<u>ΥCΠΕΧΗ ΦИЗИЧЕСКИХ НАУК</u>

ПРИБОРЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Применение микро- и нанозондов для анализа малоразмерных 3D материалов, наносистем и нанообъектов

А.Д. Погребняк, А.Г. Пономарев, А.П. Шпак, Ю.А. Куницкий

Рассмотрены физические основы взаимодействия ионов с веществом в твёрдой фазе, особое внимание уделено образованию продуктов взаимодействия ионов с атомами исследуемых веществ. Описаны процессы модификации высокоомных (резистивных) материалов и их использование в технологии малоразмерных 3D структур. Изложены современные тенденции развития и проблемы усовершенствования ядерного сканирующего микрозонда. Описано применение медленных позитронов для диагностики материалов и рассмотрена позитронная микроскопия и микрозондирование. Раскрыты возможности ближнеполевой сверхвысокочастотной (СВЧ) микроскопии для диагностики сверхпроводящей керамики и микроволновой микроскопии в применении к нанотехнологиям. В качестве примеров рассмотрено использование микро- и нанозондов для анализа нанообъектов (например клеток зелёных водорослей с пространственным расположением микроэлементов), при разработке топологии интегральных микросхем в наноэлектронике и другие применения. Показана роль железа в патогенезе болезни Паркинсона, которая является предметом исследований в нейрохимии.

PACS numbers: 07.78.+s, 78.70.Bj, 81.16.Ta, 81.40.-x

DOI: 10.3367/UFNr.0182.201203d.0287

Содержание

- 1. Введение (287).
- 2. Ядерный сканирующий микрозонд (289).

2.1. Физические механизмы взаимодействия лёгких энергетических ионов с веществом в твёрдой фазе. 2.2. Физические основы ядерного сканирующего микрозонда. 2.3. Высоковольтная ионная пушка ядерного сканирующего микрозонда. 2.4. Зондоформирующие системы ядерного сканирующего микрозонда.

 Локальный микроанализ с применением ядерного сканирующего микрозонда (296).

3.1. Метод характеристического рентгеновского излучения, индуцированного ионами пучка. 3.2. Методы резерфордовского обратного рассеяния и регистрации ядер отдачи. 3.3. Метод мгновенного излучения при ядерных реакциях. 3.4. Метод регистрации заряда, индуцированного ионным пучком. 3.5. Метод

А.Д. Погребняк. Сумской государственный университет, ул. Римского-Корсакова 2, 40007 г. Сумы, Украина Сумской институт модификации поверхности, ул. Роменская 87, 40030 г. Сумы, Украина E-mail: alexp@ekt.sumdu.edu.ua, alexp@i.ua А.Г. Пономарев. Сумской государственный университет, ул. Римского-Корсакова 2, 40007 г. Сумы, Украина А.П. Шпак, Ю.А. Куницкий. Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины, бульвар Академика Вернадского 36, 03680 г. Киев-142, Украина

Статья поступила 8 февраля 2011 г., после доработки 14 апреля 2011 г. регистрации люминесценции, индуцированной ионным пучком. 3.6. Методы, основанные на воздействии одиночных ионов.

 Модификация материалов для создания малоразмерных 3D структур (300).

4.1. Наноштамповка. 4.2. Биофизика и медицина. 4.3. Микрофотоника и микрооптика.

 Использование медленных позитронов для диагностики материалов (302).

5.1. Источник позитронов и замедление. 5.2. Измерение доплеровского уширения аннигиляционного пика. 5.3. Системы наведения пучка позитронов. 5.4. Методики измерений. 5.5. Расчёт профилей распределения дефектов по глубине. 5.6. Позитронная микроскопия и микрозондирование. 5.7. Принципы получения позитронных пучков. 5.8. Экспериментальные результаты, полученные с помощью импульсного пучка. 5.9. Сканирующий позитронный микроскоп.

Ближнеполевая СВЧ-диагностика материалов и сред (313).
 6.1. Принципы работы микроволнового микроскопа. 6.2. Характеристики микроволнового микроскопа. 6.3. Изображения.
 Заключение (318).

Список литературы (319).

1. Введение

Согласно прогнозам ведущих экспертов, к середине XXI в. планируется значительный рывок в использовании наноматериалов и нанотехнологий в авиации, космосе, химической, машиностроительной, автомобильной промышленности, а также в медицине, биологии, экологии. В связи с этим встаёт задача диагностики

[УФН 2012

свойств наноматериалов и нанообъектов и прогнозирования их свойств в условиях различных применений. Можно обозначить два пути развития методов анализа:

1. Создание новых экспресс-методов для получения информации на атомном и субатомном уровне.

2. Реконструкция (или расширение) возможностей уже известных методов, хорошо себя зарекомендовавших в получении информации на микроуровне.

Традиционных методов анализа на субструктурном (нано-) уровне, таких как высокоразрешающая просвечивающая электронная микроскопия (HRTEM), атомносиловая, сканирующая туннельная и магнитная микроскопия, сейчас уже недостаточно для получения полной информации о нанообъекте на субатомном уровне. В связи с этим необходимо расширение новых функциональных возможностей и повышение пределов обнаружения уже имеющихся методов ядерно-физического анализа, включая, в первую очередь, анализ нанообъектов (размером в несколько ангстрем), например, на уровне одной клетки, в режиме ускорения одного иона. Поэтому использование ядерных микро- и нанозондов, а также импульсных растровых и просвечивающих позитронных микроскопов, микроволновой микроскопии позволит получить достоверную информацию о нанообъектах, наноразмерных частицах и клетках, что предоставит учёным больше возможностей целенаправленно изменять свойства наноматериалов, нанообъектов, наночастиц и наносистем.

Проведение исследований различных свойств материалов и объектов, структурированных в микро- и наноразмерных масштабах, и их диагностика, а также возможность создавать такие малоразмерные структуры является одним из приоритетных направлений современной науки и технологии. В связи с этим стоит задача создания новых видов аппаратурных комплексов (АК) и методов, которые могли бы обеспечить как анализ микроструктуры и элементного состава новых наноматериалов и нанообъектов, так и технологию их изготовления. Среди широкого многообразия физических принципов, на основе которых разрабатываются новые АК, особое внимание уделяется использованию сфокусированных пучков заряженных частиц. В первую очередь, это связано с тем, что нижний предел размеров сфокусированного пучка в настоящее время лежит в нанометровом и субнанометровом диапазонах. Поэтому по результатам детектирования продуктов взаимодействия частиц пучка с веществом можно получать информацию о микроструктуре и элементном составе исследуемых объектов или локально модифицировать их физические и химические свойства в наномасштабе для дальнейшей обработки облучённых областей с целью создания малоразмерных структур.

Аппаратурные комплексы, основанные на сфокусированных электронных пучках, воплощены в растровых (SEM — scanning electron microscope) и сканирующих просвечивающих электронных микроскопах (STEM scanning transmission electron microscope), а также в АК для электронной литографии (EPL — electron probe lithography). Процессы формирования пучков здесь достаточно хорошо изучены и основываются на аксиальносимметричных зондоформирующих системах. Для улучшения параметров АК необходимо применение различных типов мультипольных корректоров аберраций и энергетических фильтров. На базе этих аппаратурных комплексов развиты методы электронного зондового микроанализа (EPMA — electron probe microanalyzer) структуры и элементного состава исследуемых образцов: энергодисперсионная (EDS — energy dispersive spectrometer) и волновая дисперсионная (WDS — wavelength dispersive spectrometer) спектроскопия [1], ожеэлектронная спектроскопия [2], спектроскопия энергетических потерь электронов (EELS — electron energy loss spectroscopy) [3], изображение Z-контраста [4] и др. Наряду с очень высоким разрешением (разрешение некоторых методов находится на атомарном уровне) существуют принципиальные физические ограничения, связанные с особенностями электронных пучков. Сильное рассеяние пучка электронов на электронах атомарных образований исследуемых объектов приводит к необходимости применения тонких образцов для сохранения пространственного разрешения и чувствительности, что вызывает определённые вопросы о репрезентативности данных для таких образцов по отношению к реальным материалам. В случае регистрации характеристического рентгеновского излучения. инлушированного электронным пучком (EDS, WDS), образуется высокий тормозной фон, который снижает чувствительность микроанализа. Создание непризматических низкоразмерных 3D структур методом EPL также затруднено, что связано с рассеянием электронов в высокоомных материалах, образованием вторичных электронов с достаточно высокой энергией и внесением дополнительной дозы облучения на краях прошедшего пучка.

Сфокусированные пучки тяжёлых ионов низких энергий применяются в АК вторичной ионной массспектрометрии (SIMS — secondary-ion mass spectrometry). Формирование пучков обеспечивается с помощью аксиально-симметричной электростатической оптики. Здесь характерным механизмом взаимодействия пучка с веществом является рассеяние падающих ионов на ядрах атомов исследуемого образца [5, 6]. За счёт передачи импульса ионов пучка атомам приповерхностного слоя материала происходит их переупорядочение, что приводит к химическим и структурным изменениям, таким как распыление атомарных, молекулярных или кластерных образований. Так, например, скорость распыления для пучка ионов Ga с энергией 30 кэВ составляет от 1 до 10 атомов мишени на падающий ион в зависимости от типа материала. Обладая высоким пространственным разрешением и высокой чувствительностью, метод, однако, является разрушающим и полуколичественным.

На основе такого краткого рассмотрения можно сделать заключение, что большинство методов микроанализа позволяет проводить исследования локальных свойств поверхностных слоёв наноматериалов, наносистем и нанообъектов либо специально подготовленных тонких образцов, что определяет 2D геометрию исследуемой области. Для исследования массивных 3D образцов наиболее распространённым является метод ЕРМА, который имеет пределы обнаружения на уровне 100 миллионных долей (ppm) и пространственного разрешения ≈ 1 мкм, что обусловлено физическими механизмами прохождения электронов сфокусированного пучка в веществе. Поэтому в настоящем обзоре рассматриваются методы, базирующиеся на других типах пучков заряженных частиц и СВЧ-излучении, которые позволяют повысить пространственное разрешение и чувствительность анализа малоразмерных 3D наноматериалов, наносистем и нанообъектов.

2. Ядерный сканирующий микрозонд

Одним из сравнительно новых АК, предназначенных для исследований структуры и элементного состава образцов и прямого экспонирования протонным пучком (PBW proton beam writing), является ядерный сканирующий микрозонд (ЯСМЗ) [7, 8], в котором используется сфокусированный пучок лёгких ионов (водорода и гелия) с энергией в несколько мегаэлектронвольт. Такой пучок, проходя через исследуемый образец, претерпевает лишь незначительное поперечное расширение и проникает на глубину до нескольких десятков микрометров, при этом тормозной фон имеет очень низкий уровень. Поэтому пространственное разрешение в ядерном сканирующем микрозонде определяется размерами зонда на поверхности образца, а чувствительность микроанализа ряда ядерно-физических методов находится на уровне 1 ррт. Это позволяет исследовать приповерхностные слои толстых образцов без уменьшения пространственного разрешения и чувствительности. За свою 40-летнюю историю ЯСМЗ нашёл широкое применение в различных областях: в материаловедении [9-11], микроэлектронике [12], геологии [13], ботанике [14], биофизике и медицине [15-17], археологии и исследованиях предметов искусства [18], окружающей среды [19, 20], микроимплантации [21, 22], технологии изготовления 3D микро- и наноразмерных структур [23, 24] и др.

Для того чтобы лучше представить особенности и потенциальные возможности ЯСМЗ, стоит рассмотреть процессы, которые происходят при прохождении энергичных ионов (ионов МэВ-ных энергий) в веществе.

2.1. Физические механизмы взаимодействия лёгких энергетических ионов с веществом в твёрдой фазе

Лёгкие ионы с энергией несколько мегаэлектронвольт могут взаимодействовать как с электронами, так и с ядрами атомов материала образца. Однако на первой половине пути иона вероятность взаимодействия иона с электронами на несколько порядков выше, чем вероятность рассеяния на ядрах атомов [25]. Из-за большого различия в массах частиц ионно-электронные взаимодействия не могут значительно изменить траекторию движения падающего иона, которая мало отличается от прямой линии, что видно из рис. 1а. Так как энергия, теряемая ионом при такого рода взаимодействиях, мала, что связано с необходимостью сохранения количества движения, то до тех пор, пока ион полностью не потеряет свою кинетическую энергию, могут произойти тысячи взаимодействий с электронами атомов материала. Свойство равномерной отдачи энергии по мере продвижения иона определяет практически однородное распределение привнесённой дозы по глубине. По мере потери энергии и, следовательно, уменьшения скорости движения иона вероятность его взаимодействия с ядрами атомов материала увеличивается и происходит заметное искривление траектории иона (рис. 1а). Отличительной особенностью пучков лёгких ионов средних энергий по сравнению с электронными пучками является практическое отсутствие вторичных электронов с энергией, способной значительно повлиять на дозу облучения материала (эффект близости). Глубина проникновения иона для выбранного материала зависит от его энергии и строго определена, что является важным свойством и позволяет создавать многоуровневые трёхмерные объекты в однослойных высокоомных материалах. Расчёты с применением численного кода SRIM [26] показывают, что протоны с энергией 2 МэВ, двигаясь, например, в Si, имеют глубину проникновения ≈ 50 мкм с отклонением от оси на уровне 3 мкм в конце своего пути.

Ионы пучка, обладая достаточной энергией, могут по мере своего движения производить смещения атомов в кристаллической решётке Si, что приводит к изменению локальных электрических свойств вдоль траектории ионов. Как видно из рис. 16, наибольшая часть энергии ионов теряется в конце пути, образуя тем самым большое количество вакансий. Такие повреждения массива Si могут использоваться в двух направлениях. Первое заключается в создании малоразмерных 3D структур, которые получаются в процессе облучения определённой области сфокусированным пучком лёгких ионов МэВ-ных энергий с достаточной дозой, чтобы в процессе электрохимического травления пористый кремний образовывался только в необлучённой области. По завершении травления образец помещается в раствор КОН, в котором пористый кремний удаляется, оставляя



Рис. 1. Характеристики прохождения ионов H⁺ с энергией 2 МэВ в массиве Si: (а) траектории ионов, (б) образование вакансий на единицу длины по глубине [27], (в) вторичные продукты взаимодействия ионов пучка с образцом.

только облучённую область. Более подробно этот процесс изложен в работе [27]. Другой путь применения облучённой области Si основан на образовании в конце пути ионов заглублённой области с увеличенным показателем преломления вследствие высокой плотности вакансий (рис. 16).

Кроме внутренних изменений структуры массивных образцов материалов, обладающих резистивными свойствами, взаимодействие с ионами пучка приводит к образованию ряда вторичных продуктов, которые в результате детектирования дают информацию о локальном элементном составе области сканирования. На рисунке 1в показаны вторичные продукты, такие как характеристическое ренттеновское излучение (PIXE — particle induced X-ray emission), индуцированное ионами пучка, продукты ядерных реакций (n, p, γ - и α -частицы), обратно рассеянные ионы (RBS — Rutherford backscattering) на ядрах атомов, вторичные и оже-электроны, излучение в видимой области спектра.

2.2. Физические основы

ядерного сканирующего микрозонда

В основе ядерного сканирующего микрозонда лежит ряд устройств и систем, базирующихся на различных физических принципах. На рисунке 2 приведена традиционная схема размещения основных элементов микрозонда. Здесь пучок ионов создаётся, как правило, с помощью плазменного источника ионов. Ускорение пучка до требуемой энергии в несколько мегаэлектронвольт осуществляется в электростатическом ускорителе. Для выбора определённого сорта ионов применяется анализирующий магнит с щелевым устройством на выходе. Формирование пучка в ЯСМЗ производится с помощью управляющих электромагнитных полей. Сама система, обеспечивающая формирование пучка в зонд, называется зондоформирующей (ЗФС). Здесь предварительно сформированный пучок с помощью объектного и углового коллиматоров формируется в зонд при помощи системы фокусировки, которая состоит из набора активных ионно-оптических элементов, таких как квадрупольные линзы или сверхпроводящий соленоид. Для изменения положения зонда на поверхности образца применяются сканирующие системы двух типов механическая или электромагнитная, которые осуществляют смещение либо исследуемого образца, либо зонда соответственно.

Традиционная схема ЯСМЗ сложилась исторически. Когда основные задачи ядерной физики по определению ядерных констант с применением электростатических ускорителей были решены, а интересы физики пучков заряженных частиц переместились в область высоких энергий, одним из приложений электростатических ускорителей стал микроанализ на ионных пучках. При локальном облучении биообъектов с применением анализа ядерных реакций для увеличения плотности пучка с целью уменьшения облучаемой области возникла потребность в фокусировке пучков лёгких ионов МэВ-ных энергий, что в дальнейшем и определило название "ядерный микрозонд". По существу, это была некоторая приставка или, как его принято называть, канал электростатического ускорителя. Историческая справка по развитию ЯСМЗ в первой половине его существования дана одним из патриархов этого направления в физике Дж. Легом (G.J.F. Legge) [28].



Рис. 2. Традиционная схема расположения элементов и систем в ЯСМЗ [9].

Проводя аналогию с аппаратурными комплексами, каковыми являются высоковольтные электронные микроскопы, можно сделать заключение, что электростатический ускоритель с источником ионов и анализирующий магнит в совокупности выполняют в ЯСМЗ функцию высоковольтной ионной пушки. Основным требованием, которое предъявляется как к электронным, так и к ионным пушкам, направленным на их усовершенствование, является повышение яркости и стабильности тока пучка и уменьшение энергетического разброса заряженных частиц в пучке. Зондоформирующие системы должны иметь высокий аксептанс, приведённый к размеру зонда, который напрямую связан с высоким коэффициентом уменьшения D (или коэффициентом масштабирования характеристикой, аналогичной используемой для оптического микроскопа) при низких аберрациях. Эти требования определяют тенденции развития методов формирования пучка в ЯСМЗ, которые базируются на традиционной схеме расположения основных элементов. При этом основными факторами, определяющими пространственное разрешение микрозонда (минимальные размеры зонда при заданной величине тока), являются:

• яркость источника ионов,

• энергетический разброс частиц в пучке на выходе из ускорителя,

• качество элементов ЗФС,

• выбор оптимальных параметров ЗФС,

• влияние внешних паразитных электромагнитных полей,

• величина вакуума, вибрации и др.

