Введение

Разработка новых материалов для ядерной техники, микроэлектронике и других высокотехнологичных направления требует учета не только микроструктурных особенностей материала, но и информацию об атомном распределении химических элементов. Эти сведения составляют основу для описания радиационной стойкости, прочности и других макроскопических характеристик материалов. Кроме того, информация эволюции нано-размерных включений в материале применяется в интересах разработки и интерпретации новых эффектов на масштабе, близком к атомному.

Для контроля морфологии и химического состава наноразмерных объектов наилучшим образом подходит методика атомно-зондовой томографии (АЗТ). Практически все ведущие зарубежные ядерные центры оснащены такими приборами, включая аналитические центры крупных международных университетов (например, Окриджская национальная лаборатория (США), Оксфордский университет (Англия), Руанский университет (Франция), Институт технологий Карлсруэ (Германия), Университет Тохоку (Япония), Пекинский технологический университет (Китай) и др. [ref]). 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 иные методики анализа, например, электронная микроскопия (просвечивающая, сканирующая), малоугловое рассеяние нейтронов, позитронная аннигилляционная спектроскопия, Мёссбауэровская спектроскопия. При определенных условиях указанные методики могут обеспечивать практически атомарное разрешение (просвечивающая электронная микроскопия высоко разрешения) или иметь высокое разрешение по массе (вторично-ионная масс-спектрометрия). Но ни одна из этих методик не может позволить получить истинно трехмерное отображение структуры материала с разрешением, близким к атомарному, одновременно с определением химической природы каждого зарегистрированного атома [ref]. С помощью атомно-зондовой томографии возможно исследовать широкий спектр материалов, например: структуру и трехмерное распределение атомов для материалов полупроводниковой промышленности [ref] и биологические материалы, такие как коллагеновые структуры в кости [ref]. Также, с помощью данной методики, можно проводить сложный корреляционный анализ структуры и состава материалов, например, с помощью просвечивающей электронной микроспорией (ПЭМ и АЗТ исследуется один и тот же образец с карбидными включениями [ref].

В России, до недавних пор, инструментальная база для атомно-зондовых исследований была представлена всего двумя установками. Первая - в Институте Теоретической и Экспериментальной физики (сейчас является частью НИЦ "Курчатовский институт"). Это довольно старая установка, разработанная французскими учеными в 2000-х годах и ограниченная по своим возможностям. Вторая - в НИЦ "Курчатовский институт", уже современный комплекс АЗТ исследований, но имеющий рад ограничений: ограниченный перечень материалов, возможных для исследований; проприетарное программное обеспечение, отсутствие лазерного испарения. Столь малое количество установок АЗТ видится недостаточным для ряда амбициозных целей отечественных научно-исследовательских институтов и предприятий. В связи с этим создание современной установки АЗТ с лазерным испарением и разработка методик работы на данной установке видятся актуальными.

**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 атомно-зондовых исследований материалов, в том числе: методика определения условий исследований, методика сравнения исследований с помощью атомно-зондовой томографии на разных установках.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие **задачи**:

1. Разработать установку атомно-зондовой томографии с фемтосекундным лазерным испарением;
2. Разработать и ввести в эксплуатацию комплекс программ для контроля и управления установкой АЗТ;
3. Оценить качество атомно-зондовых данных, полученных на разработанной установке в сравнении с другой установкой АЗТ;
4. Разработать методику контроля условий испарения материала в процессе сбора данных по соотношению зарядностей алюминия в алюминиевых сплавах;
5. Проверить возможность сравнения АЗТ данных, полученных на разных установках
6. Разработать и внедрить метод коррекции базового метода восстановления атомно-зондовых данных;
7. Апробация установки при исследовании алюминиевого сплава;
8. Демонстрация возможностей разработанной установке по исследованию среднеуглеродистой стали и высокопрочной экономнолегированной стали.

**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. На созданной установке впервые в России проведены исследования алюминиевых сплавов с помощью атомно-зондовой томографии. Разработаны методики контроля и воспроизводимости условий испарения. Предложена оригинальная методика коррекции 3D восстановления АЗТ данных. Показаны возможности установки по исследованию различных материалов, в том числе продемонстрирована возможность прецизионной характеризации таких объектов как: зоны Гинье-Перстона, радиационно-индуцированные кластеры, карбиды. Показана возможность применения АЗТ методики при исследовании среднеуглеродитсых и экономнолегированных сталей с целью получения уникальной информации о структуре и составе материалов.

**Научная и практическая значимость.** Созданная установка АЗТ позволила провести ряд уникальных исследований структуры и состава материалов в рамках исследования радиационной стойкости материалов ядерной техники. Полученный опыт при разработке установки позволит модернизировать имеющиеся атомно-зондовые томографы с полевым испарением и разрабатывать новые томографы в интересах научных институтов атомной отрасли России. Были проведены исследования для прогноза радиационной стойкости перспективных дисперсно-упрочненных оксидами (ДУО) сталей. Данные работы могут иметь практическое значение для научных организаций: ВНИИНМ им. Бочвара, ЦНИИКМ <<Прометей>>, НИТУ МИСиС, ГК Росатом. Разработанная установка применялась для получения уникальных результатов в работах по грантам РНФ (№23-79-10147, №20-79-10373, №22-29-01279, №17-19-01696), РФФИ, МИФИ СНИ.

**Основные положения, выносимые на защиту:**

1. Первая в России установка атомно-зондовой томографии с фемтосекундным лазерным испарением отвечающий основным требования, предъявляемым методом атомно-зондовой томографии к конфигурации и работе оборудования, позволяет 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. Разработана методика контроля условий испарения для разных атомно-зондовых томографах с использованием метрики соотношения зарядностей одно- и двухзарядных пиков алюминия для алюминиевых сплавов, тем самым, повышая качество и воспроизводимость результатов исследований.
4. Методика сопоставления и сравнения условий испарения на разных установках атомно-зондовой томографии с использованием метрики соотношения зарядностей основного химического элемента материала демонстрирует возможность проводить и сопоставлять АЗТ данные, полученные на разных установках АЗТ.
5. 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 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
* О сплаве алюминия (ожидает согласования с МИСиС)

**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. Результаты в части характеристик установки (пространственное разрешение и разрешение по массе) находятся в соответствии с результатами, полученными другими авторами.

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

* Международная конференция «APT$\&$M» (Германия, Штутгарт, 2014);
* Международная конференция «7th European Atom Probe Workshop» (Швеция, Гётеборг, 2017);
* 10-ы и 11-ый Международного Уральского семинара «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);
* 12-ая, 13-ая, 14-ая Курчатовская молодежная школа (Россия, Москва, 2014, 2016, 2017);
* 2-я Всероссийская научно-практическая конференция «Научное приборостроение – современное состояние и перспективы развития» (Россия, Казань, 2018);
* Международная конференция 10th European Atom Probe Workshop (Германия, Дюссельдорф, 2018);
* Международная конференция European Atom Probe Tomography Workshop (Франция, Руан, 2019);
* 8-ая 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);
* ХV 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);

Основное содержание работы и её результаты опубликованы в 9 печатных работах, из них 6 публикаций в изданиях, рекомендованных ВАК РФ, в том числе 5 статей, входящих в базы данных Scopus и Web of Science, и 3 тезисов в сборниках трудов российских и международных научных конференциях.

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

**Объем и структура работы.** Диссертация состоит из введения, 4 глав, заключения и 2 приложений. Полный объем диссертации составляет 120 страниц, включая 51 рисунок и 15 таблиц. Список литературы содержит 79 наименований.