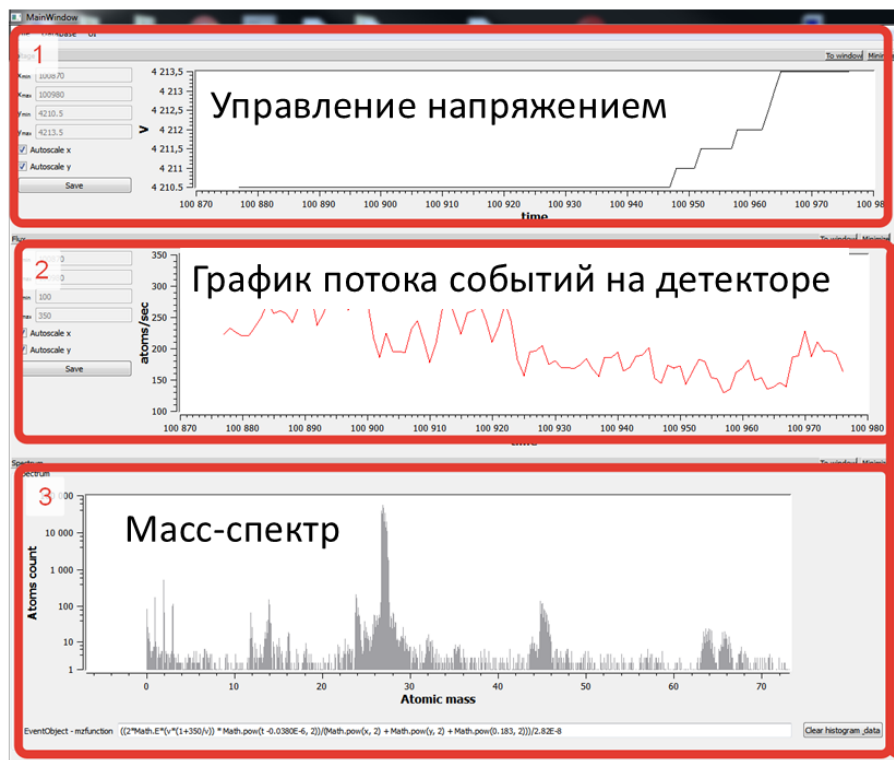


Рисунок 4 — Внешний вид пользовательского интерфейса программы сбора данных «ПАЗЛ-3D-Сбор V 1.0», 1 - график напряжения на образце, 2 - график потока событий на детектирующей системе, 3 - предварительный масс-спектр

источником напряжения, лазерной системой, клапанами, шибером, источником бесперебойного питания. Используется логика машины состояний, когда установка находится в одном из нескольких состояний, которые всё время сменяют друг друга. В используемой логике набор состояний и переходов predetermined («Детерминированный конечный автомат»). Опрос узлов установки проводится непрерывно, с записью данных в локальные файлы журналов и с отсылкой данных в программу мониторинга. Программа управления установкой АЗТ имеет API (application programming interface, интерфейс программирования приложения) для взаимодействия с программой сбора данных «КВАНТМ-3D». Для мониторинга работы системы управления базой данных (СУБД) и ПО управления установкой АЗТ используется набор программ для хранения и индексации журналов Loki и программная

среда визуализации данных Grafana, ориентированная на данные систем мониторинга.

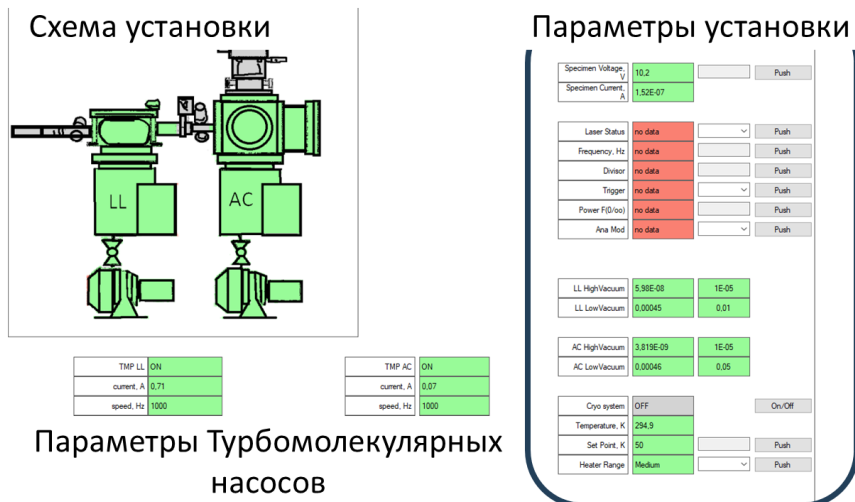


Рисунок 5 — Внешний вид интерфейса ПО управления атомно-зондовым томографом

Основные технические характеристики установки ПАЗЛ-3D показаны в Таблице 1. На Рисунке 6 представлен внешний вид установки ПАЗЛ-3D. Успешная разработка АЗТ ПАЗЛ-3D подтвердила работоспособность концепции атомно-зондового томографа с фемтосекундным лазерным испарением с прямопролетной геометрией детектирования частиц. Разработанная установка позволяет существенно расширить круг исследуемых материалов в сравнении с установками с электрическим испарением.