2.3. Высоковольтная ионная пушка ядерного сканирующего микрозонда

Ускорение пучков заряженных частиц реализовано в настоящее время с применением различных подходов,

направленных на создание ускоряющего напряжения. Главная задача ускорителя заряженных частиц — обеспечить требуемую энергию пучка с высокой яркостью и малым энергетическим разбросом частиц; в противном случае хроматические аберрации фокусирующих элементов не позволят создать зонд необходимых размеров.

Электростатические ускорители можно классифицировать по типу зарядного устройства высоковольтного терминала — кондуктора. Ускорители типа Ван-де-Граафа содержат ленточную систему транспортировки зарядов [29]. На ленту, имеющую резиновую или синтетическую основу, наносится положительный заряд. Этот заряд транспортируется в область расположения высоковольтного терминала, где осуществляется его съём. Недостатком такого механизма являются трудности динамического управления съёмом заряда, что приводит к временной нестабильности потенциала кондуктора и, в свою очередь, ограничивает энергетический разброс частиц в пучке на уровне $\Delta E/E \sim 10^{-3}$. Нестабильность тока находится на уровне $\pm 10-30\%$ [30, 31] и не оказывает особого влияния на разрешающую способность, однако этот параметр важен при нормализации заряда для количественного анализа и получения контрастного изображения поверхности образца во вторичных электронах. В этом случае изображение получается неровным по яркости, так как невозможно с достаточной точностью контролировать заряд, пришедший с ионами пучка.

В ускорителях компании NEC (National Electrostatic Corporation, США) применяется зарядное устройство индукционного типа (Peletron), при этом удаётся улучшить разброс по энергии до $\Delta E/E \sim 10^{-4}$ [32, 33]. Одним из главных недостатков обоих типов ускорителей является механический принцип транспортировки зарядов, что сопряжено с вибрациями, которые могут ограничивать возможности достижения высокого разрешения ядерного микрозонда.

На сегодняшний день наиболее перспективными для микрозондовых приложений являются ускорители, построенные по принципу зарядки высоковольтного терминала Кокрофта – Уолтона [34]. Этот подход базируется на использовании электронной схемы умножения высокого напряжения, в которой отсутствуют движущиеся механизмы, а следовательно, отсутствуют вибрации от самого ускорителя. В настоящее время компанией HVEE (High Voltage Engineering Europe, Голландия) разработан высокостабильный электростатический ускоритель SingletronTM с максимальным напряжением на кондукторе 3,5 МэВ [35], который обеспечивает энергетический разброс частиц пучка $\Delta E/E \sim 10^{-5}$, что практически снимает проблему хроматических аберраций.

Основной характеристикой источника ионов в ускорителях является его яркость, определяемая как плотность тока в единичном телесном угле. Величина полного тока на поверхности образца или мишени равна произведению приосевой яркости пучка ионов на его поперечный фазовый объём, который зондоформирующая система в состоянии транспортировать в плоскость мишени с минимальными размерами пятна. Поэтому для получения наибольшего тока пучка при максимально достижимом поперечном фазовом объёме в ускорителях с каналом — ядерным микрозондом применяются источники ионов с наибольшей яркостью. Для электростатических ускорителей широкое применение нашли ВЧ-источники.

В настоящее время продолжается поиск новых физических принципов и технических решений по модернизации ВЧ-источников с целью повышения их яркости. Так, на штатном ВЧ-источнике в Институте прикладной физики НАН Украины (ИПФ НАНУ) была установлена система кольцевых постоянных самарий-кобальтовых магнитов, создающих такую конфигурацию магнитного поля, благодаря которой яркость источника увеличивается более чем в три раза и составляет около 10 пА мкм⁻² мрад⁻² МэВ⁻¹. За счёт применения специальной конфигурации магнитного поля и оптимизации системы экстракции и транспортировки пучка удалось увеличить приосевую яркость ВЧ-источника более чем на порядок [36-38]. Однако эти данные показывают, что современные ВЧ-источники пока уступают по величине яркости электронным пушкам минимум на два порядка.

Кроме ВЧ-источников, для применения в ЯСМЗ рассматривались и другие источники, построенные на других принципах с целью кардинально увеличить яркость пучка и вывести её на уровень яркости источников электронов. Жидкометаллические источники ионов (LMIS — liquid-metal ion source) с яркостью на уровне 10^6 пА мкм⁻² мрад⁻² МэВ⁻¹ неприменимы для ряда методов микроанализа из-за необходимости значительно увеличивать энергию для обеспечения аналогичных условий взаимодействия с атомами исследуемого образца для ионов водорода и гелия. В работе [39] было рассмотрено применение LMIS с ионами Ga⁺ при создании микрозонда с энергией пучка 500 кэВ для модификации материалов микроэлектроники. Однако малый ток такого источника и большой угол расходимости первичного пучка накладывают очень жёсткие условия на оптику всей установки, связанные с величиной аберраций, которые не удалось преодолеть, поэтому значительного улучшения разрешения получено не было.

Результаты многочисленных исследований, посвящённых газовым полевым источникам ионов (GFIS gas field ion source) [40, 41], которые имеют фантастическую яркость 10^9 пА мкм⁻² мрад⁻² МэВ⁻¹, показывают, что непосредственное применение этих источников в ЯСМЗ затруднено некоторыми техническими условиями: температура < 77 К, давление ≤ 10⁻¹⁰ торр. Создание таких условий в высоковольтной части электростатического ускорителя под кондуктором, который к тому же расположен в среде изолирующего газа под высоким давлением, практически неосуществимо. Общие требования, которые предъявляются к высокояркостным источникам с целью их использования в электростатических ускорителях, в применении к ЯСМЗ изложены в работах [42, 43]. Здесь, в частности, отмечается необходимость самого тщательного анализа ионной оптики, так как углы расходимости пучка у этих источников могут быть значительными, что повышает влияние сферических аберраций на условия транспортировки пучка в ускорительном тракте и первичное формирование его на входе в ЗФС.

Следует также отметить использование циклотронов в качестве ускорителей ионной пушки ЯСМЗ. Несмотря на малую яркость пучка, производимого источниками ионов на основе электронно-циклотронного резонанса, такое применение циклотрона было впервые продемонстрировано в Амстердаме в 1979 г. [44]. В настоящее время циклотрон наиболее успешно применяется в Такасаки, Япония (JAEA AVF cyclotron) с использованием тяжёлых ионов для исследований в области биологии и микроэлектроники; в основном это задачи с одиночными ионами. В результате модернизации циклотрона достигнуто энергетическое разрешение на уровне 0,02% для протонов с энергией 90 МэВ и 0,05% для ионов 20 Ne⁺⁷ с энергией 260 МэВ [45, 46].

2.4. Зондоформирующие системы ядерного сканирующего микрозонда

Зондоформирующие системы пучков заряженных частиц относятся к концентрирующим ионно-оптическим системам, в которых не ставится задача получения правильного изображения наблюдаемого объекта. Основным требованием, предъявляемым к ЗФС, является обеспечение необходимых размеров зонда с током пучка, достаточным для проведения экспериментальных исследований. Постановка задачи минимизации размеров зонда, определяющих разрешающую способность, и получения максимальной величины тока пучка в зонде, что напрямую связано с чувствительностью применяемых методов микроанализа, является противоречивой. Уменьшение размеров зонда может быть реализовано за счёт уменьшения тока пучка, и, наоборот, увеличение тока в зонде сопровождается ростом его размеров.

ЗФС можно классифицировать в зависимости от методов формирования пучка в них как пассивные и активные. Самой простой и примитивной схемой пассивной ЗФС является система из двух диафрагм, осуществляющих коллимирование пучка (рис. 3а). Здесь отверстие первой диафрагмы задаёт размеры объекта, поэтому первая диафрагма называется объектным коллиматором. Вторая диафрагма ограничивает углы расходимости пучка, поэтому, по аналогии со световой оптикой, называется апертурой или, исходя из её предназначения, — угловым коллиматором. Такие системы коллиматоров были первыми пассивными ЗФС ЯСМЗ и использовались для микроанализа с применением метода резонансных ядерных реакций [47, 48] с размерами зонда ~ 100 мкм.

Для увеличения плотности тока в зонде естественным является применение активных ионно-оптических элементов, обеспечивающих фокусировку пучка (рис. 3б). В такой схеме зондоформирующая система ядерного микрозонда состоит из объектного и углового коллиматоров, которые формируют исходное фазовое множество пучка, и из набора линзовых устройств, представляющих собой фокусирующую систему (ФС). Процесс формирования зонда состоит в преобразовании фазовых координат частиц пучка из плоскости объектного коллиматора в плоскость изображения (исследуемого образца) в соответствии с приближённым решением траекторных нелинейных дифференциальных уравнений, описывающих динамику пучка в электрических и/или магнитных полях с различными типами симметрии. В соответствии с теорией аберраций в оптике заряженных частиц это решение имеет вид

$$x_{t} \approx \frac{x_{ob}}{D_{x}} + \left\langle \frac{x}{x'\delta} \right\rangle x'_{ob}\delta + \sum_{\substack{i,j \\ 2 \leqslant i+j \leqslant 3}} \left\langle \frac{x}{x'^{i}y'^{j}} \right\rangle x'^{i}_{ob}y'^{j}_{ob},$$

$$y_{t} \approx \frac{y_{ob}}{D_{y}} + \left\langle \frac{y}{y'\delta} \right\rangle y'_{ob}\delta + \sum_{\substack{i,j \\ 2 \leqslant i+j \leqslant 3}} \left\langle \frac{y}{x'^{i}y'^{j}} \right\rangle x'^{i}_{ob}y'^{j}_{ob},$$
(1)

где $(x_{ob}, y_{ob}, x'_{ob}, y'_{ob})$ — фазовые координаты частиц пучка в плоскости объектного коллиматора, (x_t, y_t) — координаты отклонения частиц от оси в плоскости образца (мишени), δ — разброс частиц по импульсу, $D_{x(y)}$ коэффициенты уменьшения ЗФС, $\langle x/x'\delta \rangle$, $\langle y/y'\delta \rangle$ хроматические аберрации, $\langle x/x'iy'j \rangle$, $\langle y/x'iy'j \rangle$ — собственные и паразитные сферические аберрации ЗФС.

Соотношение (1) справедливо для стигматической фокусировки пучка и в случае, когда вклад прочих геометрических и паразитных аберраций мал по сравнению с хроматическими, собственными и паразитными сферическими аберрациями, что присуще ЗФС ЯСМЗ. Из выражений (1) видно, что ЗФС с большими значениями D способны обеспечить малый размер зонда при достаточно больших размерах объектного коллиматора. Однако системы с высокими D имеют и бо́льшие аберрации, что приводит к необходимости уменьшения углового коллиматора. Эта противоречивость зондоформирующих систем ядерных микрозондов приводит к необходимости поиска решений, которые позволили бы увеличить коэффициенты уменьшения при незначительном росте аберраций. Поэтому существует большое многообразие активных ЗФС, в которых применяемые методы формирования зонда основываются на использовании активных элементов в различных комбинациях. Это позволяет изменять ионно-оптические свойства ЗФС и влиять на разрешающую способность ЯСМЗ.

2.4.1. Зондоформирующая система на основе сверхпроводящего соленоида. Сравнительный анализ фокусирующих свойств магнитных аксиально-симметричных линз, которые используются в установках SEM, показывает ограниченность их применения для пучков лёгких ионов с энергией несколько мегаэлектронвольт [8]. При этом оценка проводилась по величине магнитной индукции $B^2 \sim mT/q^2$, необходимой для обеспечения фокусировки пучка заряженных частиц с энергией *T*, массой *m* и зарядом *q*. Для достижения параметров, по порядку величины близких к характеристикам электронного зонда, необходимая величина магнитной индукции при использовании пучка протонов с энергией 1МэВ должна превышать более чем на порядок предел насыщения





(~ 2,5 Тл) даже для специальных магнитных материалов. Недостаточная величина магнитной индукции не позволяет сделать рабочее расстояние g менее 20 см для соленоидов, не имеющих сверхпроводящих элементов, что в свою очередь ограничивает величину коэффициента уменьшения на уровне десяти [49].

Применение сверхпроводящих соленоидов несколько улучшает характеристики аксиально-симметричных ионно-оптических элементов, которые могут быть использованы в ЗФС ЯСМЗ. В настоящее время сверхпроводящий соленоид в качестве активного фокусирующего элемента применяется на ЯСМЗ в г. Бохуме, Германия [50, 51]. Разрешение, полученное на этой установке, составило 0.6×0.7 мкм при токе протонного пучка $I \approx 100$ пА и энергии 3 МэВ. Длина ЗФС около 6 м, максимальный коэффициент уменьшения D = 80 при минимальном рабочем расстоянии g = 7,5 см и максимальном значении магнитной индукции B = 8 Тл. В качестве ионной пушки здесь применяется тандемный электростатический ускоритель с зарядным устройством типа Dynamitron, который имеет максимальное напряжение 4 MB и обеспечивает яркость пучка протонов b = 1,5 пА мкм⁻² мрад⁻² МэВ⁻¹ с энергетическим разбросом частиц в пучке $\Delta E/E = 5 \times 10^{-4}$. Однако, несмотря на достаточно хорошие параметры ЯСМЗ, у ЗФС на основе сверхпроводящего соленоида есть ограничения по применимости некоторых методов анализа в связи с большими рассеянными магнитными полями.

2.4.2. Мультиплеты квадрупольных линз. Другими активными ионно-оптическими элементами для формирования пучка в ЯСМЗ, привлекающими внимание физиков, являются квадрупольные линзы. Такие линзы обеспечивают сильную фокусировку, так как фокусирующее поле направлено перпендикулярно оси пучка, в отличие от линз с аксиальной симметрией, где фокусирующее действие оказывает только тангенциальная составляющая поля. Оптическая сила электростатической и магнитной квадрупольных линз определяется безразмерным возбуждением полюсных наконечников кЕ и кМ соответственно. Оптическая сила магнитной квадрупольной линзы (МКЛ) зависит от геометрических и физических параметров как самой линзы, так и пучка, в то время как у электростатического квадруполя оптическая сила зависит только от геометрических и физических параметров линзы:

$$\kappa_{\rm M} = L_{\rm eff} \left(\frac{q}{\sqrt{2mT}} \frac{B_{\rm p}}{r_{\rm a}} \right)^{1/2},\tag{2}$$

$$\kappa_{\rm E} = \frac{L_{\rm eff}}{r_{\rm a}} \left(\frac{V_{\rm p}}{V}\right)^{1/2},\tag{3}$$

где $L_{\rm eff}$ — эффективная длина поля линзы, q, m, T, V — заряд, масса, энергия частиц и разность потенциалов, пройденная частицами пучка соответственно, $B_{\rm p}$ — магнитная индукция на полюсе магнитного квадруполя, $V_{\rm p}$ — потенциал полюса электростатического квадру-поля, $r_{\rm a}$ — радиус апертуры линзы.

Особенностью квадрупольных линз является наличие фокусирующих свойств в одном поперечном направлении и отсутствие фокусировки в другом, поэтому для обеспечения фокусировки в обоих направлениях применяются системы из таких линз. К концу 1960-х годов квадруполи использовались в системах транспортировки пучков высоких энергий, где эффекты, связанные с аберрациями высших порядков, пренебрежимо малы. Поэтому применение квадрупольных линз в ЗФС было новым направлением, и высказывался ряд опасений, связанных с аберрациями и техническими трудностями, которые могут препятствовать формированию зонда с требуемыми параметрами. В это время велись теоретические исследования систем квадрупольных линз в связи с разработкой высоковольтных электронных микроскопов [52, 53]. В работах советских учёных [54, 55] было предложено использовать систему из четырёх квадрупольных линз с двумя независимыми источниками питания. В этих работах было показано, что при антисимметричном подключении квадруполей к источникам питания такая система является аналогом аксиальносимметричной линзы, так как в ней обеспечивается равенство коэффициентов уменьшения в обоих поперечных направлениях. В дальнейшем такая система квадрупольных линз получила название "русский квадруплет". Именно эта система была использована в качестве ЗФС первого ЯСМЗ в Научно-исследовательском центре Харуэлл, Великобритания, в конце 1960-х годов Дж. Куксоном (J. Cookson) с соавторами [56]. В ней были применены МКЛ с диаметром апертуры 76 мм, которые ранее использовались в системе транспортировки пучка, при этом было получено разрешение 15 × 15 мкм при токе около 15 нА. Впоследствии были сделаны специальные линзы с диаметром апертуры 38 мм и получено разрешение 4 \times 4 мкм с плотностью тока 30 пА мкм⁻², что было значительным прогрессом по сравнению с ЗФС на основе принципа коллимирования пучка.

Успешное создание первого ЯСМЗ намного превзошло все ожидания и послужило толчком к разработке аналогичных установок во многих лабораториях мира, где были применены различные типы мультиплетов МКЛ с двумя, тремя и четырьмя линзами с различными вариантами их запитывания. В Советском Союзе была создана одна установка ядерного микрозонда в г. Томске, в которой был применён "русский квадруплет" МКЛ [57]. Позже в Харьковском физико-техническом институте был введён в эксплуатацию ядерный микрозонд на базе дублета МКЛ [58], на котором был получен на мишени пучок протонов размером 3,0 × 5,0 мкм с током 4 нА при энергии 2,4 МэВ. Недостатком обеих установок является отсутствие электромагнитного сканирования и синхронизированной системы сбора данных, что значительно ограничивает их возможности. Первый ядерный сканирующий микрозонд в странах СНГ был создан в Институте прикладной физики НАН Украины (г. Сумы) и имел разрешение 2 мкм в режиме микроанализа с током пучка ≈ 100 пА [59, 60]. ЗФС Сумского микрозонда представляет собой оптимизированный распределённый "русский квадруплет" с двумя интегрированными дублетами МКЛ принципиально новой конструкции [61]. Созданию микрозонда предшествовал ряд теоретических работ, посвящённых оптимизации нелинейных процессов формирования пучка в квадрупольных ЗФС [62, 63], в которых были установлены основные зависимости влияния геометрических параметров расположения линз в системе и их количества на параметры пучка на поверхности образца.

