

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

На правах рукописи



Ефимов Никита Евгеньевич

**Метод малоуглового рассеяния ионов для
анализа обращённых к плазме материалов
термоядерных установок**

Специальность 1.3.9 – Физика плазмы

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Москва – 2025

Работа выполнена в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

- Научный руководитель:** **Синельников Дмитрий Николаевич**
кандидат физико-математических наук, доцент кафедры физики плазмы НИЯУ МИФИ, г. Москва
- Официальные оппоненты:** **Бачурин Владимир Иванович**
доктор физико-математических наук, профессор кафедры нанотехнологий в электронике Ярославского государственного университета им. П. Г. Демидова
- Борисов Анатолий Михайлович**
доктор физико-математических наук, профессор кафедры «Технологии производства приборов и информационных систем управления летательных аппаратов» национального исследовательского университета «Московский авиационный институт»
- Бабенко Павел Юрьевич**
кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник отделения физики плазмы, атомной физики и астрофизики физико-технического института им. А. Ф. Иоффе

Защита состоится 3 декабря в 17:00 часов на заседании диссертационного совета МИФИ.1.01 федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» (115409, г. Москва, Каширское шоссе, 31).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте <https://ds.mephi.ru> федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ».

Автореферат разослан «_____» _____ 2025 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета



к.ф.-м.н.,
Петрова Е. К.

Общая характеристика работы

Актуальность темы исследования

Одним из глобальных научно-технических вызовов для человечества в XXI веке выступает освоение продолжительной управляемой реакции термоядерного синтеза. Как известно, в квазистационарных термоядерных установках (ТЯУ) плазменно-поверхностное взаимодействие сопровождается многообразием процессов, ведущих к модификации обращённых к плазме элементов (ОПЭ), в особенности, к их эрозии, транспорту и переосаждению, ведущему в свою очередь к усиленному захвату рабочего газа в соосаждённых слоях, образованию на поверхности слоёв с изменёнными параметрами теплопроводности и устойчивости к физическому распылению. В связи с высоким уровнем влияния этих процессов как на эффективность работы термоядерных реакторов (ТЯР), так и на принципиальную достижимость управляемой термоядерной реакции синтеза, большое внимание уделяется методам, позволяющим осуществлять анализ тонких поверхностных слоёв кандидатных материалов ОПЭ ТЯУ.

Современные исследования в области взаимодействия плазмы ТЯУ с обращёнными к ней поверхностями с каждым годом лишь отчётливее подчёркивают высокое влияние выбора материала ОПЭ на достижимость долговременного функционирования ТЯР. По мере обнаружения новых ограничений на материалы ОПЭ происходит смещение внимания научного сообщества от применения в качестве ОПЭ чистых металлов в сторону принципиально новых материалов с уникальными свойствами, таких как вольфрамовые композиты, самопассивирующиеся сплавы, высокотемпературные проводящие керамики, а также в сторону дополнительного применения тонких защитных покрытий с низким атомным номером (бор, литий).

В силу широкого многообразия явлений, оказывающих влияние на стенку ТЯР, исследование применимости кандидатных ОПЭ целесообразно проводить в стендовых установках, где, во-первых, возможно независимо реализовывать условия воздействия, симулирующие реальные, а во-вторых, где возможно осуществить всестороннюю диагностику состояния материала различными

методами анализа поверхности непосредственно в ходе воздействия. Соответственно, необходима разработка новых и модернизация имеющихся средств диагностики тонких поверхностных слоёв. Данная работа посвящена разработке и применению метода спектроскопии малоуглового рассеяния и выбивания ионов к анализу перспективных кандидатных материалов ОПЭ ТЯУ.

Цели и задачи диссертационной работы

Целью данной работы является разработка метода количественной характеристики состава поверхности обращённых к плазме материалов термоядерных установок на основе энергетических спектров малоуглового рассеяния ионов.

Для достижения этой цели были поставлены следующие задачи:

1. Разработать расчётно-аналитические модели для определения интегральных и дифференциальных характеристик частиц на основе данных моделирования взаимодействия атомов с поверхностью твёрдого тела, а также для учёта искажений энергоспектров, вносимых электростатическими спектрометрами.
2. С помощью аналитических и численных методов провести анализ факторов, определяющих точность количественных оценок при спектроскопии малоуглового рассеяния ионов.
3. Разработать экспериментальные схемы для реализации метода спектроскопии малоуглового рассеяния ионов на установке «Большой масс-монокроматор «МИФИ».
4. Провести измерения экспериментальных спектров от моноэлементных материалов для повышения точности определения состава многокомпонентных образцов.
5. Провести апробацию метода спектроскопии малоуглового рассеяния ионов на образцах с известным соотношением элементов на поверхности.
6. Продемонстрировать чувствительность метода к изменению состава поверхностного слоя в ходе внешнего воздействия на кандидатные ма-

териалы термоядерных установок (на примере вольфрама и сплавов W-Cr-Y). В частности, в ходе высоковакуумного отжига, переосаждения слоёв, температурно-индуцированной сегрегации, адсорбции изотопов водорода.

Научная новизна

1. Предложен метод определения атомарных концентраций элементов на поверхности анализируемых образцов по спектрам малоуглового рассеяния ионов, который демонстрирует низкую чувствительность точности количественного анализа к шероховатости поверхности и условиям измерения.
2. Численным моделированием определено влияние факторов на точность количественных оценок по спектрам малоуглового рассеяния ионов инертных газов, а именно: аппаратной функции электростатических энергоанализаторов, наличия лёгких компонентов на поверхности, а также её шероховатости.
3. Впервые показано количественное соответствие состава наноструктурированных модельных образцов и результатов их элементного анализа с помощью спектроскопии малоуглового рассеяния ионов.
4. Впервые экспериментально показано влияние кислорода на форму спектров малоуглового упругого рассеяния ионов неона на вольфраме *in situ* в ходе его нагрева в диапазоне от 300 до 2500 К.

Практическая значимость

Практическая значимость заключается в создании обширной базы энергетических спектров рассеяния ионов инертных газов кэВных энергий на различных материалах, что может быть использовано для исследования потерь энергии таких частиц при отражении от поверхности твёрдого тела, равно как и для проверки численных подходов моделирования взаимодействия быстрых ионов с поверхностью.

Также практическая значимость заключается в создании кодов для формирования энергетических, угловых и прочих распределений частиц на основе данных моделирований взаимодействия атомов с поверхностью твёрдого тела, а также кодов для восстановления искажений спектров, обусловленных аппаратной функцией электростатических анализаторов.

Разработанный метод количественной спектроскопии малоуглового ионного рассеяния может быть применён для анализа изменения состояния поверхности в ходе различных воздействий, в частности, при окислении поверхности и отжиге, при осаждении тонких покрытий, а также при сегрегации хрома в самопассивирующихся вольфрамовых сплавах.

Положения, выносимые на защиту

1. При спектроскопии малоуглового рассеяния ионов инертных газов пики упругого рассеяния на тяжёлых элементах уширяются при наличии лёгких элементов, в частности, кислорода, и это необходимо учитывать при количественном анализе.
2. Деконволюция энергетических спектров рассеяния ионов путём деления значений их интенсивности на соответствующую энергию ионов уменьшает погрешность количественного анализа, обусловленную аппаратной функцией электростатического анализатора.
3. Спектроскопия малоуглового рассеяния ионов обладает высокой чувствительностью, которая позволяет, например, фиксировать окисление вольфрама даже при температуре $1900\text{ }^{\circ}\text{C}$ и при давлении остаточного газа менее 10^{-7} мБар.
4. Метод малоуглового рассеяния ионов неона и аргона для образцов с полосами золота и палладия обеспечивает возможность элементного анализа с погрешностью менее 5%.
5. Спектроскопия малоуглового рассеяния ионов позволяет осуществлять *in-situ* исследование процессов адсорбции и изотопного замещения водорода на поверхности с временным разрешением менее пяти секунд.

Степень достоверности и апробация результатов Достоверность научных результатов обусловлена их повторяемостью, а также сопоставимостью экспериментальных данных и результатов компьютерного моделирования. Анализ результатов исследований основан на современных научных представлениях о взаимодействии ионов с поверхностью и физических свойствах изучаемых материалов. Основные результаты диссертации были представлены на следующих международных и всероссийских конференциях:

1. 27-я Международная конференция «Взаимодействие ионов с поверхностью» (Рязань, 2025)
2. 28-я Международная конференция «Взаимодействие плазмы с поверхностью» (Москва, 2025)
3. 53-я Международная Тулиновская конференция по физике взаимодействия заряженных частиц с кристаллами (Москва, 2024)
4. 3-я Международная конференция «Проблемы термоядерной энергетики и плазменные технологии» (Таруса, 2023)
5. 26-я Международная конференция «Взаимодействие ионов с поверхностью» (Ярославль, 2023)
6. 26-я Всероссийская конференция «Взаимодействие плазмы с поверхностью» (Москва, 2023)

Публикации

Материалы диссертации опубликованы в 13 печатных работах, из них 4 статьи в рецензируемых журналах [1–4], 7 статей в сборниках трудов конференций [5–11] и 2 свидетельства о государственной регистрации программы для ЭВМ [12, 13].