Таблица 1 — Технические и эксплуатационные характеристики установки ПАЗЛ-3D

Наименование параметра	Значение
Температура образца	22 - 70 К
Напряжение на образце	1 - 10,5 кВ
Скорость сбора данных	1 - 5 тыс. событий/сек
Вакуум	$<5 \times 10^{-9}$ Торр
Длины волн лазера	515, 343, 257 нм
Длительность импульса лазера	30 - 300 фс
Частота воздействий лазера	25 - 50 кГц
Габариты установки	3 x 4 м
Эффективность детектирования	60 %
Временное разрешение детектора	50 пс
Точность определения координат на детекторе	50 мкм

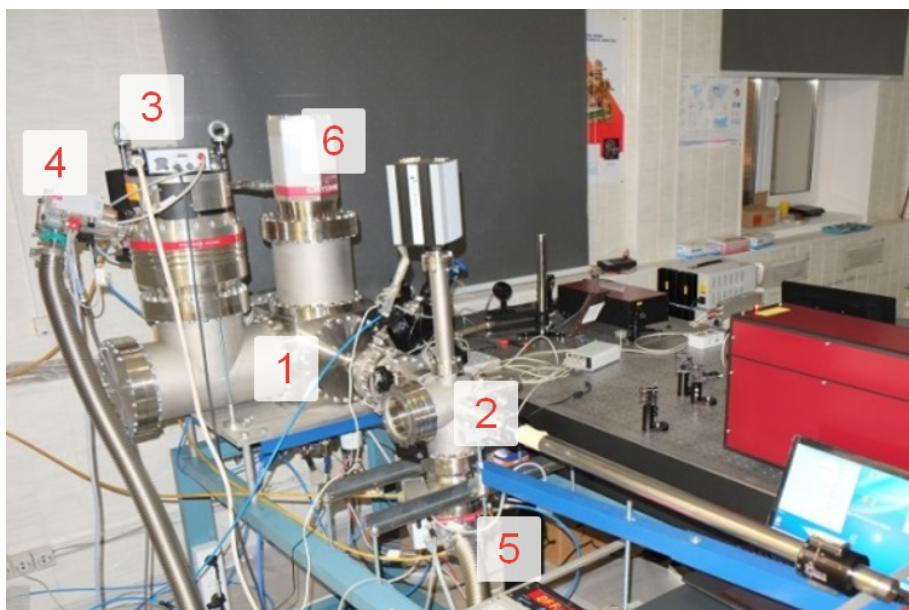


Рисунок 6 — Внешний вид установки ПАЗЛ-3D. 1 - камера проведения исследований, 2 - загрузочная камера, 3 - турбомолекулярный насос Pfeiffer Vacuum HiPace 1200, 4 - турбомолекулярный насос Pfeiffer Vacuum HiPace 80, 5 - турбомолекулярный насос Pfeiffer Vacuum HiPace 300, 6 - криогенная система CryoMech PT805

**Третья глава** посвящена проведению калибровочных исследований на ПАЗЛ-3D. Показана возможность визуализировать в 3D различные набор плоскостей атомов для образца из вольфрама. Определение пространственного разрешения атомно-зондового томографа проводилось при исследовании чистого металла с последующим анализом наличия/отсутствия атомных плоскостей. В случае, если на атомных картах удастся разрешить атомные плоскости, отвечающие тому или иному кристаллографическому направлению, то пространственное разрешение установки считается равным или меньшим этого расстояния. Для верификации точности восстановления 3D координат в работе был выбран поликристаллический вольфрам. На масс-спектре отчетливо различимы пики всех стабильных изотопов вольфрама. Пример полученного масс-спектра показан на Рисунке 7. Наблюдаемая зарядность ионов составила 3+. Для оценки расстояния между атомными плоскостями были взяты отдельные части 3D объема в местах выхода кристаллографических направлений.