Среди различных 3ФС дублет квадрупольных линз является простейшей системой такого типа. Здесь обе линзы запитаны от разных источников питания с чередованием фокусирующих и дефокусирующих свойств в каждом из поперечных направлений (x, y) и расположены как можно ближе к поверхности образца. Стоит отметить недавнюю работу [64], в которой описана модернизация элементов ЗФС ЯСМЗ, в результате чего было получено разрешение 0,4 × 0,4 мкм при токе пучка протонов ~ 10 пА с энергией 3 МэВ. Это разрешение определено в результате линейного сканирования края стандартной калибровочной сетки в x- и y-направлениях и анализа выхода вторичных электронов. Параметры ЗФС на основе дублета прецизионных МКЛ следующие: длина системы $l \approx 6$ м, рабочее расстояние g = 26 см, коэффициенты уменьшения $D_x \times D_y = -35 \times -9$, яркость пучка b = 10 пА мкм⁻² мрад⁻² МэВ⁻¹ на выходе электростатического ускорителя Dynamitron с максимальным напряжением 4,5 МВ и энергетическим разбросом частиц в пучке $\Delta E/E = 6 \times 10^{-4}$.

Исследование мультиплетных конфигураций МКЛ с количеством линз от двух до четырёх [65] показало, что использование триплета магнитных квадруполей с высоким возбуждением полюсов имеет некоторые преимущества перед другими системами с компактным расположением линз. Такая система позволяет увеличивать коэффициенты уменьшения при уменьшении рабочего расстояния как в *x*-, так и в *y*-направлении без значительного изменения в их соотношении.

Всё это в совокупности позволило достичь наилучшего на сегодняшний день разрешения ЯСМЗ на базе такой ЗФС, получившей название "триплет типа Oxford", в режиме микроанализа [66]: размер зонда 0,29×0,45 мкм при токе пучка H⁺ около 50 пА. Эти данные получены в результате линейного сканирования края стандартной калибровочной сетки в х- и у-направлениях и анализа выхода характеристического рентгеновского излучения. Параметры ЗФС ЯСМЗ Центра ионно-пучковых приложений (CIBA — Center of Ion Beam Application) Сингапурского университета, на которой были получены эти результаты, следующие: длина системы $l \approx 7$ м, рабочее расстояние g = 16 см, коэффициенты уменьшения $D_x \times D_y = 88 \times -24$, яркость пучка $b = 74 \,\mathrm{пA} \,\mathrm{мкm}^{-2} \,\mathrm{мраg}^{-2} \,\mathrm{M} \,\mathrm{эB}^{-1}$ на выходе электростатического ускорителя Singletron с максимальным напряжением 3,5 МВ и энергетическим разбросом частиц в пучке $\Delta E/E = 10^{-5}$. Размеры зонда с пучком ионов H_2^+ 35×75 нм при токе на уровне 1 фА [66] получены также в CIBA на 3ФС со следующими параметрами: длина системы $l \approx 7$ м, рабочее расстояние g = 7 см, коэффициенты уменьшения $D_x \times D_y = 228 \times -60$ при тех же параметрах высоковольтной ионной пушки. Параметры зонда получены в результате линейного сканирования края квадратного отверстия с размерами 1 мкм в x-и у-направлениях и анализа интенсивности ионов H₂⁺ в режиме сканирующей трансмиссионной ионной микроскопии.

Дальнейшее развитие ЯСМЗ связывалось с применением ЗФС на базе параметрических мультиплетов МКЛ, где в качестве параметров выступали геометрия расположения линз и их количество. Поэтому были проведены теоретические исследования ЗФС на базе систем с четырьмя квадруполями с вариантом запитывания типа "русский квадруплет" со свободным расположением первых двух линз вдоль оптического тракта. В работе [67] было показано, что первая и вторая линзы должны объединяться в дублет и перемещаться в поисках своего оптимального положения. Результаты работ [68-70] внушали оптимизм, так как исследованные системы распределённого "русского квадруплета" позволяли значительно увеличить коэффициенты уменьшения и повысить аксептанс системы. В работе [71] рассмотрены основные пути преодоления рубежа разрешения 1 мкм в режиме микроанализа. Здесь отмечается ряд положительных факторов, связанных с наличием дополнительных параметров, влияющих на ионно-оптические свойства, которые могут приводить к улучшению разрешения ЗФС на базе распределённых мультиплетов МКЛ. Отличительной особенностью распределённого "русского квадруплета" является отдельное расположение двух первых линз. Наилучшее разрешение для ЗФС такого типа получено для размера зонда 0,34 мкм при токе протонного пучка ~ 10 пА [72] при линейном сканировании края стандартной калибровочной сетки в х-и у-направлениях. Параметры ЗФС ЯСМЗ (LIPSION, Лейпциг, Германия), на которой были получены эти результаты, следующие: длина системы $l \approx 9$ м, рабочее расстояние g = 30 см, коэффициенты уменьшения $D_x \times D_y = 82 \times 82$, яркость пучка b = 20 пА мкм⁻² мрад⁻² МэВ⁻¹ на выходе электростатического ускорителя Singletron с максимальным напряжением 3,5 MB и энергетическим разбросом частиц в пучке $\Delta E/E = 10^{-5}$.

Исследования распределённых ЗФС на базе "русского квадруплета" и успешное их воплощение в экспериментальных установках послужили толчком к поискам путей усовершенствования ЯСМЗ. Введение дополнительных линз являлось одним из таких направлений. Как уже отмечалось, кроме разрешающей способности, которая определяется размерами зонда на мишени, важной характеристикой ЯСМЗ является величина тока пучка, сконцентрированного в зонде. Эта величина определяет чувствительность методов микроанализа при прочих равных условиях, связанных с детектирующим оборудованием.

В работе [73] была поставлена задача создания ЗФС с высоким аксептансом, которая при разрешающей способности 1-3 мкм позволила бы работать с током пучка 0,1-20 нА, т.е. при незначительном увеличении размеров зонда иметь кардинальный рост тока. Это важно при исследованиях примесей в образцах с относительной концентрацией на уровне 0,1 ррт, когда ещё не наблюдается радиационного повреждения исследуемых материалов и радиационно-стимулированной диффузии микроэлементов. Для решения поставленной задачи была рассмотрена ЗФС с пятью линзами [74]. Длина системы, l = 4,7 м, ограничивалась размерами помещения, где предполагалось разместить ЯСМЗ. Для обеспечения минимального рабочего расстояния g = 8 см были разработаны специальные магнитные квадрупольные линзы. Получены следующие экспериментальные значения: размер зонда d = 1,3 мкм при токе протонного пучка $I \sim 0,5$ нА; d = 1,8 мкм, I = 8 нА; d = 2 мкм, I = 10 нА; d = 3 мкм, I = 20-25 нА. Параметры $3\Phi C$ ЯСМЗ (CSIRO-GEMOC, Сидней, Австралия): коэффициенты уменьшения $D_x \times D_y = -65 \times 69$, яркость пучка b = 1 пА мкм⁻² мрад⁻² МэВ⁻¹ на выходе электростатического тандемного ускорителя.

2.4.3. Фокусирующие элементы. Физические принципы, заложенные в большинстве фокусирующих элементов (ФЭ), основываются на создании внешнего электромаг-

нитного поля, обладающего осевой симметрией. Это означает, что частица, движущаяся вдоль этой оси, не испытывает воздействия со стороны поля и поэтому на выходе из ФЭ не изменяет направления своего движения. Существуют два типа осевой симметрии: аксиальная и квадрупольная, которые реализуются в фокусирующих элементах ЯСМЗ. Теоретически и экспериментально исследовались различные ФЭ с такими типами симметрии. Результаты этих исследований приведены, в частности, в монографии [65], где рассмотрены также достаточно экзотические на сегодняшний день виды ФЭ, например плазменные и коаксиальные линзы. Однако наибольшее распространение получили магнитные аксиально-симметричные линзы на основе сверхпроводящих соленоидов и системы магнитных и электростатических квадрупольных линз. Это объясняется тем, что на данном этапе развития ЯСМЗ наилучшее разрешение получено именно при использовании ФЭ такого типа.

Особенности применения сверхпроводящих соленоидов в качестве ФЭ в ЯСМЗ обусловлены рядом свойств, присущих магнитному полю с аксиальной симметрией. Стигматическое изображение создаётся за счёт изменения только одного параметра — величины тока в катушках соленоида. Юстировка зависит от четырёх параметров позиционирования: поперечного смещения (x, y) и поворотов в плоскостях рыскания (x0z) и тангажа (y0z), в то время как, например, для юстировки триплета МКЛ необходимо контролировать 16 параметров. Сферические аберрации в 5-10 раз меньше, а хроматические аберрации сравнимы по величине с аналогичными значениями в квадрупольных ЗФС. Существенным недостатком этих линз является высокая цена их эксплуатации, связанная с применением в качестве охладителя жидкого гелия, и зависимость улучшения параметров разрешения от величины магнитного поля, которая в настоящее время ограничена возможностями сверхпроводящих материалов.

ФЭ с квадрупольной симметрией поля наиболее широко представлены в качестве активных элементов формирования пучка в современных ЯСМЗ. С момента первого успешного применения МКЛ в системе зондоформирования пучка ионов МэВ-ных энергий положена точка отсчёта модернизации квадруполей с целью повышения разрешающей способности установок ЯСМЗ. Общие тенденции развития прецизионных квадрупольных линз вытекают из необходимости создания зондоформирующей системы с малым рабочим расстоянием, так как короткофокусные ионно-оптические системы имеют бо́лышие значения коэффициентов уменьшения при умеренных аберрациях. Уменьшение рабочего расстояния и одновременно фокусного расстояния связано с увеличением оптической силы квадрупольных линз. Из соотношений (2) и (3) видно, что для фиксированных параметров пучка оптическая сила квадруполей прямо пропорциональна магнитной индукции или потенциалу на полюсе и эффективной длине линзы и обратно пропорциональна радиусу апертуры линзы. Несмотря на такую простую зависимость, все эти параметры имеют ограничения своего выгодного изменения. Так, увеличение эффективной длины не связано с рабочим расстоянием, однако приводит к росту фокусного расстояния. Возможность увеличения магнитной индукции связана как с величиной насыщения для используемого материала, так и с геометрией полюсных наконечников. Рост потенциала в электростатическом квадруполе ограничен условиями пробоя в вакууме. При уменьшении апертуры возникает потребность в изменении геометрии полюсов, что вызывает рост паразитных мультипольных компонент поля за счёт ухода от гиперболической формы профиля и появление локальных зон насыщения полюсов в местах их наименьшего сближения друг с другом.

Важным фактором является также отсутствие физических механизмов точной установки одиночной магнитной квадрупольной линзы, совмещённой с осью пучка. В существующих микрозондовых системах поперечная плоскость линзы устанавливается перпендикулярно лазерному лучу. Однако ось светового луча может не совпадать с осью пучка ионов вследствие присутствия в лаборатории рассеянных магнитных полей, что приводит к искажению прямолинейности оси пучка. Поэтому в ЗФС с распределённым расположением магнитных квадруполей вдоль оптического тракта необходимо прибегать к объединению линз в дублеты.

За более чем тридцатилетнюю историю существования микрозондов пройдены следующие этапы модернизации магнитных квадруполей:

• для уменьшения величины паразитных мультипольных компонент поля высших порядков был совершён переход от цилиндрической к гиперболической форме полюсных наконечников;

• с целью исключения секступольных и октупольных паразитных компонент поля, вызванных нарушением квадрупольной симметрии линз, фирмой Oxford Microbeam (http://www.microbeams.co.uk/) была рассчитана и внедрена технология изготовления неразборных линз (OM-52 [75], рис. 4б) с применением электроэрозионной технологии обработки металла с точностью взаимного расположения полюсных наконечников ~ 2 мкм;



Рис. 4. Магнитные квадрупольные линзы, применяющиеся в системах фокусировки пучка в ядерных микрозондах: (а) интегрированный дублет (ИПФ НАНУ), (б) линза OM-52 (Oxford Microbeam), (в) линза CSIRO-GEMOC.

• для уменьшения рабочего расстояния (расстояния от выходной границы эффективного поля последней линзы до плоскости мишени) были разработаны новые конструкции магнитопроводов с выдвинутыми полюсными наконечниками (OM-52) и выборками в магнитопроводе для расположения в них детекторов ионов (CSIRO-GEMOC [76], рис. 4в), а также интегрированные дублеты для применения в распределённых 3ФС, ярмо и полюса которых изготовлены из одного куска магнитомягкого материала (ИПФ НАНУ [61], рис. 4а);

 были проведены исследования и применены магнитные материалы с узкой петлёй гистерезиса для изготовления магнитопровода и полюсных наконечников линз;

для фокусировки ионов с энергией ~ 20 МэВ возникла необходимость применения магнитных квадруполей со сверхпроводящими питающими катушками [77].

3. Локальный микроанализ с применением ядерного сканирующего микрозонда

Методы локального 3D микроанализа толстых образцов с применением сфокусированных пучков заряженных частиц рассматриваются в сравнении с требованиями "идеального" пространственного расположения атомов и их идентификации как химического элемента. Отсутствие в настоящее время таких методов приводит к необходимости рассмотрения существующих методов микроанализа с позиций приближения к "идеальным" требованиям. В этой связи каждый метод оценивается тремя основными параметрами: пространственным разрешением, пределом обнаружения и чувствительностью. Пространственное разрешение определяется размерами области, из которой происходит выход вторичных продуктов взаимодействия частиц пучка с атомами исследуемого образца. Предел обнаружения характеризует наименьшее содержание элемента, которое можно обнаружить с заданной достоверностью, и связан с возможностью выделения полезного сигнала из совокупности детектированных событий. Под чувствительностью метода следует понимать его способность обнаружить различие между близкими концентрациями атомов определяемого элемента. Чувствительность зависит от сечения процесса выхода вторичного продукта и связана с количеством частиц в зонде. В большинстве методов чувствительность и разрешение связанные величины, так как обеспечение необходимой чувствительности требует роста количества частиц

Таблица 1. Характеристики методов локального микроанализа с применением ЯСМЗ [9, 78]

Метод	Разрешение, нм	Чувствитель- ность, ppm	Количественный анализ, %
PIXE RBS NRA ERDA IBIC IBIL SEE	300 500 1000 > 1000 < 100 300 < 100	< 1 10 0,1 500 —	5 3 3 Her Her Her

или тока пучка, что в свою очередь связано с увеличением размеров зонда. Важной характеристикой каждого метода является также возможность проведения количественного анализа концентрации элементов в исследуемой области образца. В таблице 1 приведены наиболее распространённые методы локального микроанализа толстых образцов с применением ЯСМЗ.

Основными методами локального количественного микроанализа, которые в совокупности позволяют проводить анализ всех элементов, являются первые четыре метода, указанные в табл. 1.

3.1. Метод характеристического рентгеновского излучения, индуцированного ионами пучка

Метод характеристического рентгеновского излучения, индуцированного ионами пучка (PIXE), базируется на процессах ионизации атомов образца. Наблюдаемый рентгеновский спектр состоит из непрерывного спектра, вызванного тормозным излучением вторичных электронов, и линейного спектра, связанного с рекомбинацией ионизованных атомов и заполнением К-, L-, М-электронных оболочек. Сам метод PIXE достаточно хорошо развит, и его преимущества основываются, как уже упоминалось, на сравнительно низком уровне тормозного фона по сравнению с электронными пучками в ЕРМА. На рисунке 5 показан рентгеновский спектр, полученный для тестового толстого образца с помощью ЕРМА и PIXE. Из сравнения этих спектров видно, что высокий тормозной фон в ЕРМА (рис. 5а) не позволяет обнаруживать малые концентрации ряда элементов, в то время как на спектре PIXE (рис. 5б) эти элементы легко идентифицируются.

В настоящее время существует несколько программ обработки спектров PIXE для количественного анализа исследуемых образцов. Под эгидой МАГАТЭ проведена



Рис. 5. Рентгеновские спектры, индуцированные различными типами пучков заряженных частиц: (а) электроны, 20 кэВ, (б) протоны, 2,5 МэВ [79, 80]. Оптическое изображение (в) и томограмма (г) зелёных водорослей *euglena gracilis*. Поверхность, восстановленная из данных STIM, сопоставлена с областью повышенной концентрации фосфора, полученной из анализа данных метода PIXE [87].

работа по независимому тестированию этих программ, результаты которой опубликованы в [81].

Особое внимание стоит уделить программе GeoPIXE [82], которая позволяет, кроме количественного анализа, проводить двумерное картирование расположения элементов для ЯСМЗ, когда набор данных ведётся в режиме event-by-event в процессе сканирования и каждое событие маркируется тремя параметрами: энергией и положением пучка (x, y) выхода PIXE. Усовершенствование метода PIXE для повышения локальности анализа основано на уменьшении размеров сфокусированного пучка на поверхности исследуемого образца. Однако в этом случае значительно уменьшается ток пучка, а следовательно, и количество событий ионизации атомов.

Сохранение выхода PIXE за счёт увеличения только плотности тока при применении высокояркостных источников ионов может иметь некоторые пределы, обусловленные радиационными повреждениями исходного материала и привнесением дефектов, не свойственных первоначальному образцу. Другой путь, связанный с увеличением телесного угла детектора за счёт увеличения его площади, неэффективен, так как в этом случае ухудшается разрешение детектора и растут эффекты наложения регистрации событий в малом временном интервале.

Одним из направлений решения этой задачи является разработка матричных детекторов с соответствующим контроллером, позволяющим синхронизировать набор всех событий и улучшить чувствительность метода PIXE до нескольких сотен миллиардных долей (ppb). В работах [83, 84] рассмотрена разработка такого матричного детектора с контроллером, управляющим параллельными процессами, который имеет следующие характеристики: телесный угол 1,2 ср, энергетическое разрешение ~ 184 эВ (Мп К α), отношение высоты пика к фону $\approx 10^3$. Новый параллельный метод набора событий позволяет увеличить загрузку до 10^8 событий в секунду и практически подавить процессы наложения событий при детектировании.

Высокая чувствительность метода PIXE в сочетании с субмикронным пространственным разрешением ЯСМЗ широко используется в медицинских приложениях. В частности, для определения факторов, вызывающих различные болезни, проводится анализ распределения малых концентраций химических элементов в тканях артерий [85]. В работе [86] рассмотрена роль железа в патогенезе болезни Паркинсона, которая в настоящее время является предметом активных исследований в нейрохимии. Результаты этих исследований показывают аномальное увеличение содержания железа в слое серого вещества у пациентов с болезнью Паркинсона. Сочетание метода PIXE с методом STIM (scanning transmission ion microscopy) позволяет воссоздать трёхмерную томограмму с пространственным расположением микроэлементов. На рисунке 5в, г показана клетка зелёных водорослей euglena gracilis, для которой получена 3D томограмма с распределением микроэлементов.