Личный вклад автора

Содержание диссертации и основные положения, выносимые на защиту, отражают персональный вклад автора в опубликованные работы. Подготовка к публикации полученных результатов проводилась совместно с соавторами,

причем вклад диссертанта был определяющим. Компьютерное моделирование и обработка его результатов, а также обработка экспериментальных данных выполнены лично автором. Проведение экспериментов осуществлялось совместно с соавторами. Все представленные в диссертации результаты получены лично автором либо на паритетной основе с соавторами.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и библиографии. Общий объем диссертации составляет 162 страницы, включая 72 рисунка и 5 таблиц. Библиография содержит 137 наименований.

Содержание работы

Во введении обоснована актуальность диссертационной работы, сформулирована цель и аргументирована научная новизна исследований, показана теоретическая и практическая значимость полученных результатов, представлены выносимые на защиту научные положения.

В первой главе в ходе литературного обзора рассмотрены основные процессы взаимодействия плазмы с поверхностью термоядерных установок, проведён обзор кандидатных материалов обращённых к плазме элементов (ОПЭ) термоядерных установок (ТЯУ), рассмотрены наиболее распространённые методы анализа поверхности ОПЭ ТЯУ. Практически все используемые методы имеют недостаточно высокое разрешение по глубине для анализа поверхностных слоёв, либо имеют ограниченные возможности элементного анализа поверхности, в частности, нечувствительны к присутствию изотопов водорода, либо их разделение технически сложно.

Для анализа состава наиболее поверхностных слоёв ОПЭ предложено использовать модификацию спектроскопии рассеяния ионов низких энергий (LEIS – Low-Energy Ion Scattering) [14, 15], при которой реализуется геометрия с малым углом рассеяния, то есть регистрация вылетевших с поверхности ионов под малым углом относительно первоначальной траектории диагностического пучка. Это позволит, во-первых, повысить чувствительность метода за счёт увеличения дифференциального сечения рассеяния, характерного для

малых углов, а во-вторых, осуществлять регистрацию не только рассеянных, но и выбитых ионов, таким образом реализуя элементный анализ в широком диапазоне масс, начиная с изотопов водорода, с монослойным разрешением по глубине.

Определение компонентного состава предполагается осуществлять, также как и при классическом LEIS, по пикам однократного упругого рассеяния ионов изначально моноэнергетического узкого диагностического пучка на атомах мишени и упругого выбивания частиц мишени. Положение этих пиков определяется потерями энергии при рассеянии на основе законов сохранения энергии и импульса. В свою очередь, для реализации количественного анализа состава поверхности предлагается использовать интенсивности этих пиков, что помимо прочего обосновано в [16].

Во второй главе с помощью компьютерного моделирования в коде SDTrimSP_6.02 [17] рассмотрено влияние различных факторов на точность оценок при количественной спектроскопии малоуглового рассеяния ионов, а также дополнительные проблемы проведения анализа состава поверхности.

В разделе 2.1 проведен краткий обзор методов моделирования процессов взаимодействия атомов с поверхностью твёрдого тела, а также обоснован выбор кода SDTrimSP_6.02 и параметры моделирования.

В разделе 2.2 описан код ISInCa [12], созданный в рамках данной работы для обработки результатов расчётов взаимодействия атомов с поверхностью твёрдого тела, в частности, позволяющий формировать, визуализировать и экспортировать на основе выходных данных таких кодов как TRIM [18], SCATTER [19] и SDTrimSP [17] различные интегральные и дифференциальные характеристики взаимодействия налетающих частиц с атомами мишени.

В разделе 2.3 приведён метод расчёта сечений рассеяния и выбивания, используемый в дальнейшем в работе для проведения количественных оценок. Метод основан на так называемой «магической» формуле Бирзака, описанной в [20]. На основе изложенного в разделе подхода расчёта углов рассеяния и выбивания, а также метода Бирзака для связи углов рассеяния и прицельных параметров была создана и зарегистрирована программа «LEIS calculator» [13], позволяющая осуществлять расчёт элементного состава поверхности по

спектрам рассеянных и выбитых на ней ионов низких энергий.

В разделе 2.4 показано, что в ряде случаев форма пиков на спектрах рассеяния ионов низких энергий, измеренных электростатическим анализатором, может быть дополнительно искажена из-за зависимости ширины пика от угла регистрации, описываемой формулой 1, что необходимо учитывать при количественных оценках по интенсивностям пиков, если ширина E_{11} оказывается больше абсолютного разрешения анализатора в области пика.

$$\Delta E_{11} = \frac{2E_{11} \sin \Theta}{\sqrt{\mu^2 - \sin^2 \Theta}} \Delta \Theta \quad (1)$$

где E_{11} - положение максимума пика на энергоспектре, Θ - угол регистрации частиц относительно начальной траектории диагностического пучка, $\Delta \Theta$ - разброс угла регистрации, выраженный в радианах, μ - отношение массы атома мишени, соответствующего упругому пику, к массе частиц диагностического пучка.

В разделе 2.5 предложен подход анализа относительных концентраций многокомпонентных мишеней на основе спектроскопии малоуглового рассеяния ионов, основанный на применении «полуэталонов», то есть спектров рассеяния ионов диагностического пучка на однокомпонентных мишенях без фиксации абсолютного значения интенсивности отражённого сигнала, а также на применении дифференциальных сечений рассеяния и выбивания ($d\sigma/d\Omega$), рассчитанных по методу из раздела 2.3.

Для сравнения различных подходов количественной характеристики состава поверхности по спектрам малоуглового рассеяния ионов, в том числе предложенного «полуэталонного» метода, было проведено моделирование в кодах SDTrimSP и ISInCa энергоспектров рассеяния атомов Ne с энергией 11 кэВ на образцах W-Cr различных концентраций.

В качестве полуэталонного спектра был выбран образец W, представленный чёрной пунктирной линией на рисунке 1. Для реализации предложенного метода для каждого спектра от W-Cr интенсивность максимума спектра от чистого W была приведена к интенсивности пика вольфрама на спектрах W-Cr, и затем спектр W был вычтен из спектра W-Cr, что давало спектры с

сигналом преимущественного рассеяния Ne на Cr. Результаты можно увидеть на рисунке 2. Чтобы восстановить относительные поверхностные концентрации элементов, интенсивности пиков на рисунке 2 должны быть поделены на соответствующие $d\sigma/d\Omega$. Итоговая формула для оценки относительной атомарной концентрации вольфрама по полуэталонному методу следующая:

$$C(W) [\%] = \frac{I(W)/[d\sigma/d\Omega(W)]}{I(W)/[d\sigma/d\Omega(W)] + I(Cr)/[d\sigma/d\Omega(Cr)]} \cdot 100\% \quad (2)$$

где $I(W)$, $I(Cr)$ - интенсивность пиков вольфрама и хрома в относительных единицах после разделения.

Результат оценки атомарной концентрации по рассчитанным спектрам с помощью эталонного и предложенного полуэталонного подходов в среднем показал отклонение от истинного значения менее 2%, в то время как в случае метода полуэмпирических аппроксимаций было обнаружено существенное отклонение, зависящее от концентрации. В целом, показана применимость «полуэталонного» подхода и принципиально высоко достижимая точность анализа.

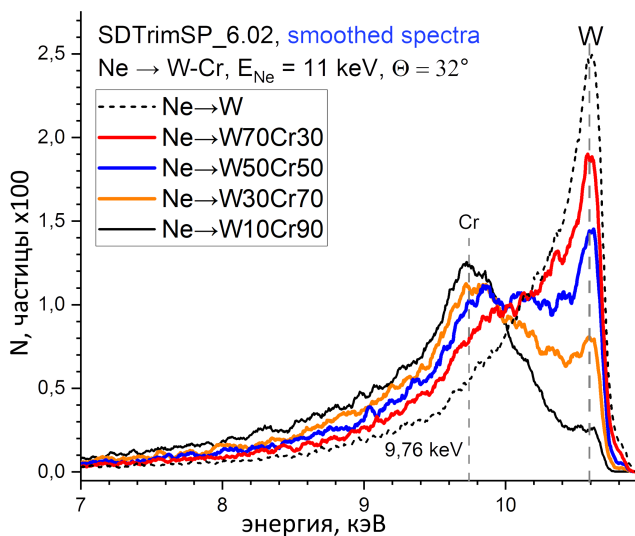


Рис. 1. Сглаженные энергетические спектры Ne с энергией 11 кэВ, рассеянного на мишенях W-Cr различной концентрации на угол 32° .