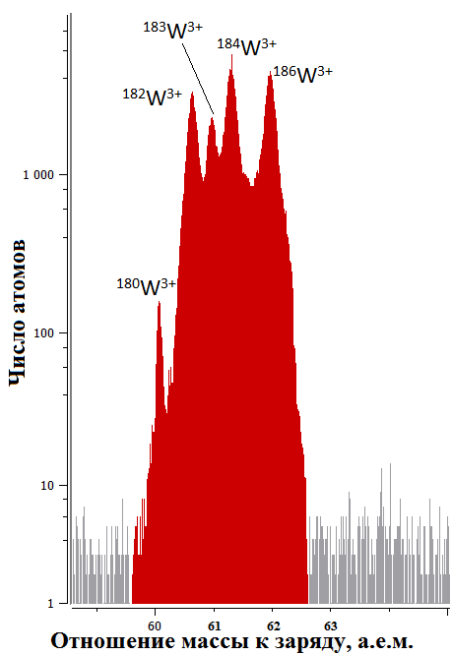


Рисунок 7 — Масс-спектр образца из вольфрама

Для проведения первых исследований необходимо определить перечень параметров исследования, которые необходимо подбирать для получения качественных данных. К наиболее простым и показательным

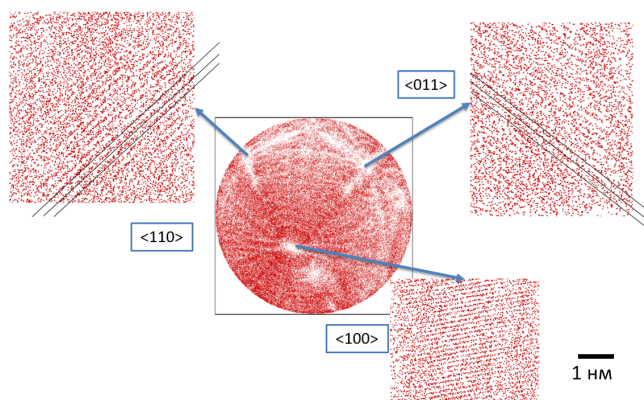


Рисунок 8 — 2D гистограмма распределения задетектированных детектором событий. Отдельно вынесены проекции областей с различными наборами плоскостей атомов, соответствующих разным кристаллографическим выходам

параметрам точности восстановления данных можно отнести разрешение по массе и пространственное разрешение. Также на качество данных будут влиять: форма образца, поляризация лазерного излучения на образце, длина волны лазера и частота работы лазера. Для первичного подбора выбраны следующие параметры исследования: мощность лазера и поляризация лазерного излучения. В случае АЗТ с лазерным испарением, практически все параметры эксперимента с хорошей точностью могут быть непосредственно взяты по аналогии с описанными в литературе экспериментами [8–10]. Исключение составляет мощность лазера, которая необходима для активации процесса полевого испарения. Каждая модель прибора АЗТ имеет уникальную лазерную систему, систему заведения пучка в камеру для проведения исследований, вследствие чего различен сам диаметр пучка [11]. Для проведения первых экспериментов, необходимо приблизительно оценить мощность лазера, чтобы иметь представление о диапазоне, в котором проводить первые исследования. По литературным данным оценена необходимая плотность энергии, которая составляет примерно  $160 \text{ мкДж/мм}^2$ . Было проведено несколько экспериментов с различной мощностью на примере исследования сплава Fe-13.5Cr-0.3Ti. Рассмотрим эксперименты с мощностями 2 мВт, 10 мВт и 20 мВт. Масс-спектры приведены на Рисунках 9 — 11.

После того, как была предварительно оценена мощность лазера, необходимо убедиться, что мощность достаточна для осуществления эксперимента и проверить выставлена ли правильная поляризация. Как было отмечено в литературном обзоре, требуемая поляризация – вдоль оси образца. Для проверки этого факта были произведены эксперименты

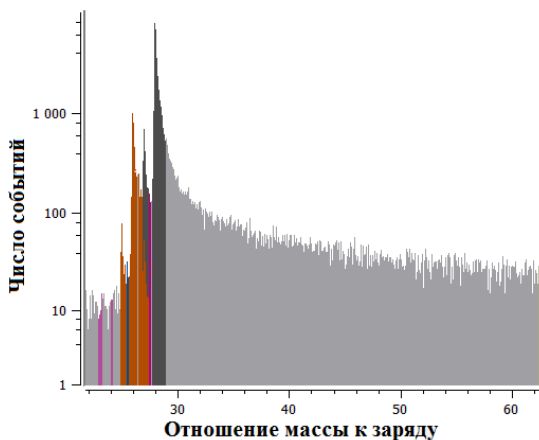


Рисунок 9 — Масс-спектр образца сплава Fe-13.5Cr-0.3Ti при мощности 2 мВт

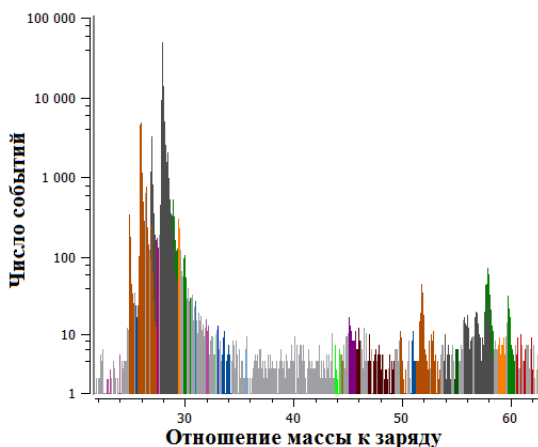


Рисунок 10 — Масс-спектр образца сплава Fe-13.5Cr-0.3Ti при мощности 20 мВт

с изначальной конфигурацией системы, где после сепаратора гармоник был установлен поляризатор, меняющий вертикальную поляризацию на горизонтальную, и без поляризатора, вследствие чего поляризация менялась на противоположную. При смене поляризации разрешение по массе на 10% высоты выросло с 2 до 237.