3.2. Методы резерфордовского обратного рассеяния и регистрации ядер отдачи

Методы, основанные на регистрации энергетического спектра резерфордовского обратного рассеяния (RBS) ионов и ядер отдачи (ERDA — elastic recoil detection analysis), образующихся в результате скользящего взаимодействия ионов пучка с поверхностью, наиболее распространены и дают высокую точность при анализе профилей распределения элементов по глубине. Для общепринятых полупроводниковых детекторов заряженных частиц разрешение по глубине составляет ~ 10 нм, а для методов детектирования, основанных на специализированных спектрометрах, разрешение достигает ~ 1 Å. При этом образцы должны иметь полированную поверхность. Общие физические принципы методов изложены в работах [88, 89]. Наибольшим препятствием на пути получения высокого разрешения для промышленных и природных образцов является шероховатость поверхности, что затрудняет интерпретацию экспериментальных результатов. В работе [90] демонстрируется новый подход, который параметризует вычисления, основанные на методе Монте-Карло. С помощью численных кодов, основанных на аналитических формулах, описывающих физические процессы рассеяния частиц пучка, можно быстро вычислять эффекты, связанные с шероховатостями, для широкого многообразия неровных поверхностей. Как и для метода PIXE, для метода RBS существует несколько вычислительных программ, которые позволяют интерпретировать спектры обратного рассеяния. Результаты независимого тестирования этих программ приведены в работе [91].

В силу своих кинематических особенностей метод RBS наиболее эффективен при исследовании локального распределения тяжёлых элементов в лёгкой матрице, например, в задачах определения примесей тяжёлых металлов в биологических объектах. Метод ERDA востребован при определении профилей концентрации водорода в приповерхностных слоях исследуемых материалов [92].

3.3. Метод мгновенного излучения при ядерных реакциях

Анализ мгновенного излучения при ядерных реакциях (NRA — nuclear reaction analysis) основан на разнообразных ядерных взаимодействиях лёгких ионов с энергией несколько мегаэлектронвольт с атомами образца. Ион может преодолеть кулоновский барьер атомного ядра и приблизиться на расстояние, сравнимое с радиусом ядра; тогда существует вероятность ядерной реакции, которая приведёт к структурному изменению ядра. Продуктами такой реакции будут ионы водорода и гелия, нейтроны и γ -излучение, которые могут быть зафиксированы детектирующими устройствами. Зависимость сечения ядерной реакции от энергии для различных ядер имеет ряд узких резонансов. Поэтому вероятность реакции наиболее высока, когда ионы пучка обладают энергией в несколько мегаэлектронвольт.

По мере увеличения энергии пучка и при достижении её резонансной величины ядерные реакции для одного и того же сорта атомов начинают происходить на поверхности образца. Дальнейшее увеличение энергии пучка приводит в результате торможения ионов к резонансной реакции в заглублённых слоях, что позволяет определять профили распределения элементов по глубине с разрешением ~ 10 нм и чувствительностью на уровне 0,1 ppm [93]. Так как кулоновские силы для тяжёлых ядер значительно снижают сечение реакций, то наиболее эффективными для диапазона энергий пучка < 5 МэВ являются взаимодействия с лёгкими ядрами образца, Z < 15. Высокая избирательная способность метода NRA является следствием того, что энергетические спектры и сечения ядерных реакций различны для разных и их изотопов. Описание особенностей экспериментального оборудования, позволяющего проводить локальный микроанализ методом NRA с помощью ЯСМЗ, можно найти в работе [94].

3.4. Метод регистрации заряда, индуцированного ионным пучком

Метод регистрации заряда, индуцированного ионным пучком (IBIC — ion beam induced charge), получил наибольшее применение в 1990-х годах для исследования устройств микроэлектроники, полупроводниковых детекторов излучения, солнечных элементов, распределения дислокаций и т.д. В этом методе в полной мере используются особенности прохождения лёгких ионов, ускоренных до энергий в несколько мегаэлектронвольт, в полупроводниковых материалах и изоляторах. Малое отклонение ионов от прямолинейной траектории обеспечивает высокое пространственное разрешение метода по сравнению с электронными пучками. Метод основан на образовании электронно-дырочных пар, обусловленном передачей энергии ионов при их прохождении в полупроводниковом материале. Возможность измерения количества рождённых электронно-дырочных пар связана с рядом внутренних и внешних условий, таких как рекомбинация на точечных и распределённых дефектах, значения концентрации примесей, диффузионной длины неосновных носителей, напряжённости электрического поля и др. В методе IBIC применяются сфокусированные пучки лёгких ионов с энергией несколько мегаэлектронвольт с очень малыми токами (в пределах 0,1-1 фА) и осуществляется измерение индивидуальных импульсов зарядов. Анализ при таких низких токах пучка возможен, так как каждый ион генерирует в полупроводниковом материале или изоляторе достаточно большое количество пар электрон-дырка и полный заряд, определяющий величину сигнала, превышает уровень шума измерительного прибора.

На рисунке 6 показаны основные типы измерительных схем в методе IBIC, заимствованные из обзора [95], посвящённого общим физическим принципам метода, его теории и областям применения. Из рисунка 6 видно, что носители зарядов, образованные внутри обеднённой зоны p – n-переходов, медленно диффундируют от места своей генерации, многие из них рекомбинируют на точечных дефектах, результатом чего является ограничение количества носителей, достигающих контактов прибора. Временной интервал, за который регистрируется импульс, изменяется от пико- до микросекунд. В нормальном режиме измерений импульс, создаваемый зарядами, проходит предварительное усиление до уровня в несколько вольт. В дальнейшем оцифрованный сигнал, маркированный положением пучка, накапливается системой сбора данных на основе приборов с зарядовой связью (ПЗС) в памяти компьютера. В результате обработки данных информация о микроструктуре образца представляется в виде контрастного изображения концентрации электронов и дырок [96, 97]. Кроме регистрации суммарного накопленного заряда при фиксированном положении пучка, возможно также измерение времени эволюции индуцированного заряда за счёт изменения импульса на контактах (метод TRIBIC — time resolve IBIC). Это позволяет определить подвижность носителей заряда в исследуемом образце [98].

3.5. Метод регистрации люминесценции, индуцированной ионным пучком

Метод регистрации люминесценции, индуцированной ионным пучком (IBIL — ion beam induced luminescence) с энергией несколько мегаэлектронвольт, в сочетании с такими методами, как PIXE, RBS, NRA даёт возможность получать информацию о химической природе различных материалов. Физические принципы генерации люминесценции достаточно полно описаны в [9]. Наиболее общим принципом является передача энергии от ионов пучка валентным электронам атомарных образований в исследуемом образце, что приводит их в возбуждённое состояние. Обратный переход в нормальное состояние сопровождается излучением в инфракрасном, видимом или ультрафиолетовом диапазонах.

Для генерации люминесценции в ЯСМЗ применяются пучки с током величиной ~ 100 пА, что связано с низкой эффективностью детектирующих устройств, поэтому пространственное разрешение метода IBIL находится на уровне 0,3 мкм. В этой связи стоит отметить работу [99], где применяется усовершенствованная система регистрации излучения в диапазоне 300-1000 нм и проводится сравнительный анализ ионной люминесценции, индуцированной фотонами и протонами. Из этого анализа следует, что использование протонов характеризуется большей интенсивностью люминесценции и наличием метастабильных состояний, что можно положить в основу новой схемы накачки лазеров. Область применения метода IBIL достаточно обширна, в частности, он применяется в биологии для исследования клеток [100], при исследованиях артефактов исторического наследия [101], исследованиях полупроводниковых материалов [102] и др.

3.6. Методы, основанные на воздействии одиночных ионов

Методы, основанные на применении одиночных ионов, имеют обобщённое название "эффекты одиночных событий" (SEE — single event effect). Хотя события могут вызываться не только ионами, но и другими типами одиночных воздействий на исследуемый объект, такими



Рис. 6. Основные типы компоновок измерительных схем в методе IBIC: (а) полупроводниковый прибор, (б) полупроводниковая пластина.

как импульсное электромагнитное излучение или частицы, не имеющие заряда, далее будут рассмотрены только одиночные ионы. Наибольший интерес, связанный с SEE, обусловлен развитием применения космических аппаратов как гражданского, так и военного назначения. Среди различных видов космического излучения наиболее опасными являются высокоэнергетические частицы, способные проникать в устройства микроэлектроники на достаточную глубину. Такого рода воздействие приводит к целому ряду эффектов, которые могут вызывать сбои в работе устройства либо полный выход его из строя. Классификацию такого рода эффектов можно найти в работе [103].

Физическая природа отказов аппаратуры зависит от механизмов прохождения заряженных частиц в полупроводниковых приборах [104]. Как было показано выше, потеря энергии иона сопровождается образованием электронно-дырочных пар, что приводит к отклонениям в работе устройства, а образование дефектов в микроструктуре может полностью вывести прибор из строя. Поэтому при разработке устройств микроэлектроники необходимо учитывать их радиационную устойчивость, что и вызывает определённый интерес к экспериментальному моделированию этих процессов.

В связи с миниатюризацией микрочипов и переходом к нанометровым масштабам возникает потребность прицельного попадания одиночных ионов с энергией, достигающей десятков мегаэлектронвольт на нуклон, в заданную область тестируемого образца. ЯСМЗ является наиболее приемлемым АК для реализации таких исследований. Однако здесь следует отметить, что пространственное разрешение в режиме малых токов, которое в настоящее время находится на уровне ~ 50 нм, измеряется на полувысоте полного распределения тока пучка на мишени и при этом присутствует достаточно большое гало. Этот факт затрудняет непосредственное применение ЯСМЗ, поэтому в ряде лабораторий была проведена модернизация установок с микрозондом, предназначенных для исследования SEE на одиночных ионах [105-107].

Вопросам исследования различных устройств микроэлектроники в режимах облучения одиночными ионами с применением ЯСМЗ посвящены, например, работы [108, 109]. Здесь исследовались биполярные транзисторы на гетеропереходах кремний – германий. Поперечное сечение такого транзистора показано на рис. 7а. Накопленный заряд измерялся сканированием одиночными ионами вдоль горизонтального направления. На рисунке 76 показана зависимость накопленного заряда от координаты пучка при облучении одиночными ионами. Видно, что величина накопленного заряда на коллекторе значительно выше, чем на базе, и физическая область для накопленного заряда на коллекторе намного больше аналогичной площади для базы.

Другое направление исследований с применением режима одиночных ионов, которое в настоящее время имеет широкое распространение, связано с радиационной биологией. В отличие от устройств микроэлектроники, исследуемые клетки должны находиться вне вакуума в нормальных условиях, поддерживающих их жизнедеятельность. Кроме того, горизонтальное направление движения ионов вносит дополнительные трудности в прицеливание. Традиционная схема облучения клеток одиночными ионами показана на рис. 7в – д.



Рис. 7. (а) Поперечное сечение биполярного транзистора на гетеропереходах Si-Ge, (б) накопление заряда на коллекторе и базе транзистора при различном положении микропучка [108, 109]. Традиционная схема облучения одиночными ионами: (в) схема расположения лотка с клетками, (г) майларовый лоток, (д) флуоресцентное микроскопическое изображение клеток, каждое ядро клетки имеет ссылочный номер для идентификации в соответствующем биологическом эксперименте [116].

Среди новых специализированных АК, предназначенных для исследования живых клеток в условиях облучения одиночными ионами, стоит отметить комплексы, описанные в работах [110–112]. В Суррее (Англия) создан уникальный АК, в котором $3\Phi C$ ЯСМЗ расположена вертикально [113]. Этот специализированный аппаратурный комплекс предназначен для реализации проекта по исследованию раковых клеток. Созданная на базе прецизионного тандемного электростатического ускорителя установка позволит облучать *in vitro* 100 тыс. клеток в час, точность нацеливания ионов на каждую индивидуальную клетку составляет 10 нм. В настоящее время имеется множество результатов исследования влияния одиночных ионов на живую клетку, с некоторыми из них можно ознакомиться в работах [114, 115].

4. Модификация материалов для создания малоразмерных 3D структур

Первые работы, посвящённые непосредственному экспонированию протонным пучком (PBW), были опубликованы в конце 1990-х годов [117-119]. В этих работах демонстрировалась возможность применения сфокусированных пучков протонов с энергией 2 МэВ для создания микрокомпонентов, а также был отмечен ряд физических принципов, которые позволяли рассматривать такое применение как перспективную технологию для создания нанокомпонентов. В течение последнего десятилетия (2000-2010 гг.) разработка технологии PBW велась в нескольких направлениях: усовершенствование параметров сфокусированного пучка и исследования взаимодействия пучков с различными типами резистивных материалов. Был проведён теоретический анализ получения размеров в суб-100-нанометровом масштабе [120]. Одним из преимуществ технологии PBW является возможность получения нанокомпонентов с высоким аспектным отношением (160:1), что позволяет рассматривать такую структуру как существенно трёхмерную. В связи с этим потребовалось проведение исследований влияния различных условий облучения сфокусированным пучком на качество получаемых нанокомпонентов. В работах [121, 122] экспериментально установлено, что шероховатость боковых поверхностей находится в пределах 3-7 нм в зависимости от типа резистивного материала и алгоритма облучения. Эта характеристика важна в приложениях, где нанокомпоненты используются в качестве каналов для течения жидкости, и при создании наноштампов. Важной характеристикой является также призматичность боковых стенок. В работе [123] было показано, что благодаря прямолинейности траектории протонов в материале резиста угол боковой стенки с поверхностью составляет 89,5°. В настоящее время в нескольких исследовательских группах продолжается усовершенствование технологии PBW [124, 125]. Достаточно хорошо отработаны режимы и установлены условия облучения для различных резистов. В таблице 2 приведены дозы облучения и характерные размеры полученных малоразмерных компонентов для различных типов резистов.

Таблица 2. Применение различных резистивных материалов в технологии PBW [126]

Высокоомный материал	Тип материала	Необходимая доза, нКл мм ⁻²	Наименьший полученный характерный размер
PMMA	Позитивный	80-150	20-30 нм
SU-8	Негативный	30	60 нм
HSQ	Негативный	30	22 нм
PMGI	Позитивный	150	1,5 мкм
WL-7154	Негативный	4	800 нм
TiO ₂	Негативный	8000	5 мкм
Si	Негативный	80000	15 нм (остриё иголки)
DiaPlate	Негативный	10	10 мкм
ADEPR	Негативный	125 - 238	5 мкм
Forturan	Позитивный	1	3 мкм
PADC (CR-39)	Позитивный	600	5 мкм
ma-N 440	Негативный	200	400 нм
GaAs	Негативный	100000	12 мкм



Рис. 8. Изображение отдельно стоящей линии — выступа с высоким аспектным отношением и шириной 22 нм, полученной экспонированием сфокусированным пучком ионов H_2^+ с энергией 2 МэВ [127].

С использованием в качестве резиста материала HSQ (hydrogen silsesquioxane) получена структура в виде отдельно стоящей линии — выступа с характерной шириной 22 нм [127] (рис. 8). Следующим этапом стало внедрение результатов исследований в производственные циклы по изготовлению нанокомпонентов. В Технологическом институте в Токио, Япония (Shibaura Institute of Technology) разработан аппаратурный комплекс с технологией PBW для продвижения его на рынки как инструмента для промышленного применения [128].

Микро- и наноразмерные структуры, созданные с помощью сфокусированных пучков заряженных частиц, имеют широкую область применений, некоторые из них приведены ниже.

4.1. Наноштамповка

Для массового производства низкоразмерных структур, расположенных с высокой плотностью на большой площади, наиболее распространёнными являются процессы, использующие проекционную световую, рентгеновскую, электронную либо ионную литографию. Однако увеличивающиеся технические сложности и предполагаемый значительный рост стоимости изготовления структур с характерными размерами менее 100 нм предопределяет поиск альтернативных решений. Литографические методы с применением сфокусированных пучков заряженных частиц в комбинации с наноштамповкой могут быть в некоторых случаях более предпочтительными [129, 130]. Например, на рис. 9 показана последовательность процесса производства 3D штампов с использованием технологий PBW и гальванического покрытия никелем. Здесь подложка Si(100) сначала покрывается слоями Cr (20 мкм) и Au (200 мкм) для лучшей адгезии и электропроводности, а затем с помощью центрифуги наносится слой резистивного материала РММА (полиметилметакрилат), который подвергается облучению сфокусированным пучком протонов с энергией 2 МэВ (рис. 9а). Далее на верхнюю поверхность наносится второй слой металлизации, который играет роль основания штампа и обеспечивает условия проводимости при гальваническом покрытии (рис. 9б). В результате обработки проявителем образуется трёхмерная структура (рис. 9в), затем с помощью гальваниче-



Рис. 9. Схематическое представление процесса изготовления наноштампа с использованием технологии PBW [129].

ского процесса наносится никелевое покрытие (рис. 9г). Процесс завершается отслаиванием штампа от шаблона (рис. 9д) и наноштамповкой (рис. 9е). Такие штампы могут быть использованы до пятнадцати раз без существенного ухудшения качества репродукции.

4.2. Биофизика и медицина

Созданные с помощью технологии PBW узкие каналы, ширина которых составляет десятки нанометров, а высота может в несколько десятков раз превышать ширину, дают возможность проводить исследования биомолекул. На рисунке 10а показан прототип биосенсорной структуры, представляющей собой встречногребенчатые электроды с зазором ~ 85 нм. Исследование биомолекул осуществляется за счёт измерения полного электрического сопротивления между электродами. Каждой разновидности биомолекул соответствует определённая электрическая проводимость, что даёт возможность применять такой сенсор для исследования разнообразных биомолекул, включая простые токсины (например формальдегид), большие молекулы ДНК и гормоны или более специфические биомолекулы (такие как антитела ВИЧ).