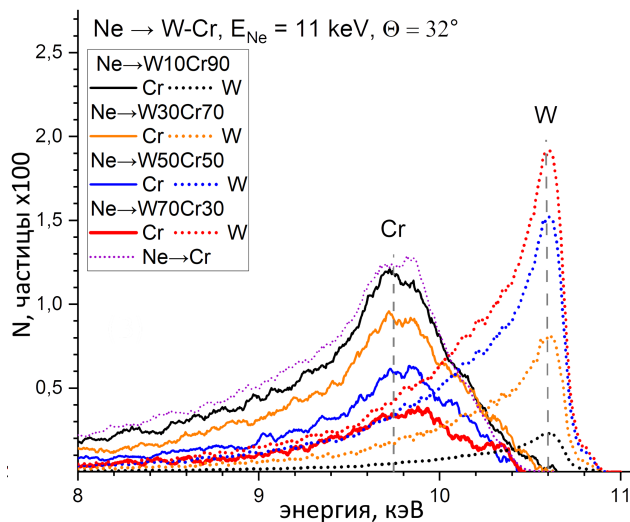


Рис. 2. Сглаженные энергетические спектры Ne с энергией 11 кэВ, рассеянного на мишенях W-Cr различной концентрации на угол 32° , после разделения пиков Cr и W.

В разделе 2.6 проведён анализ влияния лёгких компонентов на поверх-

ности на точность количественных оценок. Показано, что их наличие может привести к завышению концентрации компонента мишени, которому соответствуют более низкоэнергетические пики рассеяния. Показано, что спектр для многокомпонентной мишени не всегда может быть точно представлен как сумма нормированных спектров рассеяния от однокомпонентных мишеней, так как в случае многокомпонентных мишеней появляется дополнительная область диффузного рассеяния на смеси различных элементов.

В разделе 2.7 предложена процедура учёта неоднородности рельефа поверхности при моделировании энергетических спектров рассеяния атомов в коде SDTrimSP_6.02. Для этого шероховатая поверхность разбивается на набор наклонных плоскостей равной длины, производится моделирование спектров рассеяния с сохранением угла рассеяния и варьированием угла падения, после чего полученные спектры суммируются с коэффициентами, пропорциональными вероятности появления наклонной плоскости с определённым углом относительно базовой линии (см. формулу 3).

$$F_{\text{шерох.}}(E) = \sum_{\alpha} F_{\alpha}(E)P(\alpha) \quad (3)$$

где $F_{\text{шерох.}}(E)$ - энергетический спектр шероховатой мишени, $F_{\alpha}(E)$ - спектр, смоделированный для плоской мишени при определённом угле падения пучка α , $P(\alpha)$ - распределение вероятностей появления наклонных плоскостей. При этом в качестве $P(\alpha)$ брались нормальное, равномерное распределения, а также результат аппроксимации распределения углов для измеренного профиля реального образца распределением Стьюдента.

Показан потенциально высокий уровень влияния шероховатости при количественных оценках в LEIS, основанных на применении эталонных образцов и в то же время незначительное влияние шероховатости поверхности при методе, основанном на «полуэталонных» спектрах, если при регистрации угол падения близок к углу отражения (см. рис 3).

В главе 3 проведено аналитическое и численное рассмотрение влияния аппаратной функции электростатических энергоанализаторов на форму спектров LEIS. Для этого искажения, вносимые аппаратной функцией анали-

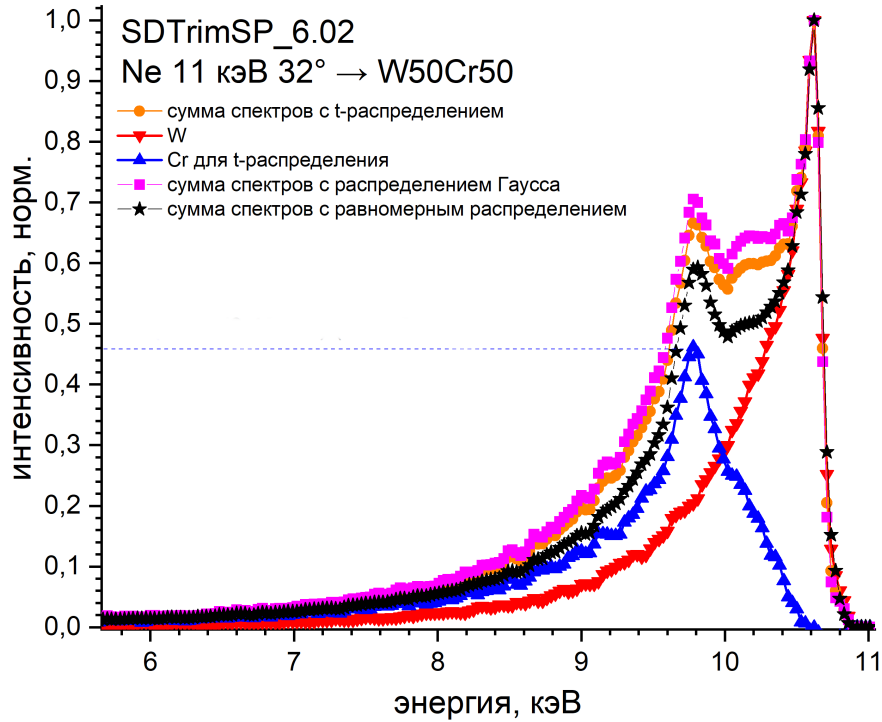


Рис. 3. Сумма спектров Ne с энергией 11 кэВ, рассеянного на образце W50Cr50 на угол 32° , при α в диапазоне $60^\circ - 88^\circ$ с различными распределениями вероятности наклонов. Энергетический спектр рассеяния на W на угол 32° при $\alpha = 74^\circ$ (красная кривая). Результат вычитания красной линии из оранжевой, соответствующий спектру преимущественного рассеяния Ne на Cr (синяя кривая).

затора A в истинное распределение частиц по энергии $f(E)$, моделировались с помощью формулы 4 для гауссового ядра с относительным энергетическим разрешением спектрометра R .

$$I(E_k) = C \sum_{i=0}^{i=len(f)} f(E_i) A\left(\frac{E_i}{E_k}\right) = C \sum_{i=0}^{i=len(f)} f(E_i) e^{-R^{-2}\left(\frac{E_i}{E_k}-1\right)^2} \quad (4)$$

В качестве $f(E)$ было отобрано несколько репрезентативных групп LEIS спектров для различных многокомпонентных материалов с варьируемой концентрацией компонентов, которые были смоделированы с помощью SDTrimSP и IScA. Затем производилось искажение («свёртка») спектров с помощью формулы 4 и попытка их восстановления с помощью аналитического («простая деконволюция») [21, 22] и численного («численная деконволюция») [23] методов. Проверка качества восстановления спектров производилась путём сравнения разницы между оценкой компонентного состава полученной по

восстановленным, искажённым и исходным спектрам. Подобный анализ был осуществлён для каждой группы спектров в зависимости от R и концентраций компонентов.

Показано, что наиболее существенное влияние на точность количественных оценок возникает в случае спектров с разделёнными узкими пиками на низкоинтенсивном фоне (рис. 4), а также в случае сочетания узких и широких хорошо разрешённых пиков (рис. 5). Показана применимость обоих

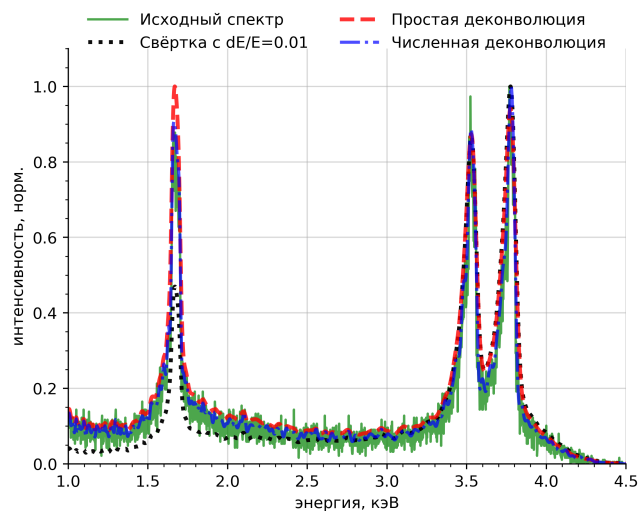


Рис. 4. Моделирование энергетического спектра Ne с энергией 6 кэВ, рассеянного на угол 140° на поверхности $Gd_{20}Ba_{20}Co_{60}$ толщиной 10 \AA .