Для проведения количественных исследований необходимо разработать методику поддержания постоянных и воспроизводимых

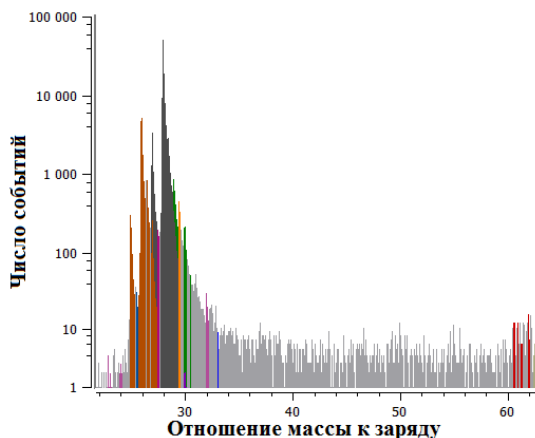


Рисунок 11 — Масс-спектр образца сплава Fe-13.5Cr-0.3Ti при мощности 10 мВт

условий испарения в рамках исследования одного образца. В первой Главе описаны основные используемые метрики для сравнения АЗТ данных. Поскольку ПАЗЛ-3D это новая разработанная установка, то требовалось разработать методику сравнения результатов исследований для обеспечения воспроизводимости получаемых данных. В начале работы были выбраны несколько различных метрик-кандидатов для оценки пригодности для контроля условий испарения. К метрикам предъявлялось несколько требований. Первое и основное - корректность получаемых концентраций элементов. Второе, это возможность вычислять значение выбранной метрики в процессе сбора данных. Также требовалась минимальная повторяемость результатов, хотя бы в рамках одного исследования.

Проведены исследования с различными условиями испарения, по результатам которых была определена оптимальная метрика для обеспечения воспроизводимости результатов - соотношение зарядностей основного химического элемента образца. На Рисунке 12 показаны значения концентраций элементов в зависимости от соотношения зарядностей ионов алюминия. Для исследований использовался сплав алюминия Al-3.5Cu-0.2Mn-0.1S масс.%. Определен оптимальный диапазон значений соотношения зарядностей  $Al^+/Al^{++}$  от 300 до 2000 отн. ед. В данном промежутке концентрации меди и олова наиболее близки к табличным значениям. Показана воспроизводимость результатов исследований с использованием контроля условий испарения по соотношению зарядностей основного элемента.

Восстановление АЗТ данных также является сложной процедурой, которая может существенно повлиять на количественные характеристики

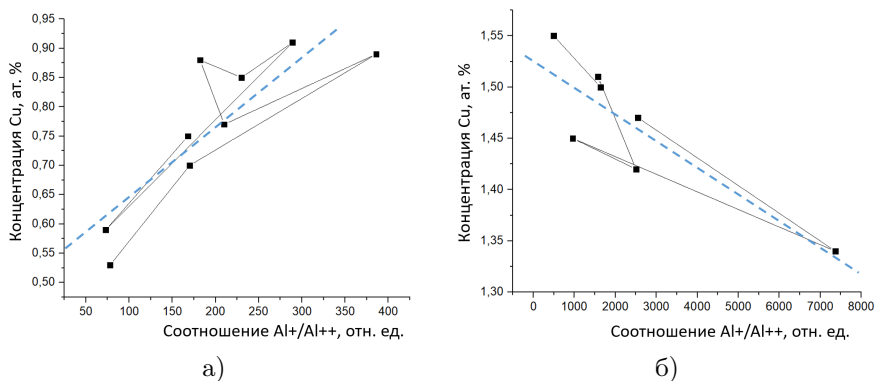


Рисунок 12 — Детектируемые значения концентрации Si в сплаве Al-3.5Cu-0.2Mn-0.1S масс.% при различном соотношении зарядностей алюминия для двух наборов исследований. Точки соединены в порядке сбора данных. Пунктирная синяя линия - линейная аппроксимация полученных данных. а) первый набор данных, б) второй набор данных

результатов исследования. Точность восстановления 3D координат атомов в АЗТ анализе зависит от параметров и конфигурации АЗТ установки и от алгоритма восстановления координат. Параметры ICF и  $k_f$  могут изменяться в ходе сбора данных. Далее рассмотрим влияние  $k_f$  и ICF на восстановление координат  $X$ ,  $Y$  и  $Z$  более детально. На Рисунке 13 видно, что при неизменном  $k_f$ , ICF влияет только на  $X$ ,  $Y$  координаты и на кривизну поверхности образца. Общая высота образца остается практически неизменной. В свою очередь, при постоянном ICF, полевой фактор значительно изменяет все линейные размеры реконструируемого объема. В работе [A6] было высказано предположение, что изменение полевого фактора не меняет плотность атомов при восстановлении данных.