4.3. Микрофотоника и микрооптика

Среди множества применений микро- и наноструктур, которые могут быть созданы с помощью технологии PBW, особое место занимают микрооптика и микрофотоника. Обработка светового сигнала может осуществляться с помощью интегрированных в чип оптических элементов, таких как излучатели, волноводы, детекторы, модуляторы и массивы микролинз, использование которых должно обеспечить высокую скорость обработки информации. Существуют два пути использования технологии PBW в микрооптике и микрофотонике. Первый включает в себя непосредственное формирование низкоразмерных структур из полимеров, нанесённых с помощью центрифуги на соответствующую подложку, например стекло или термически окисленную кремниевую пластину; при этом подложка и нанесённый материал должны иметь низкий коэффициент преломления по сравнению с материалом сердцевины оптического волокна. Наиболее приемлемым для изготовления волноводов является резистивный материал SU-8, так как он обладает высокой прозрачностью, низкими потерями светового сигнала и имеет гладкие стенки при формировании рисунка (рис. 10б). К тому же коэффициент преломления у SU-8 немного выше, чем у материала подложки из обычного стекла или термического оксида кремния.

Массивы микролинз могут быть изготовлены с применением структуры, состоящей из слоя резистивного материала, нанесённого с помощью центрифуги на прозрачную подложку (такую как стекло, обычно применяющееся в оптической микроскопии); затем следует этап формирования рисунка для создания микролинз требуемого диаметра. После операции проявления полимер термически оплавляется за счёт нагрева всей структуры до температуры фазового перехода стекла. Под действием поверхностного натяжения формируются полусферические микролинзы (рис. 10в). Длина фокуса определяется выбором соответствующей комбинации диаметра линзы и толщины резистивного материала. Таким способом могут быть изготовлены и другие структуры, включая решётки и пластины с зонами Френеля.

Второй метод формирования волноводов в массивном объёме полимера или кварцевого стекла с применением PBW включает непосредственную ионно-пучковую модификацию без операции проявления [132]. Это достигается за счёт использования процессов, происходящих на конечной стадии движения иона в образце, когда создаётся скрытый канал волновода в подложке. Как было показано выше, ионные пучки отличаются уникальной особенностью, состоящей в том, что количество энергии, которую они передают подложке, быстро увеличивается, поэтому вероятность того, что ион в конце своего пути создаст вакансию, также быстро возрастает. Суммарный эффект состоит в том, что создаётся скрытая область повреждений, дающая в результате локальное



Рис. 10. Изображение нанобиосенсорной структуры [131]. (а) Оптические компоненты, полученные с применением технологии PBW, (б) изображения кольцевого резонатора, изготовленного в слое резистивного материала SU-8 на кремниевой подложке, на вставке показана область с характерными особенностями размером 200 нм [131], (в) оптическое изображение микролинзового массива, изготовленного из резистивного материала РММА толщиной 15 мкм [131].

увеличение плотности материала и, как следствие, локальное увеличение коэффициента преломления. Эта повреждённая область затем может играть роль ядра волновода.

5. Использование медленных позитронов для диагностики материалов

Позитронный микроскоп и микрозонд на его основе изучены довольно слабо, поэтому они известны только специалистам, работающим в данной области [133]. Следует отметить, что метод аннигиляции позитронов описан в недавно опубликованном обзоре [198], однако позитронные микроскопы, просвечивающий и растровый, а также микрозонд в этой работе не рассматривались.

Мониторинг дефектов в виде функции распределения концентрации дефектов по толщине образца (профиль распределения дефектов) становится возможным при изменении энергии, которую моноэнергетические позитроны получают при замедлении [134], в интервале от нескольких электронвольт до нескольких десятков килоэлектронвольт. Только малая часть (менее 1 %) падающих позитронов подвергается процессу замедления. После того как задан ускоряющий потенциал, позитроны, не подвергшиеся торможению, должны быть отделены от моноэнергетических позитронов, которые используются для экспериментов по исследованию дефектов. Для обеспечения торможения необходимо определённое пространственное разделение источника и образца, поэтому требуется использование системы наведения пучка (см. далее раздел 5.4). Принципы измерения профилей дефектов и их практическое применение в различных методах, где используются медленные позитроны, рассмотрены в разделах 5.4 и 5.5.

5.1. Источник позитронов и замедление

На рисунке 11а показан энергетический спектр эмиссии радиоактивного источника на основе ²²Na. В качестве замедлителя применяют различные материалы, учитывая тот факт, что значения энергии, равные работе выхода позитрона (отрицательной), можно получить во многих твёрдых телах. В большинстве случаев используется линия передачи с замедлителем в виде тонкой фольги, который располагается непосредственно на вершине капсулы источника. Толщина фольги намного меньше средней глубины проникновения позитронов, поэтому термализуется только небольшая часть позитронов, которая начинает диффундировать. Если в процессе диффузии они достигают поверхности, то эти позитроны спонтанно эмитируют из фольги замедлителя (рис. 11б) с кинетической энергией, равной термально уширенной работе выхода Φ^+ . Материалы на основе элементов с большими атомными номерами более предпочтительны для изготовления замедлителей, так как в этом случае увеличивается отношение средней длины диффузионного пробега к расстоянию, на котором происходит термализация. Подходящим материалом является фольга монокристаллического вольфрама с ориентацией (100) и толщиной несколько микрометров или монокристаллический вольфрам (110) (в случае обратного рассеяния позитронов).

Поскольку позитроны во время их диффузии к поверхности могут захватываться дефектами, то для получения замедлителя, содержащего малое число позитронных ловушек, фольгу подвергают отжигу. Работа выхода позитронов Φ^+ из монокристалла вольфрама с ориентацией (110) была измерена ранее и составляет – 3,0 эВ, при этом величина замедляющей способности может достичь 3×10^{-3} (Vehanen и др. [136–138]). Замедляющая способность выражается как отношение числа замедленных позитронов к общему числу падающих частиц. Обычно можно получить замедляющую способность порядка 10^{-4} . Поликристаллические вольфрамовые фольги, имеющие намного меньшие значения замедляющей способности, были также успешно апробированы в работе Brusa и др. (см. ссылки в [134, 135]).

Кроме того, в работах Khatri и др. 1990 г. [133]; Mills и Gullikson 1986 г. [157] были описаны замедлители на основе инертных газов в твёрдом состоянии, которые были получены путём нанесения на фольгу слоя неона или криптона при низких температурах. Данные замедлители обладают чрезвычайно высокой замедляющей способностью (до 10⁻²), что окончательно не объяснено. Предполагается, что высокая замедляющая способность достигается в большей степени за счёт дрейфа, вызванного сильным воздействием внутреннего электрического поля, которое ориентирует диффузионное движение отдельных позитронов. Ещё одним перспективным материалом является SiC, который используют в качестве замедлителя позитронов с помощью электрического поля (электростатическое замедление) (Bauer-Kugelmann и др. 1997 г. [140]; Beling и др. 1987 г. [141]; Brauer и др. 1977 г., Störmer и др. 1996 г. (см. ссылки в [133, 197])). Этот материал является единственным известным до сих пор полупроводником с отрицательной работой выхода позитронов. Низкие значения замедляющей способности требуют гораздо более мощных источников позитронов при использовании позитронного пучка, чем те, которые применяются в обычной спектроскопии времени жизни позитрона и при измерении доплеровского уширения. Кроме того, необходима также защита от интенсивной радиации, поскольку активность источника составляет 5 × 10⁹ Бк (135 мКи).

5.2. Измерение доплеровского уширения аннигиляционного пика

5.2.1. Экспериментальная установка. Энергетическое уширение линии аннигиляции, о котором говорилось выше, измерялось с помощью энергодисперсионной системы детекторов с высоким разрешением (рис. 11в). Использовались чистые кристаллы Ge, охлаждённые жидким азотом, с высокой эффективностью разрешения (около 20%). При высоком напряжении (несколько килоэлектронвольт) аннигиляционные фотоны вызывают отделение заряда, который конвертируется предусилителем в электрический импульс, амплитуда которого служит единицей измерения энергии фотонов и может быть зарегистрирована в многоканальном анализаторе после основного усиления. Численная система стабилизации пиков позволяет получать длительное накопление нескольких миллионов отсчётов. Время измерения сопоставимо со временем накопления, характеризующим спектр времени жизни позитронов. Время измерения позволяет полностью зарегистрировать весь спектр времени жизни позитронов. Обе методики можно легко применять одновременно, поскольку Ge-детектор достаточно удалён от образца во избежание эффекта наложения импульсов в системе детекторов.



Puc. 11. (a) Спектр источника позитронов на ²²Na. dN_+/dE — число позитронов на один канал с энергией *E*. Узкий пик при 3 эВ соответствует распределению энергии после торможения в вольфраме. (б) Схема замедления позитронов в канале передачи в случае использования вольфрамовой фольги (100). Большинство позитронов покидает фольгу замедлителя с высокой остаточной энергией, меньшая часть задерживается в фольге и там аннигилирует. При достижении поверхности в процессе диффузии позитроны могут спонтанно эмитировать вследствие отрицательной работы выхода вольфрама. Эффективность торможения ~ 10^{-4} . (в) Схема экспериментальной установки для измерения доплеровского уширения аннигилирует. Пои достижении поверхности в процессе диффузии позитроны могут спонтанно эмитировать вследствие отрицательной работы выхода вольфрама. Эффективность торможения ~ 10^{-4} . (в) Схема экспериментальной установки для измерения доплеровского уширения аннигиляционного пика γ -квантов на линии 511 кзВ. Сигнал в Ge-детектор поступает через предусилитель и далее после аналого-цифрового преобразователя (ADC) подаётся на многоканальный анализатор (MCA). (г) Спектр доплеровского уширения аннигиляционного пика γ квантов на мини за сечения системы медленного пучка позитронов POSSY в Университете им. Мартина-Лютера, Халле-Виттенберг, Германия. Позитроны, излучаемые устройством источник – замедлитель (S), подаются на коллиматор посредством *E* × *B*-фильтра и ускоряются перед столкновением с образцом. Круговое магнитное поле генерируется кольцами системы наведения (m). Вакуум в области источника держится на уровне 10⁻⁶ Па. Давление порядка 10^{-9} Па можно получить в камере с образцом с помощью позитронов согласно формуле (6) с параметры. (с) Макhov-профили P(z, E) в кремнии, рассчитанные для четотик осответствие средней глузаемые 10^{-6} Па. Давление порядка 10^{-9} Па можно получить в камере с образцом с помощью позитронов согласно формуре. (6) с параметрами A = 4,0 мг см⁻² кзВ⁻⁷, m = 2, r = 1,6. Штриховые линии —

5.2.2. Обработка данных. Влияние захвата позитронов дефектами на спектр доплеровского уширения $N_{\rm D} = f(E)$ проиллюстрировано на рис. 11г. Количественная оценка может осуществляться с помощью характерных параметров формы линии. *S*-параметр определяется как отношение площади центральной части спектра с низким импульсом (A_s) к площади под всей кривой (A_0) после вычитания фона,

$$S = \frac{A_s}{A_0}, \quad A_s = \int_{E_0 - E_s}^{E_0 + E_s} N_{\rm D} \, \mathrm{d}E \,. \tag{4}$$

Параметр W берётся из области высокого импульса вдали от центра, как показано на вставке рис. 11г. Он рассчитывается как отношение площади под кривой в фиксированном энергетическом интервале (A_w) к A_0 ,

$$W = \frac{A_w}{A_0}, \quad A_w = \int_{E_1}^{E_2} N_{\rm D} \, \mathrm{d}E \,. \tag{5}$$

Для расчётов S-параметра пределы интегрирования выбираются симметрично вокруг энергии E = 511 кэВ, $E_0 \pm E_s$. Значения энергии E_1 и E_2 для расчёта W-параметра должны определяться таким образом, чтобы не было эффектов корреляции с S-параметром. Выбранные пределы сохраняются постоянными для всех спектров, которые нужно сравнить. Для определения S-параметра кривые для образца с большим количеством дефектов и образца, свободного от позитронных ловушек, изображены графически на рис. 11г и нормированы на равную площадь. За пределы при расчёте S-параметра должны браться пересечения точек обеих кривых, для того чтобы получить наибольшую чувствительность к изменениям формы линий, вызванным наличием дефектов. Зачастую эти пределы просто принимались с целью задать величину S-параметра, равную 0,5 для бездефектного материала. Это означает, что определение параметра W должно начинаться на предельном значении, которое сильно удалено от точек пересечения кривых. Предельные значения были установлены как (511 ± 0.8) кэВ для определения *S*-параметра и (511 + 2,76) и (511 + 4) кэВ для параметра *W* для образца на рис. 11г. Соотношение S-параметров для пластически деформированного GaAs и контрольного образца составило 1,0695. Соответствующее соотношение W-параметров составило 0,7726.

Фоновая корреляция часто проводится как вычитание прямой. Так как спектр доплеровского уширения аннигиляционного излучения гамма-квантов симметричен относительно 0°, то значения интенсивностей на хвостах этого пика будут одинаковы. Более сложные интерпретации используют реальное распределение фона, смоделированное за счёт нелинейной функции. Эта функция учитывает, что фон при данной ү-энергии пропорционален сумме событий аннигиляции при высоких энергиях. Несмотря на уменьшение фона, кривая доплеровского уширения остаётся немного асимметричной. Поэтому такой расчёт Ш-параметра часто используется в высокоэнергетичной части кривой Доплера. Высококачественные спектры доплеровского уширения получают по методике совпадения, преимущественно на установке с использованием Ge-детекторов. В этом случае Ш-параметры можно снимать с обоих концов кривой.

5.3. Системы наведения пучка позитронов

Небольшое количество моноэнергетических позитронов, покидающих замедлитель, перед тем как их будут использовать в экспериментах, необходимо отделить от позитронов, которые не подверглись замедлению (быстрых позитронов). Такое отделение происходит в системе наведения пучка с применением энергетического фильтра. Это может быть реализовано в магнитной системе наведения с помощью внешних электродов в $E \times B$ -фильтре (перекрёстные магнитное и электрическое поля, Hutchings и др. 1986 г. [133, 134]) или путём приложения внешних магнитных полей перпендикулярно направлению пучка (Liszkay и др. 1992 г., см. ссылки в работе [133]). Другой простой метод — это использование изогнутых соленоидов. При этом незамедленные позитроны задерживаются с помощью экранирования. Для такой системы наведения и для позитронных исследований вблизи поверхности образца достаточно условий высокого вакуума, 10⁻⁵ Па. Сверхвысокий вакуум необходим только при исследовании поверхности. В этом случае камеру с образцом необходимо отдалить от дифференциальной насосной станции.

В качестве примера на рис. 11д показано сечение магнитной системы наведения позитронного пучка, которая была реализована в Университете Мартина-Лютера, Халле-Виттенберг, Германия [133]. Устройство источник-замедлитель расположено перед пролётными трубками, после которых позитроны попадают в $E \times B$ фильтр. Моноэнергетический пучок позитронов фокусируется по оси системы и с помощью линейного ускорителя получает максимальную энергию 50 кэВ. Быстрые позитроны останавливаются в коллиматоре. Угол эмиссии позитронов к нормали фольги замедлителя составляет несколько градусов (Fischer и др. 1986 г. [142]). Продольное магнитное поле, которое распространяется по всей системе пучка, принуждает позитроны двигаться по винтовой траектории. Это обеспечивает достижение мишени всеми эмитированными позитронами. Система колец наведения (рис. 11д) генерирует это продольное поле.

Пучок также может направляться с помощью системы электростатических линз (Rosenberg и др. 1980 г. [133, 134]). Основное преимущество описанного подхода — возможность фокусировать пучок. Однако сконструировать такую систему линз достаточно сложно из-за широкого разброса энергии в позитронном пучке.

5.4. Методики измерений

Аналогично обычной процедуре с источником в виде фольги метод измерения доплеровского уширения может быть применён для медленных позитронов. Германиевый детектор устанавливается непосредственно возле объекта исследования за пределами камеры с образцом. Измерение доплеровского уширения становится возможным благодаря тому, что энергия излучения, возникающего при аннигиляции, достаточно высока для прохождения ү-квантов через тонкую стенку из нержавеющей стали. Как объяснялось ранее в разделе 5.3, параметры формы линии S и W можно использовать для идентификации дефектов и измерения их концентрации. В системе медленных позитронов эти параметры аннигиляции измеряются как функция энергии позитронного пучка (глубины имплантации позитронов). Помимо чувствительности по глубине, ещё одним преимуществом применения пучка медленных позитронов является качество доплеровского уширения аннигиляционного пика, которое определяется тем, что при такой геометрии эксперимента на аннигиляционный пик не накладывается комптоновское и другое фоновое излучение, так как процесс зарождения γ-квантов в источнике не даёт вклада в фон спектра. Более того, в этом случае отсутствует вклад источника в доплеровский спектр, присутствующий при использовании обычной методики как следствие аннигиляции в фольге источника.

Метод определения времени жизни позитронов является более пригодным по сравнению с методом измерения доплеровского уширения при идентификации валентных орбиталей различных типов дефектов и определении их концентраций. Обычное устройство со стартовым и пусковым детекторами недопустимо в системе с медленным пучком из-за низкой мощности источника, так как испускание ү-квантов в источнике (см. раздел 5.3) уже не может коррелировать с аннигиляционными процессами в образце. Более того, время пролёта позитрона больше, чем время его жизни в образце. Таким образом, измерение времени жизни позитрона становится возможным только при использовании импульсных пучков, обеспечивающих стартовый импульс с помощью специально сконструированной системы формирования пучков. Электроника для такой системы чрезвычайно дорогостоящая и сегодня система реализована всего в нескольких лабораториях, например в Мюнхене (Kögel и др. 1996, 1988 гг. [143, 144]) и Tsukuba (Akahane и др. 1990 г. [145]). Предел функциональности импульсных позитронных пучков обсуждали paнee Sperr и Kögel (1997 г.) [135].

Помимо измерений времени жизни и доплеровского уширения установка на медленном позитронном пучке может использоваться для измерения двумерной угловой корреляции аннигиляционного излучения. Преимущество этого метода заключается в возможности проведения анализа электронной структуры в поверхностных слоях, тонких эпитаксиальных слоях или на границах раздела (например, Howell и др. 1985; Peng и др. 1996) [133, 148].