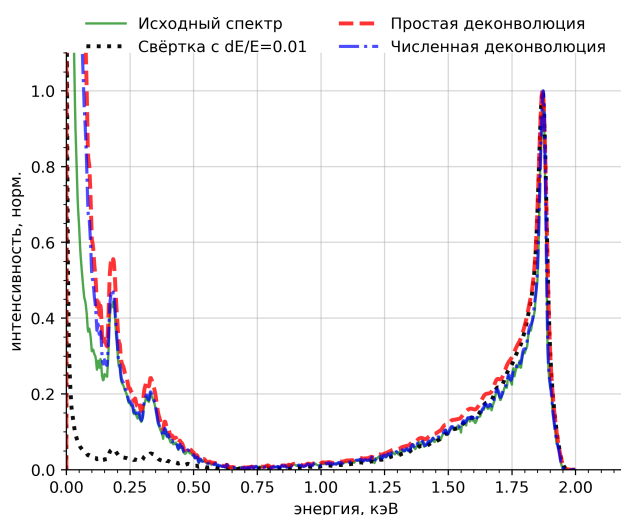


Рис. 5. Моделирование энергетического спектра Ne с энергией 2 кэВ, рассеянного на угол 45° на образце H50W50.

методов в определённом диапазоне значений относительного энергетического разрешения электростатического энергоанализатора ($R < 3\%$).

В главе 4 проведены апробация, а также экспериментальное исследование возможностей и ограничений метода анализа поверхностей кандидатных материалов ОПЭ ТЯУ с помощью малоуглового рассеяния ионов.

В разделе 4.1 приведено описание научно-исследовательской установки «Большой масс-монохроматор «МИФИ» (БММ), а также её модернизации. Схема установки показана на рисунке 6. Для анализа использовались отсепарированные по массе моноэнергетические узкие пучки ионов инертных газов. Измерение энергетических спектров вылетевших с поверхности ионов производилось под фиксированным углом 32° относительно начальной траектории ионов (угол рассеяния) с помощью четвертьсферического электростатического

энергоанализатора со вторично-электронным умножителем (ВЭУ) в качестве детектора.

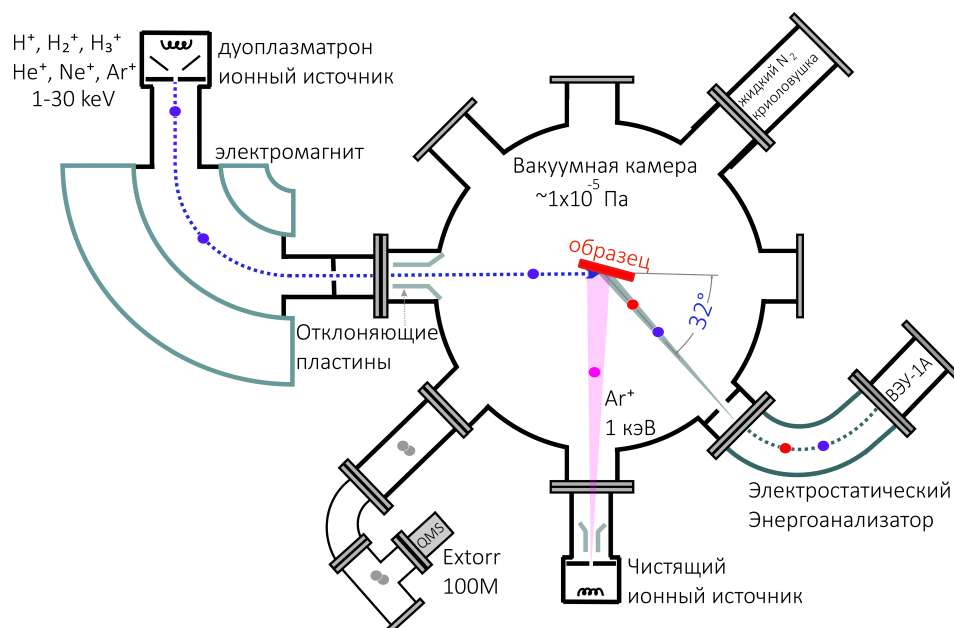


Рис. 6. Схема анализа поверхности с помощью спектроскопии малоуглового рассеяния ионов на установке БММ.

В разделе 4.2 представлены типичные энергетические спектры положительных и отрицательных ионов при рассеянии Ne^+ и Ar^+ на однокомпонентных мишенях Ti, Pd, W, Pt, Au (см. рис. 7 - 8). Показано, что несмотря на близкие массы, спектры для W, Pt и Au дают разные формы пиков упругого рассеяния, что было ассоциировано с наличием лёгких компонентов на поверхности, аналогично показанному численно в разделе 2.6.

В разделе 4.3 проведено измерение динамики спектров рассеяния Ne^+ на вольфраме *in situ* в ходе нагрева образца при температурах в диапазоне 30 – 2500 °C. Изначально ширина спектра была сильно завышена по сравнению с расчётной, как и на рисунке 7, при этом на спектре наблюдался сигнал рассеяния на кислороде. В ходе нагрева происходило сужение пика от вольфрама (рис. 9), а также увеличение интенсивности упругого пика (рис. 10). Исчезновение пика рассеяния на кислороде при 1900 °C совпало с прекращением сужения пика рассеяния на W. Ширина пика вольфрама при температуре более 1900 °C совпала с расчётной (красная штрихпунктирная линия) в соответствии с формулой 1 с учётом действия на спектр аппаратной функции анализатора БММ.

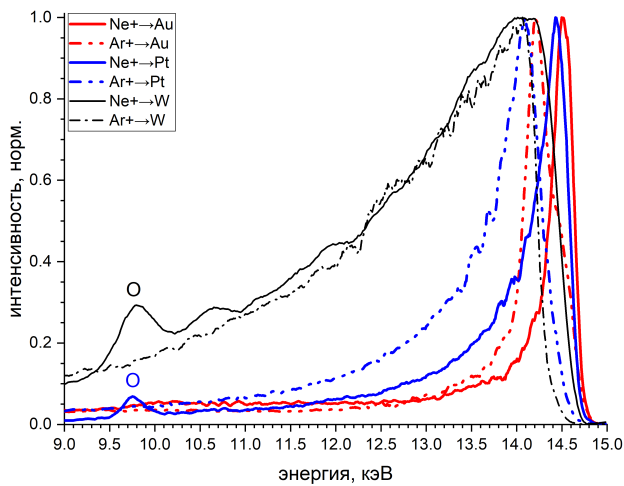


Рис. 7. Энергетические спектры рассеяния 15 кэВ Ne^+ и Ar^+ на угол 32° от мишеней с высоким атомным номером.

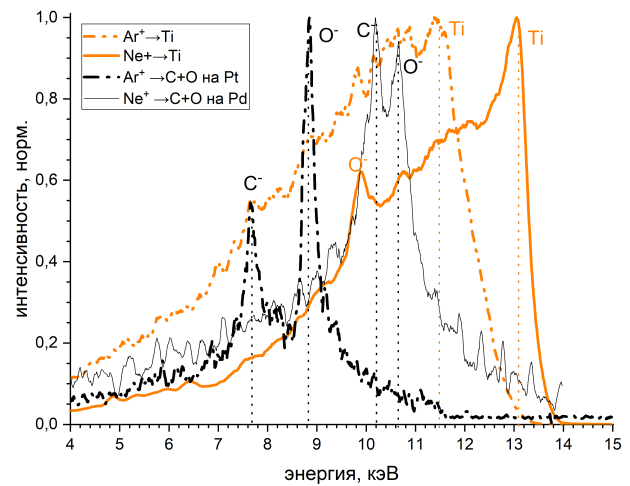


Рис. 8. Энергетические спектры рассеяния 15 кэВ Ne^+ и Ar^+ на угол 32° от мишеней с низким атомным номером и выбивания отрицательных ионов.

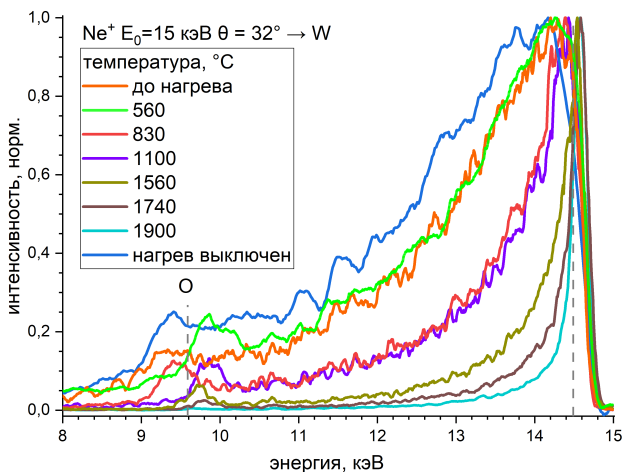


Рис. 9. Нормированные энергетические спектры рассеяния Ne^+ с начальной энергией 15 кэВ на угол 32° от W в ходе его нагрева.