Исходя из допущения, что исследуемый материал имеет постоянную плотность вещества, то есть не имеет включений или объемная доля включений невелика, то плотность атомов можно принять как постоянную величину для всего исследуемого объема. Предложена следующая методика поиска зависимостей ICF и  $k_f$ :

1. Считаем плотность атомов постоянной и известной заранее для исследуемого материала, также считаем, что расстояния между атомными плоскостями, соответствующие одному кристаллографическому выходу, постоянны и известны;
2. Зная плотность атомов подбираем такое значение ICF, чтобы плотность реконструируемого объема совпадала с известной величиной;

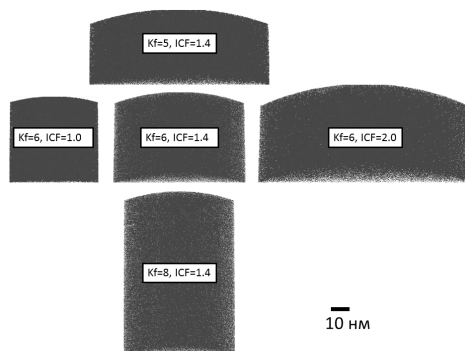


Рисунок 13 — Атомные карты реконструируемого образца с различными значениями полевого фактора ( $k_f$ ) и фактора сжатия изображения (ICF) [A6]

3. Полевой фактор определяем исходя из трех возможных вариантов:
- Если в исследуемом объеме присутствуют включения, и форма этих включений известна (например, выделение вторичных фаз, зоны Гинье-Престона и др.), то  $k_f$  выбирается, так, чтобы форма включений соответствовала ожидаемой (форма включений также может определяться независимыми методами, например, с помощью ПЭМ);
  - Если в исследуемом объеме нет включений, то  $k_f$  выбирается близким к значениям полевого фактора, выбранных для аналогичных материалов;
  - Если в исследуемом объеме можно различить атомные плоскости, то  $k_f$  выбирается таким образом, чтобы расстояния между атомными плоскостями были одинаковыми во всем объеме полученных АЗТ данных и наиболее близки к табличному значению.

Для экспериментального определения значений полевого фактора и фактора сжатия изображений были проведены калибровочные исследования. АЗТ анализ проводился на установке ПАЗЛ-3Д. В качестве материалов для исследования выбраны алюминий и вольфрам с объемно-центрированной и гранецентрированной кубической кристаллической структурой соответственно. Для оценки качества работы Протокола динамической реконструкции по плотности материала (ПДРП) построено распределение расстояний между атомами вдоль оси  $Z$  с помощью инструмента «KNN-cryst». На Рисунке 14 видно, что ошибка определения координаты  $Z$  для атомов накапливается с увеличением расстояния вдоль оси  $Z$ . В случае среднестатистического размера исследуемой области в образце от 100 до 1000 нм для

атомно-зондовой томографии ошибка значения координаты  $Z$  может достигать 50%. Предложенный протокол позволит точнее определять размеры исследуемой области и размеры больших фаз и включений.

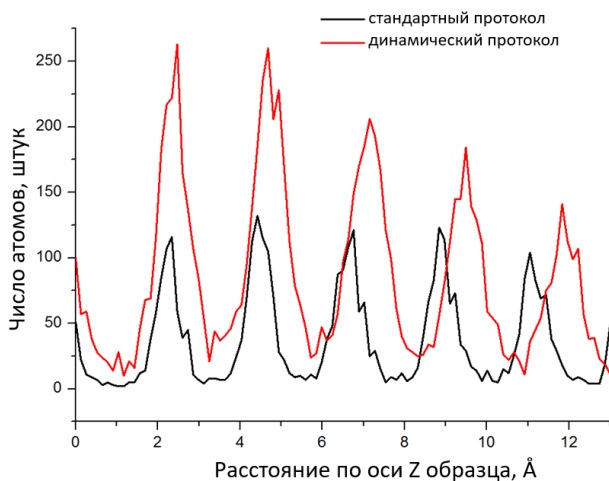


Рисунок 14 — Распределения расстояний между атомами [Al<sub>6</sub>] в образце из алюминия, полученные с помощью «KNN-cryst». Красная линия - восстановление координат с помощью ПДРП, черная линия - обычное восстановление

Определены зависимости параметров восстановления данных от испаряющего напряжения для образцов из алюминия и вольфрама. На основе полученных зависимостей предложен оригинальный протокол динамической реконструкции по плотности материал. Данная методика позволяет существенно сократить ошибку определения 3D координат атомов.