В системе, работающей на пучке медленных позитронов, плотность дефектов можно определить с помощью экспериментов по обратной диффузии как дополнение к методикам измерения распределения импульсов и времени жизни позитронов. Долю позитронов, диффундирующих обратно к поверхности, f_s , можно определить через параметры аннигиляции или относительное количество позитрония, сформировавшегося вблизи поверхности. Это становится возможным, так как параметры аннигиляции вблизи поверхности обычно отличаются от значений в объёме образца, а позитроний может формироваться только вблизи поверхности полупроводников. Относительное число обратно продиффундировавших позитронов является функцией не только глубины имплантации позитронов и коэффициента диффузии, но и концентрации дефектов. Это является следствием того факта, что захваченные позитроны не могут достичь поверхности. Величина fs измеряется как функция энергии падающего позитрона. Соответствующая процедура подгонки даёт возможность рассчитать скорость захвата как функцию глубины. Основным недостатком такой процедуры является невозможность получения информации о природе позитронной ловушки. В процессе исследований рекомендуется также проводить параллельные измерения времени жизни позитронов и доплеровского уширения. С другой стороны, общие скорости захвата для всех позитронных ловушек можно получить из экспериментов по исследованию обратной диффузии. Следовательно, концентрации дефектов тоже можно определить в случае захвата в областях, насыщенных позитронами, т.е. при очень высоких концентрациях, как это было показано для случая ионно-имплантированного кремния Eichler и др. (1997 г.) [133].

5.4.1. Получение профилей дефектов. Для того чтобы получить профили дефектов по глубине при измерении зависимости параметров аннигиляции от энергии падающего позитрона, необходимо знать профиль имплантации позитрона. Такие профили, полученные в результате расчётов методом Монте-Карло и с помощью экспериментальных данных, представлены в следующем разделе. Расчёт профилей дефектов по глубине в настоящее время проводится с использованием компьютерных программ, также описанных в разделе 5.4.2.

5.4.2. Профили имплантации позитронов. По изменению энергии позитронов можно определить концентрацию дефектов как функцию глубины проникновения z, т.е. измерить профили распределения дефектов по глубине. Профили имплантации и проникновения P(z, E) для моноэнергетических позитронов с энергией E выражаются как

$$P(z,E) = \frac{mz^{m-1}}{z_0^m} \exp\left(-\left(\frac{z}{z_0}\right)^m\right),\tag{6}$$

где

$$z_0 = \frac{AE^r}{\rho\Gamma(1+1/m)}$$

m, *r*, *A* — эмпирические параметры, ρ — массовая плотность образца, Γ — гамма-функция, \bar{z} — средняя глубина проникновения,

$$\bar{z} = \frac{AE^r}{\rho} \,. \tag{7}$$

Широко используются следующие эмпирические величины: A = 4,0 мг см⁻² кэ B^{-r} , m = 2, r = 1,6 (Vehanen и др. 1987 г. [138]).

Профиль позитронной имплантации имеет название "Makhov-профиль" в честь учёного [149], который первым провёл эксперименты по электронной имплантации (Makhov, 1961 г., см. ссылку в [133]). Параметры этого профиля можно получить из расчётов методом Монте-Карло (Valkealahti и Nieminen 1986, 1984 гг. [146, 147]). Ghosh (1995 г.) [133, 148] путём комплекса расчётов методом Монте-Карло показал, что параметры r и A зависят от типа материала. Позитроны после термализации, т.е. начала диффузии, демонстрируют распределение по глубине согласно (6). Примеры таких профилей (Makhov-профилей) показаны на рис. 11е. Ограничения по измерению профилей дефектов для больших энергий позитронов становятся очевидными по мере того, как ярко выраженная структура дефектов, расположенных относительно глубоко в образце, размывается при наложении профиля диффузии позитронов. Ghosh (1995 г. [148]) получил различные значения А и г в зависимости от различных алгоритмов использования метода Монте-Карло. Основные особенности профиля позитронной имплантации можно описать аналитическим Makhovпрофилем, хотя при этом обнаруживаются небольшие отклонения. Эти отклонения послужили причиной для аппроксимации профиля, полученного при расчётах методом Монте-Карло путём параметризации функции ξ (Ghosh и Aers 1999 г.) [150].

Эмпирические параметры Makhov-профиля (рис. 11е) были также определены экспериментально (Gebauer и др. 1997 г.; Leung и др. 1995 г.) [151, 133]. Результаты этих исследований показаны на рис. 11ж. Параметры профиля имплантации можно определить из зависимостей S от E для аморфных слоёв Si, при этом толщина образца была определена независимо с помощью исследования поперечного сечения в сканирующем электронном микроскопе. Слои a-Si толщиной 120-1000 нм выращивали с помощью молекулярно-пучковой эпитаксии на буферном слое SiO₂, который был получен термическим оксидированием при 1000 °С. Кривые для S-параметра подгоняли с помощью VEPFIT — программы с использованием систематической вариации параметров A и r Makhov-профиля [139]. Для каждой пары (A, r) среднеквадратичное отклонение ξ рассчитывали согласно отклонению толщины слоя, полученной из подгонки данных по позитронной аннигиляции z_i^{fit} , и толщины, измеренной в сканирующем электронном микроскопе, $z_i^{\text{SEM}^r}$

$$\xi = \frac{1}{5} \sum_{i=1}^{5} \left(\frac{z_i^{\text{SEM}} - z_i^{\text{fit}}(A, r)}{z_i^{\text{SEM}}} \right)^2.$$
(8)

Отклонение ξ усредняется в (8) по всем пяти измерениям профиля S(E) (рис. 11ж). Gebauer и др. (1997 г., см.ссылку в [151]) обнаружили минимальное отклонение параметров Makhov-профиля $A = (2,75 \pm 0,25)$ мг см⁻² кэВ^{-r} и $r = 1,7 \pm 0,05$, как это видно на рис. 11з. Данные параметры находятся в хорошем согласии с результатами расчётов Ghosh (1995 г. [148]) методом Монте-Карло.

При расчётах ξ учтены все пять кривых на рис. 11ж. Минимальное отклонение указано заштрихованной областью на рис. 11з в точке $A = (2,75\pm0,25)$ мг см⁻² кэВ^{-r} и $r = 1,7 \pm 0,05$ (Gebauer и др. 1997 г. [151]).

5.5. Расчёт профилей распределения дефектов по глубине

Захват позитронов дефектами может происходить после термализации в процессе диффузии. Диффузия позитронов обычно описывается с помощью второго закона Фика. Для расчёта профилей дефектов по глубине достаточно решить уравнение одномерной диффузии.

Возможные параметры данного измерения доплеровского уширения аннигиляционного пика — это параметры формы (*S* или *W*), а при измерении времени жизни позитронов — компоненты времени жизни позитронов τ и их интенсивности I_i или так называемое относительное количество позитронов *F*. Распределение параметров аннигиляции в единицах измерения глубины — это профиль распределения дефектов в образце, представленный в виде свёртки выражения, описывающего профиль проникновения P(z, E), которое, в свою очередь, зависит от позитронной диффузии. Профиль поглощённых в материале позитронов размывается изза наложения профиля диффузии позитронов. Уравнение диффузии нужно решать численно. Однако профиль распределения дефектов по глубине сложно определить непосредственно. Для численной процедуры образец обычно делят на части, достаточно тонкие, чтобы допустить в них постоянство концентрации дефектов и плотности позитронов. Параметры аннигиляции подгоняют в виде функции энергии с помощью нелинейной процедуры, и таким образом получают распределение дефектов в направлении, перпендикулярном поверхности.

VEPFIT — это пакет программ по оценке данных, полученных в ходе экспериментов с использованием пучков медленных позитронов (van Veen и др. 1990, 1995 гг.) [133]). Гауссовы кривые являются аналитической функцией профиля дефектов или тонкого среза с постоянной концентрацией дефектов и рассматриваются как входные данные для специальных программ. Так же как и гауссиан, ступенчатая функция распределения концентрации дефектов может адекватно описывать экспериментальные данные. Довольно часто становится невозможным определить, какая функция наилучшим образом описывает реальный профиль дефектов. Это происходит из-за широкого профиля имплантации позитронов и их диффузии, которая также есть функция концентрации дефектов.

Ещё один алгоритм (программа POSTRAP) для оценки профилей медленных позитронов по глубине с целью измерения распределения концентрации дефектов представлен в работе Ghosh и Aers (1999 г.) [150]. Эта программа позволяет изучить влияние дефектов и электрического поля на диффузию позитронов, что даёт возможность получить произвольные формы профилей имплантации позитронов.

Пример определения профиля дефектов показан на рис. 12а, б. Параметр S был измерен как функция энергии имплантации позитронов в кремнии, имплантированном мышьяком (Gebauer и др. 1997 г. [151]). Эти данные подгоняли с помощью программы VEPFIT, рассматривая модель четырёх пластинок с различной плотностью дефектов или нормальное (гауссово) распределение дефектов. Структура слоя, которая показала наилучшие результаты подгонки, представлена на рис. 126 (Gebauer и др. 1997 г. [151]).

Вышеупомянутые программы также обеспечивают получение относительного числа позитронов, которые диффундируют обратно к поверхности, f_s . Эксперименты по обратной диффузии обладают тем преимуществом, что скорость захвата позитронов на ловушках можно определить также в случае насыщенного захвата позитронов дефектами, в отличие от обычных методов, описанных разделах 5.4. и 5.5.

Это означает, что, в принципе, верхнего предела чувствительности для данного метода не существует. Однако нижний предел сравним с обычными методами, так как имеются ограничения по минимальной доле позитронов, аннигилирующих из дефектов. Доля аннигиляции η может быть рассчитана из f_s как функция энергии падающего позитрона, т.е. профиля распределения по глубине:

$$\eta(E) = 1 - \frac{f_{\rm s}(E)}{f_{\rm s}^{\rm ref}(E)},\tag{9}$$

где $f_s(E)$ — значение, относящееся к рассматриваемому образцу, а $f_s^{ref}(E)$ — соответствующая доля обратной диффузии в эталонном, свободном от дефектов образце (Mäkinen и др. 1986 г. [133]).



Рис. 12. (а) *S*-параметр как функция энергии падающих позитронов для образца кремния, имплантированного мышьяком при дозе 5×10^{13} см⁻² (60 кэВ). Экспериментальная кривая получена по VEPFIT (подгонка по вариации энергии позитронов). Данные и подгонка для Si, свободного от ловушек, показаны как эталон. (б) В качестве модели для подгонки выбраны четыре среза с различными плотностями дефектов или гауссово распределение дефектов. По-казана структура слоя, которая дала наилучшие результаты подгон-ки (Gebauer и др. 1997 г. [151]). (в) Комбинация сканирующего электронного микроскопа (Zeiss/Leo) и позитронного микрозонда, реализованного в Университете Бонна (Greif и др. 1997 г., см. ссылку в [171]). Позитронный пучок направляют через оптическую ось микроскопа. Электронный пучок используется для выбора области при измерении доплеровского уширения.

5.6. Позитронная микроскопия и микрозондирование

В последние годы в дополнение к рассмотренным экспериментальным методам стали доступны новые методики позитронной спектроскопии, хотя отчасти они находятся в стадии разработки или имеют ограниченное применение для исследований дефектов. Поэтому мы рассмотрим их кратко, с целью получения полной картины возможностей данных методов. Метод, основанный на использовании пучка медленных позитронов (раздел 5), имеет ограничения только по пространственному разрешению. Разработка позитронных пучков с повышенной яркостью и точной фокусировкой позволит исследовать материалы с помощью позитронного микроскопа или микрозонда (см. следующий раздел 5.7).

Первый просвечивающий позитронный микроскоп (TPM) был реализован van House и Rich в 1988 г. [133, 137]. Они достигли 55-кратного увеличения при прохождении позитронов через полимерную фольгу. Просвечивающий позитронный микроскоп может иметь и много новых применений по сравнению с просвечивающим электронным микроскопом (ТЕМ). Сравнение механизмов формирования контраста в ТРМ и ТЕМ может дать ценную информацию по конкретным элементам на эффективной площади отражения. Пониженное малоугловое рассеяние позитронов управляется путём более эффективного экранирования ядер. Необходимо отметить, что существует значительное различие между электронной и позитронной микроскопией в контрасте амплитуд, которое зависит от атомного номера Z. Таким образом, сравнение механизмов получения контраста для обеих методик может дать важную информацию о химических свойствах материалов.

В микроскопе, основанном на явлении реэмиссии позитронов (PRM), используется эффект отрицательной работы выхода позитронного пучка на некоторых поверхностях (см. Schultz и Lynn, 1988 г. [152]). При этом выполняется экспозиция поверхности образца в позитронном пучке с энергией несколько килоэлектронвольт. Проникающие позитроны термализируются и диффундируют, в результате большая их часть достигает поверхности. Поперечное распределение реэмитированных позитронов используется для формирования изображения с помощью детектора позитронов на основе многоканальной пластины [153]. Когда приповерхностные дефекты препятствуют эмиссии позитронов, на этом изображении получается (проявляется) тёмный контраст. Таким образом, PRM представляет собой чрезвычайно чувствительный инструмент для определения позитронно-активных дефектов на поверхности и в приповерхностной области. Такой микроскоп был реализован в отражающей конфигурации House и Rich (1988 г., см. ссылку в [133]); было получено пространственное разрешение 2,3 мкм.

В настоящее время позитронная микроскопия находится на ранней стадии развития. Основным недостатком данной методики является отсутствие позитронного пучка с достаточной яркостью и ограниченное пространственное разрешение, поскольку недоступны точечные источники позитронов.

Перспективные разработки Боннского университета (Германия) представляют собой комбинацию SEM с позитронным микрозондом. Изображение, полученное с помощью SEM, использовали при выборе в образце области для последующих позитронных измерений с более высоким разрешением по плоскости. Для этих целей моноэнергетический позитронный источник был интегрирован в оптическую систему промышленного электронного микроскопа (Greif и др. 1997 г., см. ссылку в [133]). Для энергетической фильтрации позитронов электронную пушку заменили магнитной призмой, через которую направлялись электронный и позитронный пучки, при этом на оптической оси микроскопа магнитное поле было одинаковым (рис. 12в).

5.7. Принципы получения позитронных пучков

В течение нескольких лет высокочастотный низкоэнергетический позитронный пучок стал эффективным инструментом для спектроскопии дефектов, основанной на измерении времени жизни позитронов в приповерхностном слое [155-157]. Позитроны из радиоактивного источника термализуются в тонком слое монокристаллического вольфрама и повторно эмитируют с энергией, близкой к 3 эВ, и с общей эффективностью около 2×10^{-4} . Реэмитированные позитроны формируют непрерывный пучок. Основной принцип формирования импульсного пучка основывается на сжатии непрерывного позитронного пучка в импульсы длительностью 100 пс в области мишени при использовании специальных радиочастотных (высокочастотных) устройств. Тактовые сигналы для измерения времени жизни получают от одного из аннигиляционных фотонов, а соответствующие синхросигналы генерирует радиочастотная система. Диаметр позитронного пучка в такой системе составлял около 4 мм. Первая система такого типа была введена в эксплуатацию в 1988 г. Она позволяла проводить измерения времени жизни в зависимости от энергии позитрона, а значит, и глубины проникновения в образец. В 1993 г. система была модифицирована с целью повышения качества измерений спектра времени жизни (уменьшения вклада фоновых сигналов, снижения уровня сигналов от обратного рассеяния), а также увеличения временны́х интервалов измерения до 20 нс и достижения наилучшего коэффициента заполнения [154]. Кроме того, такая система позволяла проводить измерения в зависимости от температуры.

В системе была установлена камера для in situ отжига фольги из монокристаллического вольфрама, а также предформирователь, который сжимал непрерывный пучок в импульсы полушириной 1,7 нс на полувысоте с помощью пилообразных импульсов напряжения в пролётной трубе. Более подробную информацию можно найти в [155]. Последующее усовершенствование такой системы было проведено совсем недавно (рис. 13). С целью понижения уровня фоновых сигналов расстояние между источником и детектором было увеличено, а прерыватель помещён позади, на линии прохождения пучка. Новый основной формирователь, работающий на частоте 50 МГц, установленный на пролётной трубе и ускорителе, впоследствии удалялся от мишени, оставляя больше пространства перед камерой с образцом и таким образом снижая влияние обратного отражения позитронов.

Встроенный фильтр Вина предотвращает повторное достижение поверхности для позитронов, отражённых обратно при углах, меньших 90°. Дифференциальная



Рис. 13. Схема усовершенствованной установки генерации низкоэнергетического импульсного позитронного пучка.

откачка обеспечивает возле мишени вакуум около 10⁻¹⁰ мбар. Кроме того, недавно установленная система замены образцов позволяет исследовать несколько образцов без нарушения вакуумных условий. Новая система регулировки температуры позволяет изменять температуру образцов от 10 до 600 К, при этом камера для образцов находится в горизонтальном положении, что даёт возможность исследовать жидкие материалы, в особенности жидкие металлы и сплавы. Кроме возможности осуществлять измерения времени жизни как функции энергии позитрона, а значит, глубины проникновения позитронов в образец, существует ещё одно преимущество данной системы по сравнению с обычной методикой измерения времени жизни — это отсутствие ограничений интенсивности позитронов, обусловленных случайными совпадениями. Один из тактовых сигналов поступает из высокочастотной системы, а конечный уровень совмещения эквивалентен скорости счёта детектора для аннигиляционных фотонов (единая скорость) с этим тактовым сигналом. В случае использования очень интенсивного основного источника позитронов скорость отсчёта может повышаться практически неограниченно.