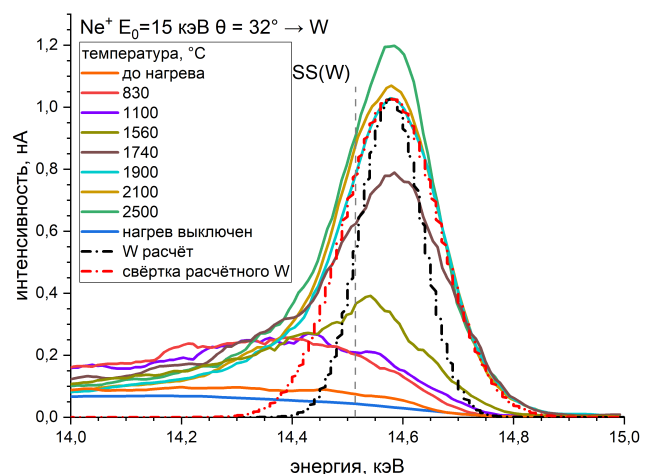


Рис. 10. Исходные энергетические спектры рассеяния Ne^+ с начальной энергией 15 кэВ на угол 32° от W в ходе его нагрева.

Уширение пика вольфрама было ассоциировано с наличием кислорода на поверхности, вероятно, за счёт оксида вольфрама, полное исчезновение которого происходит лишь при высокой температуре. Таким образом, подтверждено показанное численно в разделе 2.6 уширение пиков рассеяния на тяжёлом элементе за счёт наличия лёгких примесей. Это может быть дополнительно использовано для качественного анализа наличия загрязнений на поверхности.

В разделе 4.4 проведена апробация метода количественной спектро-

скопии малоуглового рассеяния ионов на примере образцов, представляющих собой чередующиеся полосы золота и палладия равной ширины, а, следовательно, и равной поверхностной концентрации. Образцы получены с помощью фотолитографии и электронно-лучевой эпитаксии в филиале Института радиотехники и электроники имени В. А. Котельникова РАН (ФирЭ, г. Фрязино).

Примеры спектров полуэталонов для золота и палладия, а также спектров для образцов чередующихся полос Au-Pd показаны на рисунке 11 для диагностического пучка Ne^+ и на рисунке 12 для Ar^+ . Для разделения упругих пиков Au и Pd спектры для Au-Pd были представлены как суммы спектров полуэталонов с подбираемыми коэффициентами их нормировки. Подбор коэффициентов был осуществлён путём минимизации квадрата разницы площадей спектра смеси и суммы спектров полуэталонов в области определения от 13,8 до 15 кэВ для Ne^+ и от 12,5 кэВ до 15 кэВ для Ar^+ . Ограничение области определения обусловлено тем, что расхождения в форме низкоэнергетического диффузного хвоста в силу его большой протяжённости дают значительное отклонение. Затем для определения соотношения Au и Pd интенсивности полученных пиков нормировались на соответствующие $d\sigma/d\Omega$. Итоговая формула определения относительной концентрации золота аналогична формуле (2).

В среднем получена концентрация Au: $48\% \pm 3\%$ для аргона и $54\% \pm 5\%$ для неона. Анализ по спектрам рассеяния на Ne^+ демонстрирует большее отклонение, чем по Ar^+ , что может быть связано с большей чувствительностью Ne^+ к лёгким примесям и с вероятностью нейтрализации, которая может быть различной для Ne^+ и Ar^+ . Так, в ходе обработки множества спектров от образцов AuPd было показано, что результаты определения относительной поверхностной концентрации золота по спектру рассеяния Ne^+ (рис. 11) и Ar^+ (рис. 12) с энергией 15 кэВ на угол 32° близки к расчётной, что позволяет говорить об успешной апробации. В то же время, при спектроскопии рассеяния Kr^+ наблюдалось завышение концентрации золота, что было ассоциировано с доминирующим вкладом в сигнал многократного рассеяния.

В разделе 4.5 проведена апробация метода на примере полос вольфрама на кремниевой подложке (W-Si), схожих по методу получения с образцами из раздела 4.4 и также имеющих равное соотношение компонентов на по-

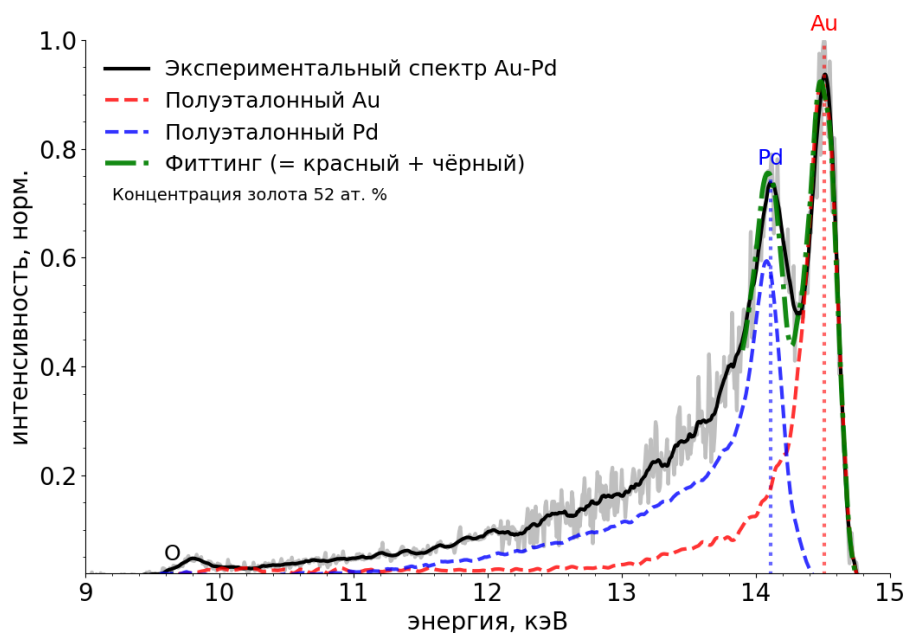


Рис. 11. Спектр рассеяния Ne^+ 15 кэВ на образце AuPd (чёрная и серая линии). Полуэталонные нормированные спектры рассеяния Ne на Au (красная линия) и Pd (синяя линия). Результат аппроксимации спектра смеси с помощью полуэталонных (зелёная линия).

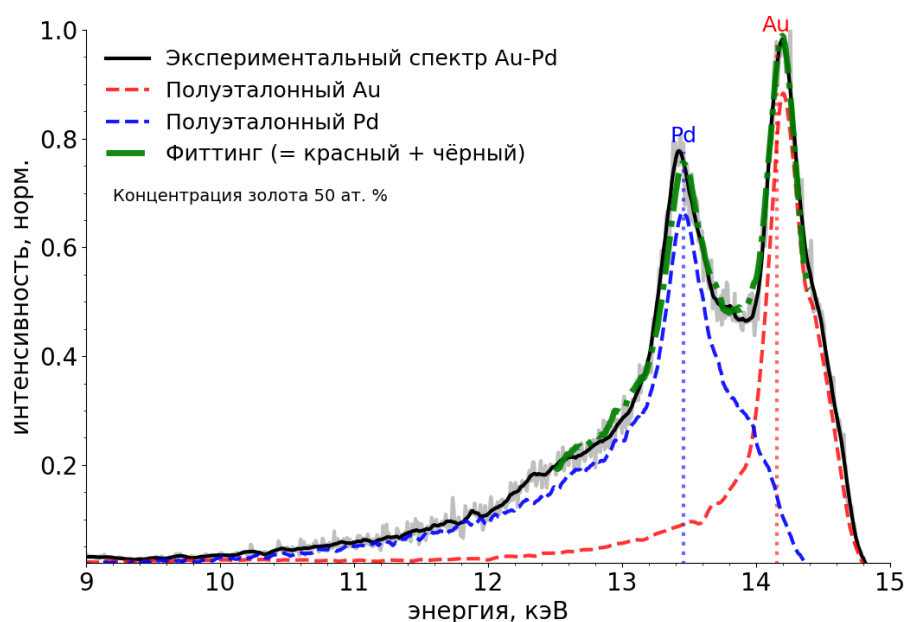


Рис. 12. Спектр рассеяния Ar^+ 15 кэВ на образце AuPd (чёрная и серая линии). Полуэталонные нормированные спектры рассеяния Ne на Au (красная линия) и Pd (синяя линия). Результат аппроксимации спектра смеси с помощью полуэталонных (зелёная линия).