В четвертой главе продемонстрированы экспериментальные результаты исследования различных материалов с помощью ПАЗЛ-3D. Показаны возможности АЗТ установки ПАЗЛ-3D по исследованию материалов с нано-размерными особенностями. Продемонстрированы примеры визуализации АЗТ данных с помощью таких инструментов как: масс-спектры, атомные карты, линейные профили концентраций, изоконцентрационные поверхности и поиск кластеров. Продемонстрированный набор инструментов позволяет достаточно полно и подробно описывать кластеры/фазы в исследуемых материалах, выделять их и определять состав матрицы материала.

На примере исследования алюминиевого сплава типа Al-Mg-Si показана возможность изучения состава зон Гинье-Престона. Размер исследуемых зон может быть от нескольких нанометров до нескольких десятков нанометров. Также показана возможность программного обеспечения по визуализации нано-размерных объектов с помощью изоконцентрационных поверхностей. На Рисунке 15 (а) показаны изоконцентрационные поверхности 16 ат. % Mg-Si (внутри таких поверхностей концентрация Mg-Si больше или равна 16 ат. %). Объемная плотность частиц составляет  $2 \times 10^{22} \text{ м}^{-3}$ .

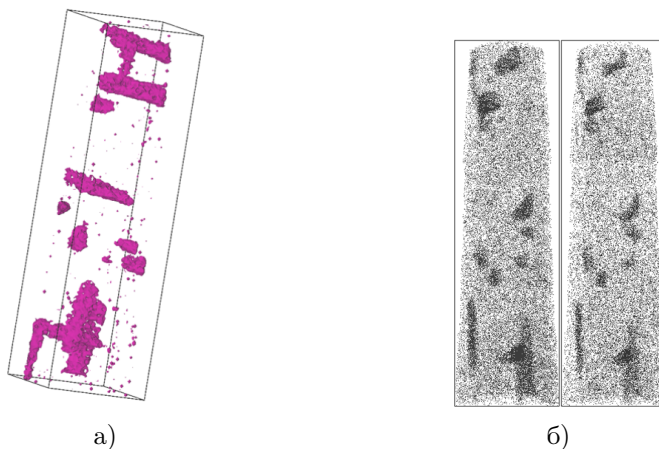


Рисунок 15 — а) Изоконцентрационные поверхности 16 ат. % Mg-Si, б) атомные карты распределения Mg (левый объем) и Si (правый объем).  
Размер исследованной области  $47 \times 47 \times 167 \text{ нм}^3$

Продемонстрирована возможность исследования Al-Si-Cu-Sn сплава. Предложен способ разделения изо-концентрационных поверхностей на когерентную с матрицей и полу-когерентную поверхности для  $\theta'$ -фазы сплава. Построены проксиграммы для каждой из разделенных поверхностей. Показано различие в концентрациях олова на когерентной и полу-когерентной границах частиц  $\theta'$ -фазы. На Рисунках 16 и 17 показан пример разделения поверхностей проксиграммы на 2 части и профили концентраций для этих двух частей.

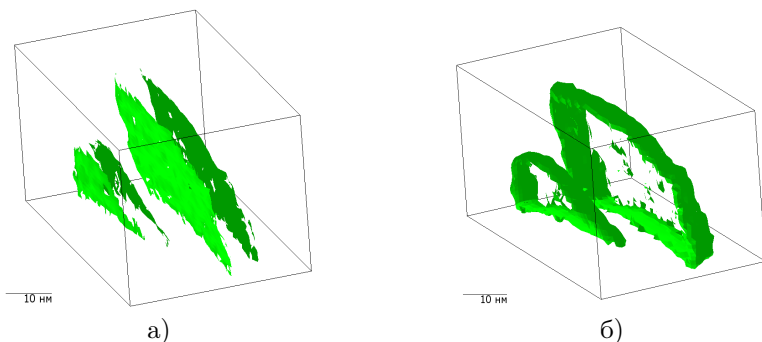


Рисунок 16 — а) Когерентные поверхности для двух частиц сплава Al-Si-Cu-Sn. б) Полу-когерентные поверхности для двух частиц сплава Al-Si-Cu-Sn

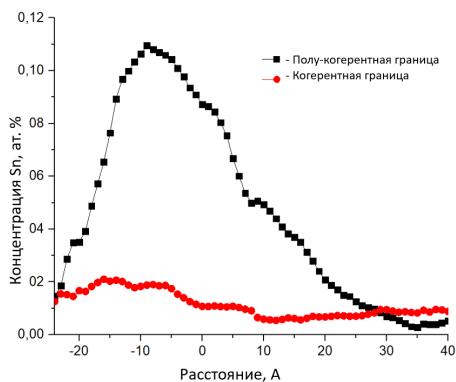


Рисунок 17 — Профили концентраций (проксиграмма) олова для двух типов поверхностей двух частиц в сплаве Al-Si-Cu-Sn

Также в главе продемонстрированы результаты исследования среднеуглеродистой стали Б1700. С помощью атомных карт показано распределение углерода в объеме образцов. Построены линейные профили концентраций химических элементов. Рассчитана объемная плотность областей, обогащенных углеродом, в материале.