5.8. Экспериментальные результаты, полученные с помощью импульсного пучка

На рисунке 14 представлены типичные результаты для среднего времени жизни в зависимости от энергии имплантации E и глубины проникновения $z_1(E)$. Различ-

ная форма кривых на рис. 14а определяется обратной диффузией и влиянием поверхности. Исследовались два образца кремния n-типа с концентрацией примесей 10¹⁵ см⁻³. При энергиях имплантации более 5 кэВ среднее время жизни т_m для обоих образцов было практически одинаковым и принималось постоянным. При меньших энергиях имплантации значения τ_m очень сильно различались. Измеренные спектры времени жизни для кремниевых образцов, с поверхности которых был удалён слой оксида, можно было анализировать с помощью только двух компонент времени жизни с соответствующими интенсивностями: 385 и 225 пс. Интенсивность большей компоненты времени жизни уменьшается приблизительно до 75%, а при энергиях имплантации 18 кэВ — до 10 % из-за вероятности обратной диффузии позитронов к поверхности. Время жизни, равное 385 пс, как правило, отвечает позитронной аннигиляции вблизи поверхности [157-162]. Хорошо известно, что меньшее время жизни, 225 пс, характерно для бездефектного монокристалла кремния. Среднее время жизни в слое оксида на поверхности монокристалла кремния увеличивается до 1650 пс при низких энергиях имплантации. Анализ результатов измерений времени жизни выявил три компоненты времени жизни: 1350, 450 и 225 пс с соответствующими интенсивностями. Очень большое время жизни явно отвечает формированию позитрония (Ps) в слое оксида. Время жизни 450 пс результат влияния пор, содержащихся в оксиде и на границе раздела оксид-монокристалл кремния, тогда



Рис. 14. (а) Среднее время жизни позитронов в кремнии n-типа со слоем оксида и без него в зависимости от энергии имплантации позитронов и от средней глубины проникновения, (б) среднее время жизни позитронов в SiC n- и p-типа со слоем оксида разной толщины в зависимости от энергии имплантации позитронов и от средней глубины проникновения позитронов, (в) зависимость среднего времени жизни позитронов в SiC p-типа после имплантации Al и последующего отжига от средней глубины проникновения. Для сравнения представлены также результаты для образцов, полученных сразу после выращивания, (г) зависимость τ_1 (наименьшего времени жизни) в образцах SiC, имплантированных ионами Al, от энергии имплантации позитронов. Время жизни второй компоненты $\tau_2 = 480$ пс, (д) зависимость среднего времени жизни позитронов в SiC p-типа, представленном на рис. б, от энергии имплантации позитронов и средней глубины проникновения.

как величина 225 пс — это время жизни позитрона в объёмном монокристалле кремния. На рисунке 14г, д показано время жизни для образцов 4H-SiC с различной степенью легирования и с разной толщиной слоя оксида, 30 и 70 нм соответственно.

У легированных образцов n-типа обратная диффузия к поверхности аналогична наблюдаемой в легированных образцах SiC p-типа, что можно объяснить отрицательным зарядом свободных носителей. Особенно заметно это проявляется в диапазоне энергий 4–12 кэВ. Для обоих образцов имело место формирование позитрония (Ps) в слое оксида. Для легированного образца SiC p-типа спектр времени жизни был подогнан (аппроксимирован) к трём компонентам времени жизни с соответствующими интенсивностями. Результаты приведены на рис. 14в.

Снятый с датчика сигнал времени жизни ортопозитрония наблюдался только в слое оксида толщиной 70 нм, и его интенсивность быстро уменьшалась с уменьшением энергии имплантации. Время жизни т2 соответствует скоплениям вакансионного типа, вероятнее всего микротрубкам, возникающим в процессе роста кристалла. Даже при больших энергиях имплантации интенсивность второй компоненты времени жизни I₂ всё равно оставалась около 10%. Наименьшее время жизни т₂ обычно соответствует объёмному монокристаллу и уменьшается вследствие захвата позитронов дефектами и поверхностными состояниями, особенно при низких энергиях имплантации. SiC является перспективным материалом для детекторов ядерного излучения, работающих в области высоких температур [161]. Однако производство таких устройств требует локальной модификации уровня легирования. Большая величина диффузионного пробега примесей приводит к необходимости использовать высокие температуры обработки, превышающие 2300 К, которые разрушают SiC [162, 163]. В этом случае альтернативой может служить ионная имплантация, которая позволяет использовать низкие температуры обработки и структурирует пластину [164]. Но при этом процессе также возникают радиационные дефекты. С целью изучения дефектов после ионной имплантации и последующего отжига было проведено измерение времени жизни для различных образцов 4H-SiC. Образцы представляли собой эпитаксиальные слои p-SiC толщиной около 4 мкм, выращенные на подложке SiC п-типа с уровнем легирования 7.3×10^{18} см⁻³. Имплантация примесей Al была проведена при пяти различных энергиях, с целью получения однородного имплантационного профиля, с суммарной дозой 2,35× $\times 10^{13}$ см⁻². Результаты представлены на рис. 14д.

Средняя величина времени жизни после имплантации и отжига сравнивалась с результатами измерений объёмного кристалла SiC р-типа проводимости. Для этого образца при наименьших энергиях имплантации из-за аннигиляции на поверхностных состояниях наблюдалось возрастание среднего времени жизни τ_m . С возрастанием энергии значение τ_m быстро уменьшалось до 141 пс, что идентично расчётным данным и характерно для объёмных монокристаллов [165].

Результаты измерений для имплантированных ионами Al образцов кардинально отличались. Для энергий имплантации позитронов от 2 до ~ 10 кэВ наблюдалось время жизни 218 пс (рис. 14д), что является признаком насыщенного захвата на дефектах, возникших в результате имплантации Al.

Данные измерений очень близки к расчётным значениям времени жизни, 216 пс, полученным для дивакансий $V_{\rm Si}, V_{\rm c}$ [166]. Время жизни τ_1 для образца, представленного на рис. 14д, не характерно для массивных монокристаллов; скорее всего, это значение является комбинацией результатов измерений (сигналов), полученных для массивного материала и наведённых дефектов. После отжига дефектные и имплантированные области полностью восстанавливались. Время жизни 494 пс для проаннигилировавших позитронов немного больше, чем значение 480 пс, полученное для свежевыращенных образцов. Причина роста т_т при энергии выше 10 кэВ однозначно не определена. Такая особенность наблюдалась только для эпитаксиальных образцов и, возможно, объясняется спецификой выращивания и/или влиянием р-п-перехода.

5.9. Сканирующий позитронный микроскоп

Естественно, что следующим шагом после создания импульсного позитронного пучка диаметром несколько миллиметров является снижение диаметра пучка до микронного размера. В сканирующем позитронном микроскопе (SPM) используется позитронный пучок переменной энергии с микронным диаметром. Такой SPM — это комбинация обычного сканирующего электронного микрозонда и импульсного позитронного микрозонда с пятном микронных размеров и длительностью импульса около 100 пс.

В режиме электронного пучка поверхность образца отображается обычным образом. Интересующие участки могут быть выбраны на этом изображении неразрушающим способом для последующего неразрушающего исследования и анализа с помощью позитронного микрозонда [166-168]. Данная методика основывается на опыте исследований позитронного пучка и последних достижениях в области оптики частиц. Фундаментальное различие между системами с позитронным и электронным пучками заключается в значениях плотности потока источников. Плотность потока типичного источника электронов на LaB₆ превышает плотность потока моноэнергетического пучка позитронов на 16 порядков. Однако использование интенсивного источника позитронов улучшает это соотношение на несколько порядков [169]. Зонд, обеспечивающий работу сканирующего позитронного микроскопа, должен как можно лучше сопровождать (поддерживать) поток позитронов, в отличие от обычного пучка, обеспечивающего работу сканирующего электронного микроскопа, принцип действия которого основан на узких апертурах и соответствующих потерях интенсивности. Следовательно, для SPM необходимо применение повторного замедления. Разработка SPM требует решения таких наиболее важных задач, как обеспечение достаточного пространственного и временного разрешения, эффективное использование позитронного излучения, достаточная стабильность работы механических и электрических систем, низкий уровень магнитного фона и приемлемый размер камеры для образцов. Полная схема установки представлена на рис. 15а.

Данная система работает в условиях сверхвысокого вакуума, $10^{-9} - 10^{-10}$ мбар. Камера для образцов с размерами $20 \times 20 \times 3$ мм размещается с помощью манипулятора подачи образцов. Без потерь пространственного разрешения наименьшая площадь сканирования в режиме позитронов и электронов составляет 600 × 600 мкм. С



Рис. 15. (а) Схема сканирующего позитронного микроскопа: *1* — источник излучения и замедлитель, *2* — пролётная труба для формирования импульсов (пилообразных), *3* — первый формирователь, *4* — ускоритель, *5* — переключатель пучков, *6* — блок повторного замедлителя, *7* — второй формирователь, *8* — главный ускоритель (0,5–30 кэВ), *9* — сканирующие (отклоняющие) катушки, *10* — камера для образцов с манипулятором, *11* — линза, формирующая зонд, с детектором, расположенным на центральной оси канала, *12* — замок, *13* — электронная пушка, Р — отверстие для откачки. (б) Изображение в электронах сетки из золота с шагом 360 мкм и шириной перемычек 30 мкм.

помощью манипулятора камеры любой интересующий участок образца может быть расположен в пределах области сканирования. Аппарат замедлителя источника позитронов соединён с первым ускорителем и вырабатывает непрерывный пучок позитронов с кинетической энергией 20 эВ, который затем направляется в пролётную трубу, где применяется пилообразный сигнал с частотой повторения 50 МГц. Сжатие непрерывного пучка позитронов происходит каждые 20 нс в пучки с шириной импульса 2 нс. Сжатие в пролётной трубе намного эффективнее, чем обычное разделение луча (где потери составляют 30 %, а в трубе потери снижаются до ~ 10 %). Позитроны, покинувшие пролётное пространство, ускоряются до 800 эВ синусоидальным формирователем (резонатором). Первый формирователь имеет конструкцию, аналогичную использованной ранее в [171]. Гаситель шумов пучка, расположенный перед входом в формирователь, подавляет фоновые сигналы, возникающие за счёт позитронов, находящихся вне импульса предформирователя. Первый формирователь увеличивает ширину импульса с 2 до 200 пс с помощью повторного замедлителя, который представляет собой кристалл вольфрама, охлаждённый в криостате до температуры жидкого азота (80 К). После охлаждения кристалла вольфрама поперечный разброс энергии повторно замедленных (повторно эмитированных) позитронов снижается в три раза и в конечном счёте понижается до 40 % на диаметре пятна. В ближайших экспериментах, которые планируют авторы, намечено охладить кристалл вольфрама до температур жидкого гелия с целью дальнейшего снижения поперечного разброса энергии.

Оптика блока повторного замедления — это комбинация электрических и магнитных линз, которые фокусируют входящий параллельный позитронный пучок на повторный замедлитель и, кроме того, направляют излучаемые повторно замедленные позитроны в виде параллельного пучка с кинетической энергией 200 эВ [170, 171]. С целью разделения входящего и повторно замедленного пучков и направления более позднего из них в оптическую колонну в системе установлен тороидальный отражатель. На входе в оптическую колонну номинальное значение диаметра пучка составляет 1,5 мм при ширине импульса около 100 пс. Оптическая колонна состоит из ускорителя для обеспечения энергии имплантации от 0,5 до 30 кэВ, катушек отклоняющей системы, камеры для образцов и магнитных линз, формирующих зонд.

На входе ускорителя пульсирующий пучок поступает в большую камеру Фарадея (внутри камеры для образцов) и в магнитное поле линз, формирующих зонд при напряжении, соответствующем конечной стадии имплантации. Витки отражателя для магнитного поля, управляющего сканирующим пучком, установлены вне вакуумной камеры. Ввиду большого разнообразия методик измерений с помощью позитронного пучка камера для образцов полностью отличается от аналогов, применяемых в сканирующем электронном микроскопе. Для повышения скорости счёта аннигиляционных фотонов требуется детектор как можно большей площади, который необходимо помещать как можно ближе к камере для образцов. С другой стороны, половина пространства в передней части камеры должна быть освобождена от материала для подавления искажений спектра времени жизни, которые могут возникать в результате аннигиляции обратно отражённых позитронов на стенках вакуумной камеры. Основные требования к конструкции должны соответствовать однополюсной линзе с боковыми зазорами, которая расположена позади камеры с образцами вне вакуумной камеры с детектором излучения внутри полюсного башмака центрального поля [171].

Сцинтилляционный счётчик на основе BaF2 установлен непосредственно на фотомультиметре Valvo-XP-2020-Q, который используется в качестве детектора позитронов с энергией 511 кэВ. В повторном замедлителе размер пятна пульсирующего пучка уменьшается до 20 мкм. Плотность фазового пространства реэмитированных с этого пятна позитронов превышает плотность на одном из первых замедлителей в 3×10^4 раз. Ранее типичный коэффициент передачи в фазовом пространстве только на одном этапе повторного замедления составлял лишь 20 [134, 171]. Это означает, что в данном SPM один этап повторного замедления соответствует трём этапам, которые необходимы для других методов [134, 166, 171], причём конечная величина интенсивности будет уменьшена в 25 раз. Такое улучшение достигнуто благодаря хорошо сбалансированной системе передачи позитронного пучка, уникальным характеристикам однополюсной линзы и применению сжатия во времени. Коэффициент передачи в фазовом пространстве при этом возрастает в 50 раз.

Изображение, полученное с помощью электронного пучка, который проходит такую же оптическую колонну, что и позитронный пучок, — это быстро получаемый и важный эталон для выбранной области, которая затем будет исследоваться с помощью позитронного пучка, что обеспечивает идеальную фокусировку и юстировку оптической колонны. Изображение сетки из золота, полученное с помощью электронного пучка, представлено на рис. 156.

Фактическое формирование (модулирование пучка по плотности) и эффективность повторного замедления определены как 70 % и 23 % соответственно. Пространственное разрешение, измеренное для позитронного пучка, составляет 1 мкм. Для электронного пучка это значение было немного меньше. Для практических при-

Таблица 4. Классификация ИП для СВЧ-диагностики





менений необходимо использовать предварительный источник позитронов с целью получения приемлемого времени измерений. Типичный спектр времени жизни содержит 10^6 отсчётов. Планируется использовать предварительный источник позитронов на $1 \text{Ci}^{58}\text{Co}$. При указанной ранее величине эффективности использование такого источника позволит получить 5.8×10^5 позитронов в секунду на мишени и уровень 2×10^4 с⁻¹ на детекторе аннигиляционных фотонов. Для очень интенсивного источника, сконструированного на реакторе [67, 171], ожидается увеличение на три порядка.

Необходимо отметить успешное применение в работах [172, 173] микрозонда на пучке протонов (метод PIXE) и микрозонда на основе позитронного пучка для анализа процесса сегрегации и диффузии на границах зёрен микронных размеров.

В работах [172, 173] в полированные образцы α -Fe имплантировали ионы Al⁺, C⁺, Ti⁺ при нескольких дозах, 2×10^{17} и 5×10^{17} см⁻², и анализировали области сегрегации примесей. Проводился также анализ по границам зёрен и в областях скоплений вакансий с междоузельными атомами углерода (2,3 атома), т.е. исследовались комплексы дефектов — вакансия плюс несколько междоузельных атомов углерода. В работе авторов [173] на тех же образцах α -Fe, облучённых сильноточным электронным пучком с разным числом импульсов, были



рассмотрены процессы сегрегации атомов углерода, а также диффузии вакансий Fe. Междоузельные атомы углерода объединялись в области с высоким содержанием углерода, из которых затем в процессе последующего облучения сильноточным электронным пучком формировались кратеры. В результате значительно изменялся рельеф поверхности полированных образцов α -Fe [172, 173].

Описанные в данном разделе пульсирующий позитронный пучок и сканирующий позитронный микроскоп — это первые действующие системы такого типа. Обе системы разработаны не только для демонстрации явлений (принципов), но и для практического применения. Данные разработки открывают новые возможности для исследований в микрометровом (и менее) диапазоне приповерхностных областей, что особенно важно для физики твёрдого тела, материаловедения и наноструктурных материалов, в первую очередь нанокомпозитных, сверхтвёрдых и термически стабильных покрытий [174].

6. Ближнеполевая СВЧ-диагностика материалов и сред

Ближнеполевая СВЧ-диагностика — неразрушающий прямой метод исследования, позволяющий получать информацию о поверхностных и приповерхностных свойствах различных сред. Она базируется на регистрации части СВЧ-воздействия, локализованной в ближнем поле зонда. Это позволяет резко поднять пространственное разрешение и преодолеть дифракционный предел для данных частот [175–179].

Локализация СВЧ-сигнала в ближнем поле производится с помощью установок, конструкция и принцип работы которых рассмотрены ниже. Основными факторами, определяющими пространственное разрешение и точность измерений (отношение сигнал/шум), являются: конструкция установки, свойства изучаемого материала, размер измерительного зонда, а также расстояние от зонда до поверхности образца. Анализ данных производится с привлечением достаточно сложного аппарата математической физики, методов численного анализа, а также экспериментальных методов диагностики материалов в СВЧ-диапазоне [175–179].

В таблице 3 представлена классификация методов ультрамикроскопии (на наноуровне), где выделены направления ближнеполевой сканирующей микроскопии, микроволновой и микрозондовой. Высокого разрешения удаётся добиться с помощью специальной конструкции измерительных преобразователей (ИП). В таблице 4 представлена классификация ИП для СВЧдиагностики. Как видно из табл. 4, существуют два класса ИП для СВЧ-диагностики — резонаторные и волновые системы, которые в свою очередь делятся на подклассы. Обозначения в таблице: ВДР — внутренний диэлектрический резонатор (ДР), МДР — микроволновый ДР, ОДР открытый ДР, ПП — передвижная платформа, БПВ ближнеполевое взаимодействие, ЧЭ — чувствительный элемент, КИА — коаксиальная измерительная аппаратура, ЦОР — цилиндрический открытый резонатор.

Ближнеполевая СВЧ-диагностика активно применяется для изучения поверхности диэлектрических и полупроводниковых плёнок и получения карт распределения диэлектрической проницаемости, обнаружения



Рис. 16. (а) Разновидности измерительных преобразователей. (б) Схема микроволнового микроскопа. (в, г) Геометрические схемы РИП микроволновых микроскопов.

мелких дефектов и неоднородностей, анализа нелинейных характеристик. Такая диагностика широко применяется в области биологии и медицины. В приложении к задачам исследования биологических объектов СВЧволны выгодно отличаются от волн оптического и инфракрасного диапазонов сравнительно высокой проникающей способностью (от нескольких миллиметров до дециметров). Поэтому становится возможным изучение не только поверхностных, но и глубинных слоёв (с соответствующей потерей пространственного разрешения по поверхности). Эта особенность применяется для анализа и визуализации структуры биологических объектов, например, визуализации опухолей [176, 178].

Перспективными являются СВЧ-исследования в области полупроводниковой микро- и наноэлектроники, так как они позволяют получать многопараметрическую информацию о поверхности и приповерхностных слоях. Одним из применений СВЧ-диагностики является микроволновая микроскопия в нанотехнологиях, которая в настоящее время используется, например, для анализа в технологии получения высокотемпературных сверхпроводников, визуализации поверхностного рас-



Рис. 17. Техника микроволнового сканирования микроструктур: (а) экспериментальный макет микроволнового сканирующего микроскопа, (б) результат двумерного сканирования профиля участка микросхемы (в цвете онлайн) (1 шаг — 5 мкм по осям *x*, *y*) [176, 178, 179, 207]. (в) Схема процесса диагностики материалов с использованием сканирующего ближнеполевого микроволнового микроскопа. Показано взаимодействие между коаксиальным зондом с открытым концом и образцом.