верхности. Показано, что в отличие от «полуэталонных» спектров золота из предыдущего раздела, форма спектра W комнатной температуры отличается от W в W-Si, из чего можно сделать вывод о разном уровне примесей (например, в виде оксида) на поверхности. Наилучшим образом по форме подошёл спектр вольфрама при температуре $560^\circ C$, который был использован для

проведения количественных оценок (рис. 13). Показано, что в данном случае, вероятно, из-за существенно различных вероятностей нейтрализации, оценка по полуэталонному методу сильно расходится с ожидаемой и концентрация кремния оказывается завышенной в 3,6 раза. Поэтому для образца W-Si ана-

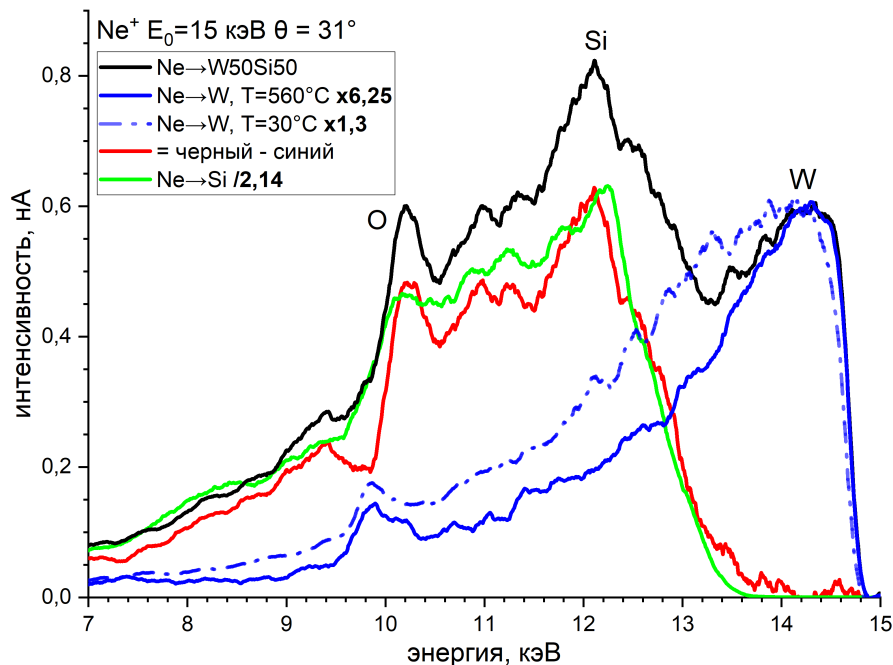


Рис. 13. Энергетический спектр рассеяния Ne^+ на полосатом образце W-Si с концентрацией вольфрама $C(W) = 50\%$ (чёрная кривая), на образцах W при различной температуре (синие кривые), на эталонном кремнии, чья интенсивность была разделена на 2,14 (зелёная кривая), а также результат разделения пиков (красная кривая).

лиз был проведён при комбинации эталонного и полуэталонного методов, что включало в себя одновременное измерение спектров рассеяния от Si и W-Si при одинаковых параметрах пучка, при этом референсный Si имел те же параметры (кристаллическую структуру, шероховатость), что и Si в образце полос. Получено значение концентрации кремния в 47 %, что близко к ожидаемому. Из этого также можно заключить, что вероятность нейтрализации при рассеянии Ne^+ на кремнии оказывается приблизительно в 3,6 раза ниже, чем для вольфрама. Так, становится возможным определение концентраций для сильно различающихся элементов.

В разделе 4.6 проведено измерение энергоспектров рассеяния Ne^+ на монокристаллическом кремнии *in situ* в ходе термического осаждения на него вольфрама. На рисунке 14 представлены спектры рассеяния на образце Ne^+

в ходе уменьшения концентрации Si. Для количественной характеристики бралось соотношение интенсивностей в области пика рассеяния на Si для измеренного спектра и спектра от полосатого образца W-Si, полученного в предыдущем разделе, после вычитания из них фонового сигнала от склона пика вольфрама. Результаты представлены в легенде графика рядом с временем экспозиции. Таким образом, проведена демонстрация возможности *in situ* анализа динамики осаждения вольфрама на кремний по спектрам отражённых ионов.

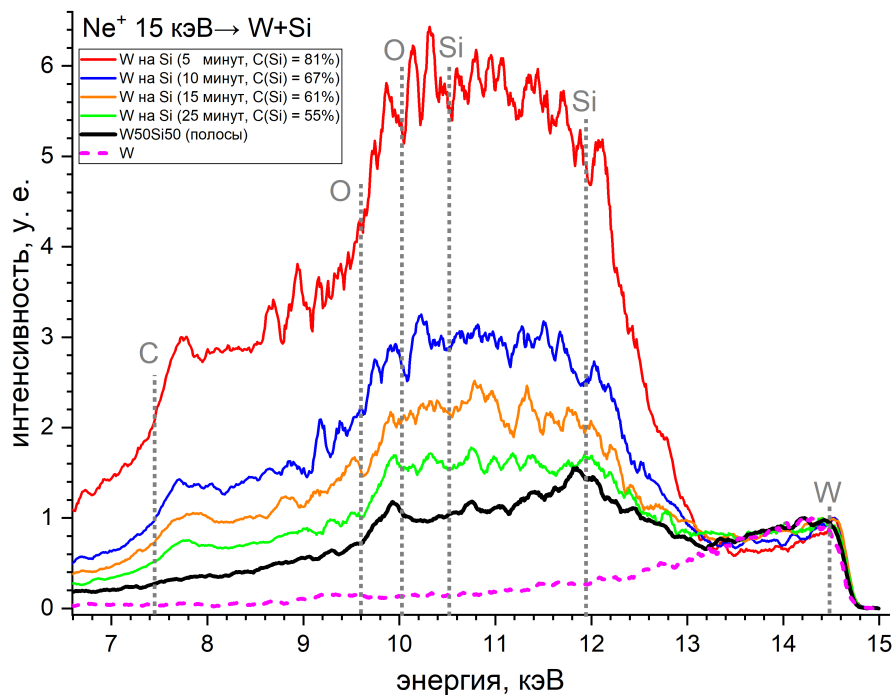


Рис. 14. Энергетические спектры рассеяния Ne^+ на кремнии в ходе термического осаждения на него вольфрама, спектр для образца полос W на Si подложке (чёрная сплошная линия) с концентрацией кремния $C(Si) = 50\%$, а также спектр для W (розовая штриховая линия).

В разделе 4.7 с помощью спектроскопии рассеяния ионов Ne с энергией 11 кэВ на угол 32° проведён анализ спектров самопассивирующегося вольфрамового сплава на различных стадиях его отжига (рис. 15) по «полуэталонному» методу, аналогично описанному в разделе 2.5. Показана высокая эффективность сегрегации хрома на поверхности в температурном диапазоне 1000 – 1100 K. Показана высокая чувствительность метода анализа к изменениям поверхностных концентраций. Отмечен потенциально высокий уровень влияния наличия оксидов на точность количественных оценок. Показан крайне высокий уровень влияния загрязнений с атмосферы на форму

спектра, в связи с чем для некоторых образцов необходимо проведение очистки поверхности в вакууме, например, низкоэнергетическим ионным пучком.

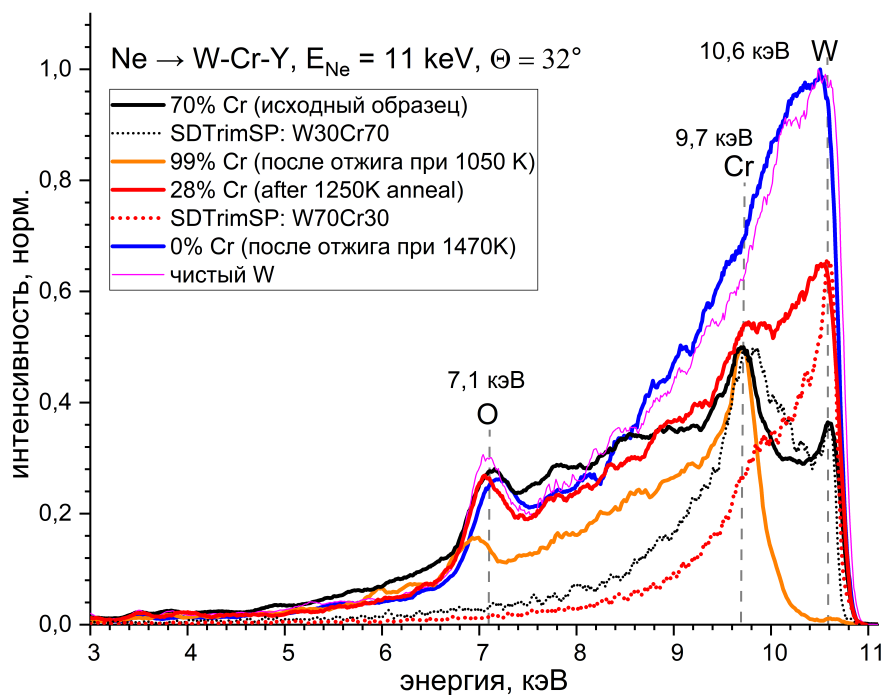


Рис. 15. Типичные экспериментальные энергетические спектры Ne^+ с энергией 11 кэВ, рассеянного на угол 32° на образцах W-11,4Cr-0,6Y после предварительного отжига при различных температурах, а также спектры моделирования в SDTrimSP.