В рамках исследования высокопрочной экономнолегированной стали 09ХГН2МД показана возможность проводить поиск кластеров с определением их состава. Были изучены три состояния, с различными режимами закалки и отпуска. Состав образцов и кластеров показан в Таблице 2 для двух состояний.

Таблица 2 — Состав образцов и кластеров для 09ХГН2МД, ат.%

	Закалка от 950 °С		Закалка от 950 °С + отпуск при 630 °С	
	Образец	Кластеры	Образец	Кластеры
C	0.19 ± 0.07	3.3 ± 0.3	0.09 ± 0.03	4 ± 1
Si	0.53 ± 0.07	0.6 ± 0.3	0.54 ± 0.03	0.6 ± 0.4
Mn	0.71 ± 0.07	0.8 ± 0.3	0.70 ± 0.03	1.0 ± 0.5
Ni	0.85 ± 0.07	0.8 ± 0.3	1.08 ± 0.03	1.2 ± 0.7
Cr	0.59 ± 0.07	0.4 ± 0.3	0.50 ± 0.03	0.6 ± 0.4
Mo	0.13 ± 0.07	0.2 ± 0.2	0.18 ± 0.03	0.7 ± 0.7
Nb	0.01 ± 0.01	0.02 ± 0.02	0.007 ± 0.007	-
Fe	Баланс	Баланс	Баланс	Баланс

## Выводы и основные результаты работы

1. Впервые в России создана установка атомно-зондовой томографии с фемтосекундным лазерным испарением, позволяющая проводить атомно-зондовые исследования широкого спектра материалов и получать информацию о трехмерном распределении элементов в объеме образца с разрешением, близким к атомному. Пространственное разрешение установки составляет не хуже 4 Å. Разрешение по массе на полувысоте на ПАЗЛ-3D в среднем находится в диапазоне от 300 до 800 отн. ед. (в зависимости от материала и условий исследований).
2. Проведена оценка необходимой мощности лазерного излучения для испарения образцов в атомно-зондовом томографе ПАЗЛ-3D, которая составляет  $13 \pm 6$  мВт. Выбрана оптимальная поляризация пучка (90° относительно предустановленной в лазерной системе) для эффективного испарения.
3. Разработана оригинальная методика коррекции атомно-зондовых данных по атомной плотности материала для компенсации ошибки восстановления трехмерных координат. Данная методика обеспечивает восстановление 3D координат атомов точнее на 50 %, чем стандартные алгоритмы обработки для длины исследуемого объема более 300 нм.
4. Разработана методика контроля условий испарения с использованием метрики соотношения зарядностей одно- и двухзарядных пиков основного химического элемента материала образца. Анализ результатов исследований алюминиевого сплава показал, что отклонение ключевых характеристик находится в

пределах погрешности или допустимых отклонений для данных материалов. Данная методика позволит улучшить повторяемость результатов исследований.

5. В результате проведения исследований набора сплавов изучены возможности установки по исследованию материалов с нано-размерными особенностями. Показаны способы обработки и представления результатов исследований, такие как: поиск кластеров, масс-спектр, атомные карты, профили концентраций, анализ состава материала, изо-концентрационные поверхности. Проведены демонстрационные исследования состава и структуры ряда сплавов с помощью атомно-зондовой томографии:
  - Получены атомные карты химических элементов для сплава Al-Mg-Si. Измерены плотность, характерные размеры и состав наноразмерных включений Mg-Si. Получен состав нано-размерных включений.
  - Исследованы сегрегации атомов углерода (кластеры) и крупные карбидные частицы в образцах среднеуглеродистой стали после различных температур отпуска.
  - Подтверждено наличие кластеров углерода в экономнолегированной стали при высокотемпературном отпуске.
  - Продемонстрированы возможности изучения профилей концентраций для когерентных и полу-когерентных границ  $\theta'$ -фазы на примере сплава Al-Si-Cu-Sn.

## Публикации автора по теме диссертации

- A1. An Atom Probe Tomography Prototype with Laser Evaporation / S. V. Rogozhkin, A. A. Aleev, A. A. Lukyanchuk, A. Shutov, O. A. Raznitsyn, S. E. Kirillov // *Instruments and Experimental Techniques*. — 2017. — Vol. 60—№3. — P. 428—433.
- A2. Исследование наноструктуры сплава Al-Mg-Si методом атомно-зондовой томографии с лазерным испарением / А. А. Лукьянчук, С. В. Рогожкин, О. А. Разницын, А. С. Шутов, А. А. Алеев // *Ядерная физика и инжиниринг*. — 2017. — Т. 8—№2. — С. 150—152.
- A3. Оптимизация параметров лазера для исследований сплавов на атомно-зондовом томографе с лазерным испарением / О. А. Разницын, А. А. Лукьянчук, А. С. Шутов, С. В. Рогожкин, А. А. Алеев // *Ядерная физика и инжиниринг*. — 2017. — Т. 8—№2. — С. 138—140.