В разделе 4.8 с помощью спектроскопии рассеяния ионов аргона с энергией 18 кэВ проведён анализ динамики адсорбции изотопов водорода на поверхности вольфрама в ходе выдержки образца в парах тяжёлой по водороду воды. Показана возможность регистрации изотопов водорода на поверхности вольфрама по пикам выбитых ионов (рис. 16), но относительно низкая чувствительность, обусловленная влиянием аппаратной функции и малым сечением выбивания относительно сечения рассеяния Ar на W.

Продемонстрирована возможность наблюдения изменения состава (рис. 17) в ходе напуска D_2O . Как видно, на представленном участке спектра до включения источника D_2O наблюдается один пик, соответствующий выбитому протию. После напуска D_2O наблюдается появление и небольшой рост пика выбитого D относительно пика H. После выключения источника D_2O сигнал выбитого дейтерия постепенно пропадает, что можно связать с его замещением протием на поверхности. Подобные измерения могут быть проведены и

с более высоким разрешением по времени (менее 5 секунд), путём программирования используемого для управления энергоанализатором электрометра Keithley 6517В на измерение точек в области максимумов пиков протия и дейтерия, а также нескольких точек для вычитания фона.

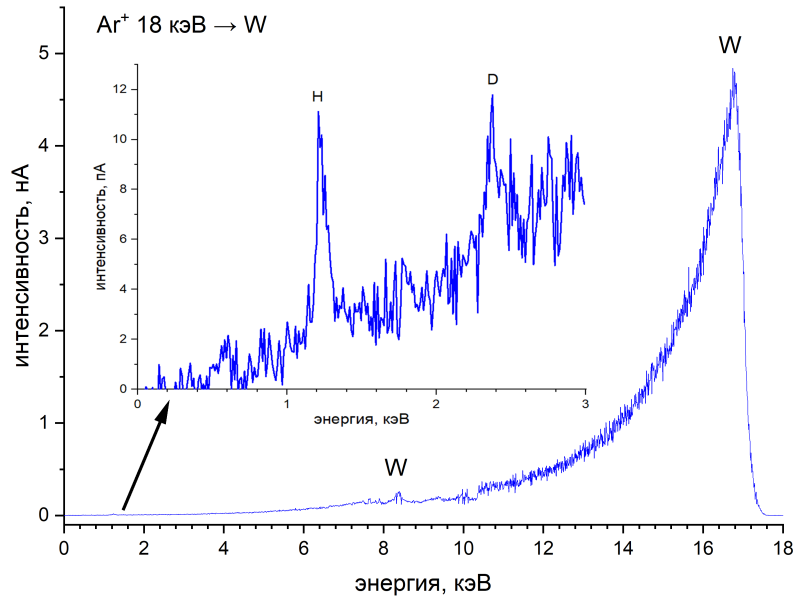


Рис. 16. Экспериментальный энергетический спектр Ar^+ с энергией 18 кэВ, рассеянного на угол 32° на образце W при напуске в камеру взаимодействия D_2O .

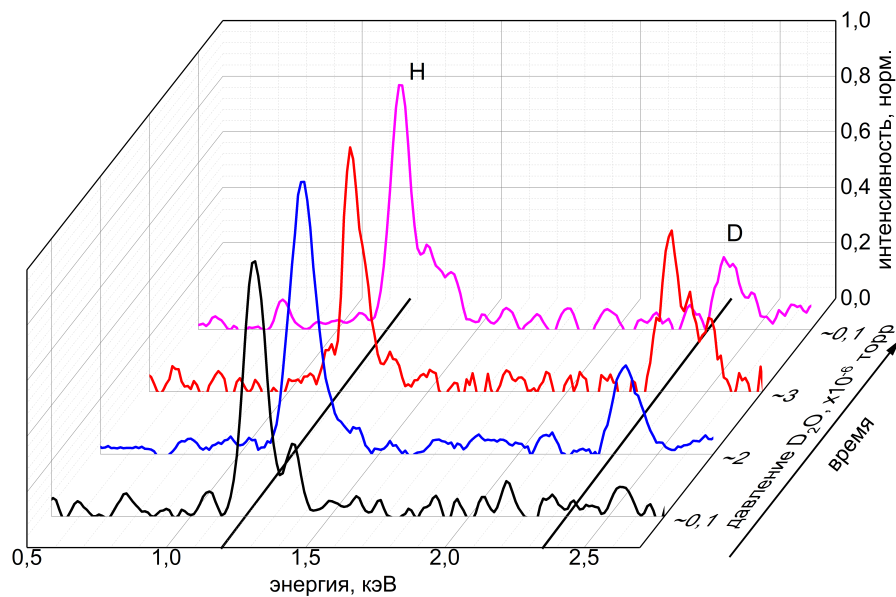


Рис. 17. Экспериментальные энергетические спектры Ar^+ с энергией 18 кэВ, рассеянного на угол 32° на образце W в ходе выдержки образца в камере с D_2O .

В заключении приведены основные результаты данной диссертационной работы:

1. Созданы программа «LEIS calculator» для интерпретации энергетических спектров рассеянных на твёрдом теле ионов, программа «ISInCa» для определения интегральных и дифференциальных характеристик частиц на основе выходных данных Монте-Карло кодов взаимодействия атомов с поверхностью твёрдого тела (в частности, «SDTrimSP», «SCATTER», «TRIM»), а также программа «SpecRes» для автоматизированной обработки спектров рассеяния ионов и учёта искажений энергоспектров, вносимых электростатическими спектрометрами.
2. Предложен подход для количественной характеристики состава поверхностного слоя по спектрам малоуглового рассеяния ионов, основанный на разделении сигналов рассеяния на различных компонентах мишени с помощью спектров соответствующих однокомпонентных мишеней без учёта абсолютных интенсивностей сигнала («полуэталонов») с последующей нормировкой амплитуд пиков упругого рассеяния на факторы элементной чувствительности.
3. Присутствие на поверхности образцов легких элементов, таких как углерод или кислород, может увеличить сигнал диффузно рассеянных частиц в энергетических спектрах. Это приводит к уширению пиков, ассоциируемых с элементами мишени, что ухудшает разрешение по массе.
4. Шероховатость поверхности оказывает существенно меньшее воздействие на точность количественных оценок при применении «полуэталонных» спектров и нормировании пиков на $d\sigma/d\Omega$, чем при применении эталонных спектров и анализе по коэффициентам их нормировки на измеренный сигнал.
5. С помощью численных методов показано, что искажения, вносимые аппаратной функцией электростатических анализаторов, в спектры

рассеяния ионов инертных газов приводят к существенному снижению точности анализа состава поверхности.

6. Учёт искажений, вносимых аппаратной функцией электростатического анализатора, может быть произведён в простейшем случае делением спектра на энергию, а также с помощью рассмотренных численных методов.
7. Создана база экспериментальных энергетических спектров рассеяния ионов *Ne*, *Ar*, *Kr* кэВных энергий на различных элементах, включая *H*, *C*, *O*, *F*, *Si*, *S*, *Ar*, *Ti*, *Cr*, *Rh*, *Pd*, *Ag*, *W*, *Pt*, *Au*, а также их соединениях.
8. Наличие на поверхности лёгких компонентов, таких как углерод и кислород, ведёт к уширению пиков рассеяния на тяжёлых компонентах, в частности, на вольфраме, что может быть дополнительно использовано для идентификации наличия примесей на поверхности.
9. С помощью метода спектроскопии малоуглового рассеяния ионов показано, что оксидная плёнка на вольфраме может сохраняться вплоть до температуры около 1900 °С даже при остаточном давлении менее 10^{-5} Па.
10. Проведена экспериментальная апробация спектроскопии малоуглового рассеяния ионов *Ne*, *Ar* и *Kr* на примере образцов *Au – Pd* с известным поверхностным содержанием компонентов. В случае ионов *Ne* и *Ar* возможно достижение погрешности количественного анализа менее 5%.
11. Проведена демонстрация возможности анализа состава поверхности по спектрам отражённых ионов непосредственно в ходе модификации поверхности, в частности, отжига вольфрама и осаждения вольфрама на кремниевую подложку.
12. С помощью спектроскопии малоуглового рассеяния ионов *Ne* показано, что самопассивирующийся сплав W-11,4Cr-0,6Y демонстрирует высокую степень сегрегации хрома в диапазоне температур 1000 – 1100 К,

и как следствие, может показать высокую эффективность защиты от дальнейшей сублимации вольфрама в случае сценария аварии с разгерметизацией и потерей теплоносителя в термоядерных установках.

13. Продемонстрировано, что при использовании ионов Ar возможно детектирование наличия и изменения соотношения изотопов водорода на поверхности вольфрама с высоким разрешением по времени.

Основные публикации по теме диссертации

1. *Efimov N., Sineelnikov D., Grishaev M., Nikitin I., Luzanov V.* Tungsten peak broadening in LEIS: Origins and challenges for quantitative analysis // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. — 2025. — Vol. 567. — P. 165823. — DOI: [10.1016/j.nimb.2025.165823](https://doi.org/10.1016/j.nimb.2025.165823).
2. *Efimov N., Sineelnikov D., Kolodko D., Grishaev M., Nikitin I.* On the reconstruction of LEIS spectra after distortion by an electrostatic energy analyzer // Applied Surface Science. — 2024. — Vol. 676. — P. 161006. — DOI: [10.1016/j.apsusc.2024.161006](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2024.161006).
3. *Efimov N., Sineelnikov D., Grishaev M., Nikitin I., Wang Y., Harutyunyan Z., Gasparyan Y.* On the possibility of quantitative W-Cr-Y analysis by grazing ion-surface scattering spectroscopy // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. — 2024. — Vol. 546. — P. 165177. — DOI: [10.1016/j.nimb.2023.165177](https://doi.org/10.1016/j.nimb.2023.165177).
4. *Wang Y., Harutyunyan Z., Gasparyan Y., Ogorodnikova O., Sineelnikov D., Efimov N., Tan X., Umerenkova A., Grishaev M.* Annealing effect on deuterium retention in W-Cr-Y alloy // Journal of Nuclear Materials. — 2024. — Vol. 593. — P. 154975. — DOI: [10.1016/j.jnucmat.2024.154975](https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2024.154975).
5. *Efimov N. E., Sineelnikov D. N., Kolodko D. V., Grishaev M. V., Nikitin I. A., Mosiakova A. S.* On the quantitative surface analysis of Au-Pd striped films using grazing angle ion scattering spectroscopy // Proceedings of the XXVII International Conference Ion-Surface Interactions. Vol. 1. — Ryazan, 2025. — P. 133–137.
6. *Nikitin I. A., Sineelnikov D. N., Efimov N. E., Grishaev M. V.* Analysis of the adsorbed protium and deuterium using scattered and recoiled ions // Proceedings of the XXVII International Conference Ion-Surface Interactions. Vol. 1. — Ryazan, 2025. — P. 138–140.

7. *Никитин И. А., Синельников Д. Н., Ефимов Н. Е., Гришаев М. В.* Анализ адсорбции протия и дейтерия на материалы ТЯУ с помощью ионного рассеяния и атомов отдачи // Материалы XXVIII конференции «Взаимодействие плазмы с поверхностью». Сборник научных трудов. — Москва : Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», 2025. — С. 65—68.
8. *Ефимов Н. Е., Синельников Д. Н., Гришаев М. В., Никитин И. А.* Учёт аппаратной функции электростатических энергоанализаторов при спектроскопии рассеяния ионов низких энергий // Тезисы докладов 53-й международной Тулиновской конференции по физике взаимодействия заряженных частиц с кристаллами. — Москва : «КДУ», 2024. — С. 118. — DOI: [10.31453/kdu.ru.978-5-00247-026-6-2024-194](https://doi.org/10.31453/kdu.ru.978-5-00247-026-6-2024-194).
9. *Синельников Д. Н., Гаспарян Ю. М., Гришаев М. В., Ефимов Н. Е., Никитин И. А.* Анализ изотопов водорода на поверхности вольфрама с помощью спектроскопии малоуглового ионного рассеяния // Материалы III Международной конференции «Проблемы термоядерной энергетики и плазменные технологии». Калужская обл., г. Таруса, 16 – 21 октября 2023 г. — М.:Издательский дом МЭИ, 2023. — С. 100—101.
10. *Efimov N. E., Sinelnikov D. N., Wang Y., Harutyunyan Z. R., Gasparyan Y. M., Grishaev M. V., Nikitin I. A., Tan X.* Quantitative analysis of the temperature driven chromium segregation in W-Cr-Y alloy by low energy ion scattering spectroscopy // Proceedings of the XXVI International Conference Ion-Surface Interactions. Vol. 1. — Yaroslavl, 2023. — P. 134–136.
11. *Никитин И. А., Синельников Д. Н., Ефимов Н. Е., Гришаев М. В.* О возможности количественного анализа концентраций элементов в обращенных к плазме материалах с использованием малоуглового LEIS // Материалы XXVI конференции «Взаимодействие плазмы с поверхностью». Сборник научных трудов. — Москва : Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», 2023. — С. 126—128.

12. Программа ISInCa для анализа результатов Монте-Карло моделирования взаимодействия атомов с поверхностью твёрдого тела : Свидетельство о регистрации программы для ЭВМ № 2024682709 РФ / И. А. Никитин, Д. Н. Синельников, М. В. Гришаев, Н. Е. Ефимов. — Заявл. 26.09.2024.
13. LEIS calculator для интерпретации энергетических спектров рассеянных на твёрдом теле ионов : Свидетельство о регистрации программы для ЭВМ № 2023662261 РФ / И. А. Никитин, Д. Н. Синельников, Н. Е. Ефимов, М. В. Гришаев. — Заявл. 07.06.2023.

Цитированная литература

14. *Cushman C. V., Brüner P., Zakel J., Major G. H., Lunt B. M., Smith N. J., Grehl T., Linford M. R.* Low energy ion scattering (LEIS). A practical introduction to its theory, instrumentation, and applications // *Anal. Methods*. — 2016. — Vol. 8, no. 17. — P. 3419–3439. — DOI: [10.1039/C6AY00765A](https://doi.org/10.1039/C6AY00765A).
15. *Brongersma H. H., Grehl T., Schofield E. R., Richard A. P., Hendrik R. J.* Analysis of the Outer Surface of Platinum-Gold Catalysts by Low-Energy Ion Scattering: Improved resolution allows selective analysis of mixed metal systems // *Platinum Metals Review*. — 2010. — Vol. 54, no. 2. — P. 81–87. — DOI: [10.1595/147106710X494358](https://doi.org/10.1595/147106710X494358).
16. *Brongersma H. H., Draxler M., Ridder M., Bauer P.* Surface composition analysis by low-energy ion scattering // *Surface Science Reports*. — 2007. — Vol. 62, no. 3. — P. 63–109. — DOI: [10.1016/j.surfrep.2006.12.002](https://doi.org/10.1016/j.surfrep.2006.12.002).
17. *Mutzke A., Schneider R., Eckstein W., Dohmen R., Schmid K., Toussaint U., Badelow G.* SDTrimSP Version 6.00 : tech. rep. / Max-Planck-Institut für Plasmaphysik. — Garching, 2019. — IPP 2019–02. — DOI: [10.17617/2.3026474](https://doi.org/10.17617/2.3026474).
18. *Ziegler J. F., Biersack J. P.* The Stopping and Range of Ions in Matter. — 1985. — DOI: [10.1007/978-1-4615-8103-1_3](https://doi.org/10.1007/978-1-4615-8103-1_3).
19. *Koborov N. N., Kuzovlev A. I., Kurnaev V. A., Remizovich V. S., Trifonov N. N.* Energy distributions of particles transmitted through free foils at oblique incidence // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. — 1997. — Vol. 129, no. 1. — P. 5–10. — DOI: [10.1016/S0168-583X\(97\)00124-9](https://doi.org/10.1016/S0168-583X(97)00124-9).
20. *Biersack J., Haggmark L.* A Monte Carlo computer program for the transport of energetic ions in amorphous targets // *Nuclear Instruments and Methods*. — 1980. — Vol. 174, no. 1. — P. 257–269. — DOI: [10.1016/0029-554X\(80\)90440-1](https://doi.org/10.1016/0029-554X(80)90440-1).

21. *Zhabrev G., Zhdanov S.* Restoration of a real energy distribution of particles passed through a spectrometer with a given instrument function // Zhurnal Tekhnicheskoy Fiziki. — 1979. — Vol. 49, no. 11. — P. 2450–2454.
22. *Kurnaev V. A., Urusov V. A.* Influence of the instrumental functions of electrostatic and magnetic analyzers on the processing of experimental data // Technical Physics. — 1997. — Vol. 42, no. 6. — P. 663–667. — DOI: [10.1134/1.1258598](https://doi.org/10.1134/1.1258598).
23. *Twomey S.* On the Numerical Solution of Fredholm Integral Equations of the First Kind by the Inversion of the Linear System Produced by Quadrature // Journal of the ACM. — 1963. — Vol. 10, no. 1. — P. 97–101. — DOI: [10.1145/321150.321157](https://doi.org/10.1145/321150.321157).