- A4. QUANTITATIVE ANALYSIS OF CARBIDE PHASES IN MEDIUM-CARBON STEEL AFTER LOW-TEMPERATURE TEMPERING / V. V. Ryabov, E. I. Khlusova, A. A. Zisman, S. V. Rogozhkin, A. A. Nikitin, A. A. Luk'yanchuk // *Metallurgist*. — 2019. — Vol. 62. — P. 926—936.
- A5. Structure Changes of High-Strength Economically Alloyed Steel 09KhGN2MD (09CrMnNi2MoCu) In Tempering / M. V. Golubeva, O. V. Sych, E. I. Khlusova, G. D. Motovilina, E. V. Sviatysheva, S. V. Rogozhkin, A. A. Lukyanchuk // *Inorganic Materials: Applied Research*. — 2018. — Vol. 9—№6. — P. 997—1005.
- A6. Atom probe tomography data reconstruction with the correction on material density / A. A. Lukyanchuk, A. A. Aleev, A. S. Shutov, O. A. Raznitsyn, C. E. Kirillov, S. V. Rogozhkin // *Physics of Atomic Nuclei*. — 2021. — Vol. 84—№11. — P. 1836—1842.

## Список литературы

1. Список научных организаций - пользователей АЗТ. — URL: <https://www.atomprobe.com/keyaptlinks/aptlinks> (дата обр. 06.05.2024).
2. *Atom Probe Microscopy* / B. Gault, M. P. Moody, J. M. Cairney, S. P. Ringer. — Springer New York, NY, 2012. — 396 p.
3. Expanding the Role of Atom Probe Tomography in Semiconductor Manufacturing and R&D - The Initiation of a Project Between CAMECA Instruments Inc. and imec / R. Ulfing, D. Reinhard, D. Larson, P. Clifton, O. Dulac, C. Fleischmann, P. Heide // *Microscopy and Microanalysis*. — 2023. — Vol. 29. — P. 20792080.
4. *Lee, B.* Visualization of Collagen–Mineral Arrangement Using Atom Probe Tomography / B. Lee, B. Langelier, K. Grandfield // *Advanced Biology*. — 2021. — Vol. 5—№9. — P. 2100657.
5. Study of Precipitates in Oxide Dispersion-Strengthened Steels by SANS, TEM, and APT / S. Rogozhkin, A. Klauz, Y. Ke, L. Almásy, A. Nikitin, A. Khomich, A. Bogachev, Y. Gorshkova, G. Bokuchava, G. Kopitsa, L. Sun // *Nanomaterials*. — 2024. — Vol. 14—№2. — P. 194.
6. Investigation of an oxide layer by femtosecond-laser-assisted atom probe tomography / B. Gault, F. Geuser, B. Deconihout, R. Danoix // *Applied Physics Letters*. — 2006. — Vol. 88—№11. — P. 114101.
7. Программный комплекс по сбору и сохранению экспериментальных данных с атомно-зондового томографа ПАЗЛ-3D – «ПАЗЛ-3D-Сбор в 1.0» / А. А. Алеев, С. Рогожкин, А. Лукьянчук, А. Шутов, О. Разницын, А. Никитин, Н. Искандаров, О. Корчуганова, С. Кириллов. — Москва, Россия, 2019. — URL: <http://www1.fips.ru/>.

8. Design of a femtosecond laser assisted tomographic atom probe / B. Gault, F. Vurpillot, A. Vella, M. Gilbert, A. Menand, D. Blavette, B. Deconihouta // Review of Scientific Instruments. — 2006. — Vol. 77—№4. — P. 043705.
9. *Cerezo, A.* Measurement of temperature rises in the femtosecond laser pulsed three-dimensional atom probe / A. Cerezo, G. Smith, P. Clifton // Applied Physics Letters. — 2006. — Vol. 88. — P. 154103—154103.
10. Estimation of the cooling times for a metallic tip under laser illumination / F. Vurpillot, B. Gault, M. Vella, B. Bouet, B. Deconihout // Applied Physics Letters. — 2006. — Vol. 88—№9. — P. 094105.
11. *Tu, Y.* A Model Ni–Al–Mo Superalloy Studied by Ultraviolet Pulsed-Laser-Assisted Local-Electrode Atom-Probe Tomography / Y. Tu, E. Y. Plotnikov, D. N. Seidman // Microscopy and Microanalysis. — 2015. — Vol. 21—№2. — P. 480—490.