пределения проводимости, локальных измерений нелинейного СВЧ-отклика и т.д.

На рисунке 16а представлены разновидности измерительных преобразователей: коаксиальный, резонаторный (РИП) составной структуры с повышенной добротностью и микрополосковый [179]. На рисунке 16б приведена схема микроволнового микроскопа.

Основными преимуществами микроволновой микроскопии ближнего поля являются: многофункциональность, возможность дополнительного влияния на образец (постоянным электрическим полем, магнитным полем, дополнительным СВЧ-полем, механическим и силовым полем и др.) и, самое главное, возможность детального исследования свойств поверхностных слоёв в СВЧ-диапазоне.

В работе [176] были развиты физические основы микроволновой сканирующей микроскопии (МСМС) полупроводников и разработана общая концепция повышения пространственного разрешения (на уровне 100 нм) и чувствительности (многопараметровости) МСМС. Эта концепция заключалась в максимальной пространственной локализации энергии зондирующего СВЧ-поля в нормальной к объекту электрической составляющей резонаторного коаксиального микрозонда; в формировании сигналов сканирования с широким применением модуляционных принципов и дополнительной их информационной обработки современными средствами проектирования РИП для МСМС с разделением областей накопления СВЧ-поля и излучением в микрозонд. На рисунке 16в, г приведены геометрические схемы РИП при локальном изменении параметров образца.

Таблица 5. Микроволновая микроскопия в нанотехнологиях

Области применения микро- волновой микроскопии	Особенности микроволновой микроскопии
Существующие: • Технология высокотемпера- турных сверхпроводников • Визуализация распределения поверхностного сопротивления • Биология и медицина: визуализация структуры био- логических объектов; исследование и визуализация опухолей	 Многофункциональность Возможность дополнительно- го влияния на образец: постоянным электрическим полем; магнитным полем; СВЧ-полем; воздействием механического силового поля
Перспективные: • Полупроводниковая микро- и наноэлектроника • Многопараметровое исследование поверхности и приповерхности и приповерхностных слоёв, нанокластеров • Топология распределения электрофизических параметров материалов • Возможность нетепловой локальной модификации поверхностиых слоёв	 Возможность исследования свойств подповерхностных слоёв

В работах [176–179] этому же коллективу авторов удалось добиться пространственного разрешения в 1 мкм. Анализ параметров некоторых микроволновых микроскопов показывает [178], что в результате реконструкции (модернизации) разрешающая способность может быть повышена на порядок (т.е. пространственное разрешение этих микроволновых микроскопов может составлять 100 нм), а возможно, и лучше.

На рисунке 17а представлено фото экспериментального макета микроволнового сканирующего микроскопа, а на рис. 17б дано изображение участка микросхемы, полученное в результате двумерного сканирования профиля (в электронной версии статьи рис. 17б дан в цветном изображении).

В таблице 5 представлены области применения микроволновой микроскопии.

6.1. Принципы работы микроволнового микроскопа

Сканирующие микроволновые микроскопы используются для исследования материалов на микроволновых частотах и для измерения изменений сопротивления [180–185].

На рисунке 18а показана схема микроволнового микроскопа с ИП на основе отрезка коаксиальной линии, а на рис. 18б — схема микроволнового микроскопа с ИП на основе коаксиального резонатора. Микроволновый сигнал от источника поступает в линейный резонатор с коаксиальной линией передачи, ограниченной с одной стороны развязывающей ёмкостью, а с другой — открытым коаксиальным зондом. За счёт многократного отражения в коаксиальном резонаторе (с добротностью $Q \sim 10^2 - 10^3$) удаётся значительно уменьшить шум и повысить точность измерений, но при этом возникает необходимость перестройки параметров резонатора при измерениях на разных частотах.

Для того чтобы контролировать расстояние между образцом и зондом, устанавливается зависимость отражённого сигнала от расстояния до образца. Привязка системы к образцу преимущественно ёмкостная. Если образец металлический, то он представляет собой одну обкладку конденсатора, а другая формируется центральным проводником коаксиального зонда. При уменьшении расстояния между зондом и образцом ёмкость C_x возрастает (см. вставку на рис. 18а) [185], что приводит к падению резонансной частоты коаксиального резонатора. В одном предельном случае, когда зонд находится далеко от образца, линия передачи с открытым концом имеет конечный импеданс вследствие пограничной ёмкости (C_x и C_0 на рис. 18а). В этом случае данная система представляет собой полуволновой резонатор с резонансной частотой f₀. В другом предельном случае, когда образец находится в контакте с зондом, цепь замыкается. Такая схема имеет название "контакт Корбино" [186, 187]. В данном случае система является четвертьволновым резонатором (рис. 18б) и резонансная частота уменьшается на

$$\Delta f_{\max} = \frac{1}{2} \frac{c/2L}{\epsilon_r^{1/2}} \,, \tag{10}$$

где c — скорость света, L — длина коаксиального резонатора, $\varepsilon_{\rm r}$ — относительная диэлектрическая постоянная коаксиального кабеля. Для типичных расстояний между зондом и образцом смещение частоты достигает значений от 0 до Δf .



Рис. 18. (а) Схема микроволнового микроскопа с ИП на основе отрезка коаксиальной линии. (б) Схема микроволнового микроскопа с ИП на основе коаксиального резонатора. (в) Сканирование при комнатной температуре с помощью ближнеполевого микроволнового микроскопа. Образец расположен на передвижной платформе xy справа, а зонд находится на перемещающейся по оси z передвижной платформе, подвешенной на раме. Коаксиальный резонатор регулируется разъёмом на оптическом столе.

Протекающие токи вызывают в образце дополнительную диссипацию, наблюдаются также повышенные радиационные потери. Увеличение диссипации можно смоделировать следующим образом. Сопротивление R_x между конденсатором образец – зонд и землёй (см. вставку на рис. 18а) вызывает уменьшение добротности Q коаксиального резонатора. По мере движения зонда разрядник конденсатора и локальное сопротивление пластины будут меняться, меняя резонансную частоту и

315

добротность резонатора, а устройство обратной связи будет удерживать микроволновый источник на определённой резонансной частоте коаксиального резонатора [188], задавая таким образом режим сканирования.

В работе [182] использовались два микроскопа: для работы при комнатной температуре и криогенный микроволновый. Вид микроскопа, работающего при комнатной температуре, показан на рис. 18в. Образец крепится на управляемой вручную стойке, движущейся параллельно оси z, оснащённой комплексом для двухосного перемещения. Всё устройство, в свою очередь, может автоматически передвигаться параллельно оси х с шаговым разрешением 0,1 мкм. Зонд удерживается над образцом на автоматизированной платформе по вертикальной оси и привязан к жёсткой раме. Цифровая камера и бинокулярный микроскоп следят за расстоянием образец-зонд при сканировании. Микроскоп расположен на столике, который изолирует его от вибрации и позволяет получать субмикронное разрешение.

Криогенный микроскоп базируется на модели SQUID. Он состоит из системы криогенного (xy)-ползуна, который перемещает образец с точностью 1 мкм, и держателя *z*-коаксиального зонда с варьируемой высотой. Движение вдоль x - y осуществляется с помощью моторов с компьютерным управлением, работающих при комнатной температуре и передающих движение в криогенный ползун через вакуумноплотные гипотермические уплотнения. Микроскоп может функционировать при температуре от 4,2 К до комнатной.

6.2. Характеристики микроволнового микроскопа

6.2.1. Пространственное разрешение. Пространственное разрешение микроскопа определяется двумя линейными масштабами (которые должны быть значительно меньше длины волны для данной частоты) и может быть целенаправленно изменено в соответствии с задачами исследования. Первый масштаб — это характерный размер зонда [189, 190]. Как следует из рис. 17в, 18а, в, размер зонда задаётся диаметром центрального проводника коаксиального зонда или радиусом кривизны особенностей стержня разрядника зонда. Если конец центрального проводника острый, то электромагнитные поля сильно локализованы и размер зонда можно значительно уменьшить. Следует отметить, что иногда, в зависимости от конструкции, зонд нужно описывать двумя линейными параметрами.

Вторым размером, определяющим разрешение, является расстояние образец-зонд. В нашей системе это расстояние меньше длины волны излучения в свободном пространстве. Однако для того чтобы получить предельное пространственное разрешение, расстояние между зондом и поверхностью должно быть значительно меньше характерного размера самого зонда (рис. 17в, 18а-в). В принципе, можно установить туннельный режим сканирования для поддержания фиксированной высоты [191] или использовать силовой микроскоп в контактном режиме [192].

Следует отметить, что хотя ближнеполевая СВЧмикроскопия по сравнению с ближнеполевой оптической микроскопией имеет на два порядка худшее абсолютное пространственное разрешение, она отличается значительно лучшей кратностью преодоления дифракционного предела (с точностью до коэффициента эта кратность может быть выражена как отношение длины

волны к разрешению). Так, если для оптической ближнеполевой микроскопии разрешение составляет (0,01-0,1) λ, то для сканирующей ближнеполевой микроскопии кратность преодоления дифракционного предела (в зависимости от частоты) может достигать $10^4 \lambda$ и более.

Рис. 19. (В цвете онлайн.) (а) Схема коаксиального зонда с наконеч-

ником STM. (б) Оптическая микрофотография сетки инфракрасного

поляризатора на основе тонкой плёнки Al на майларе. (в) Сдвиг

частоты от точки измерения для сканирования вдоль штриховой

линии, показанной на рис. б.

Лучшее разрешение было получено для контактного режима при замене центрального проводника коаксиального зонда на острый наконечник. Исходный центральный проводник убирался и заменялся на гипотермическую трубку, а конец зонда размещался внутри (рис. 19а) [188-190]. При использовании такой конфигурации удалось получить серию линий шириной 0,5 мкм для тонкой плёнки Al, нанесённой на майларовую подложку (см. фото на рис. 196 при 7,5 ГГц). Линии отстоят друг от друга на расстоянии 2 мкм. На рисунке 19в дана развёртка смещения частоты вдоль штриховой линии, показанной на рис. 196. Существенное падение частоты совпадает с линиями для Al и имеет периодичность 2 мкм. Наблюдаемое изменение мощности сигнала обусловлено нарушением непрерывности контакта вследствие перемещения зонда по образцу при сканировании. Это показывает, что в данной конфигурации микроволновый микроскоп имеет пространственное разрешение менее 2 мкм.

Одним из преимуществ данного микроскопа является широкий динамический диапазон пространственного разрешения. Мы можем увидеть целую пластину, используя коаксиальный зонд с диаметром внутреннего проводника 480 мкм (как показано ниже) или очень тонкие структуры при использовании коаксиального зонда с острым концом. Могут также использоваться зонды с диаметром центрального проводника 200, 100 и 12 мкм, что обеспечивает возможность выбора пространственного масштаба [191] и позволяет увеличить скорость сканирования в случае, когда не требуется высокое разрешение.

6.2.2. Ширина полосы частот. Пространственное разрешение микроскопа не зависит от частоты измерения, и система может работать в широком интервале частот.





Рис. 20. (а) Распределение поверхностного сопротивления тонкой плёнки YBCO на сапфировой подложке диаметром 5 см при комнатной температуре. Зонд имеет центральный проводник диаметром 500 мкм, на высоте 50 мкм и при частоте 7,5 ГГц. Контурные линии (начиная от центра) соответствуют сопротивлению 100, 150, 200 и 250 Ом на площадь. На площади, отмеченной пунктиром, показано сопротивление при постоянном токе. (б) Карта поверхностного сопротивления тонкой плёнки YBCO, показанной на рис. а.

Это означает, что карту поверхностного распределения свойств материала можно получать точно на той частоте, на которой будет использоваться материал. Например, рассмотрим микроскоп с длиной коаксиального резонатора L = 2 м. В этом случае частота основной (фундаментальной) моды составляет приблизительно 50 МГц, и можно получить обертоны, кратные 50 МГц, доступные для получения изображения. Верхний предел частоты микроскопа задаётся в соответствии с рабочей шириной полосы электроники. На практике микроволновый источник имеет верхний предел частоты 50 ГГц. Однако микроволновая направленная катушка (соединительная муфта), детектор и коаксиальный кабель тоже могут ограничивать ширину полосы частот микроскопа. Тем не менее можно сконструировать микроскоп, который имеет почти непрерывное изображение по трём десяткам частот в диапазоне от 50 МГц до 50 ГГц.

6.3. Изображения

Поверхностное сопротивление тонких плёнок YBa₂Cu₃O_{7-δ}. Для анализа сверхпроводящих керамических образцов необходимы количественные непосредственные и неразрушающие методы исследования характеристик тонких плёнок. При этом метод должен обеспечивать высокое пространственное разрешение и быть высокоскоростным. Желательно также, чтобы установка для анализа имела простую конструкцию, состояла из коммерчески доступных компонентов и обеспечивала непосредственную интерпретацию изображения. Всем вышеперечисленным требованиям отвечает MCMC.

Неразрушающий способ получения изображений микроволнового поверхностного сопротивления был продемонстрирован с использованием различных систем резонансных зондов. Наилучшие результаты по изображению диссипации в образце получены при измерениях добротности Q [192]. Для определения взаимосвязи между Q микроскопа и поверхностным сопротивлением образца R_x была использована алюминиевая плёнка переменной толщины на стеклянной подложке [188]. Сечение тонкой плёнки клиновидное, поэтому можно сопоставить изменение поверхностного сопро-

тивления с параметрами сканирования. Используя зонд с центральным проводником диаметром 500 мкм и выбирая резонанс микроскопа и частоту 7,5 ГГц, авторы получили данные о смещении частоты и Q. Затем образец разрезали на узкие полоски и проводили измерения сопротивления в двух точках, определив локальное сопротивление поверхности. Показано, что добротность микроскопа достигает максимума при $R_x \rightarrow 0$; по мере увеличения R_x величина Q падает вследствие потерь тока, наведённого в образце, достигая минимума около $R_x = 660$ Ом на единицу площади для высоты 50 мкм. Таким же образом при $R_x \rightarrow \infty$ величина Q возрастает вследствие уменьшения токов в образце [193].

Для исследования возможностей системы была просканирована тонкая плёнка $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBCO) на сапфировой подложке диаметром 5 см при комнатной температуре. Толщина плёнки YBCO варьировалась от 100 нм по краям до 200 нм вблизи центра.

Смещение частоты и данные по Q были получены одновременно с использованием зонда с центральным проводником диаметром 500 мкм и частотой 7,5 ГГц. Сканирование заняло примерно 10 мин, разрешение составило ~ 0,5 мм (каждая из растровых линий шириной 0,5 мм). Затем авторы трансформировали данные по Q в изображение поверхностного сопротивления (см. рис. 18, 19), используя данные калибровки Q от R_x при высоте 50 мкм [193–195].

Данные на рис. 20а подтверждают, что, как и следовало ожидать, плёнка действительно отличается более низким сопротивлением вблизи центра. Заметим, что поверхностное сопротивление не имеет простой радиальной зависимости либо вследствие вариации стехиометрии по поверхности, либо из-за особенностей дефектной субструктуры. После сканирования плёнки YBCO авторы сделали диаграмму (серию полосок наносили механическим предметом, поэтому поверхностные свойства материала деградировали) и провели измерения сопротивления четырёхзондовым методом (см. рис. 18) [195]. Поверхностное сопротивление при постоянном токе имело пространственную зависимость (рис. 20б), идентичную данным микроволновых измерений, представленных на рис. 20а [193]. Однако абсолютные величины



Рис. 21. (В цвете онлайн.) Распределение элементов по поверхности образцов α-Fe, полученное с помощью микрозонда (PIXE, RBS): (а) после облучения электронным пучком (10 импульсов), (б) исходное состояние поверхности до облучения электронным пучком, (в) область облучения электронным пучком вынесена отдельно.

примерно в два раза превосходили результаты микроволновых измерений, что, вероятно, было следствием деградации плёнки из-за механических повреждений во время нанесения диаграмм [196, 197].

7. Заключение

Следует отметить, что в некоторых работах показано успешное применение как минимум нескольких современных микро- и нанозондов для анализа процессов сегрегации и диффузии: микропучок протонов для анализа с помощью RBS, PIXE и микрозонд на основе позитронного пучка (см., например, [198, 199]). Можно прогнозировать, что в перспективе для полного понимания физической картины процессов, происходящих в наноразмерных объектах (наноматериалах, нанокомпозитах), например, процессов усталостного разрушения, диффузии и сегрегации по границам зёрен, а также диагностики многослойных систем будет необходим целый комплекс дополняющих друг друга методов [200]. В работах [203, 204] на модельных образцах α-Fe, имплантированных ионами Al⁺, C⁺ или Ti⁺ при разных дозах, 2×10^{17} и 5×10^{17} см⁻², анализировали области сегрегации примесей (имплантируемых ионов и остаточных примесей, присутствующих в камере), в том числе по границам зёрен и в областях скоплений кластеров, состоящих из вакансии и нескольких междоузельных атомов углерода.

В других работах этих авторов [198, 201] было показано также на образцах α-Fe, облучённых сильноточным электронным пучком, формирование локальных областей с пониженной электронной плотностью, скоплений междоузельных атомов углерода, вакансий и их агломератов (см. рис. 21, 22). Последующее облучение этих образцов привело к образованию "кратеров", что значительным образом меняло морфологию полированных образцов [[198, 201] и рис. 22).

Другой пример успешного применения нано- и микрозондов — это использование семи методов анализа процессов усталостной прочности на субатомном уровне в изучении формирования тёмных пятен [205– 208], полос скольжения и ускорения химических реакций в нанообъёмах материала стали, где выделяются высокие локальные температуры [202, 209–212].

Необходимо отметить вклад российских учёных (теоретический и экспериментальный) в разработку ближнеполевой СВЧ-диагностики ферритов и сверхпроводящей керамики [213–215].

Микроволновая СВЧ-диагностика успешно используется для выявления опухолей и биологических объектов [216], при этом увеличивая глубину диагностики объекта до миллиметров или сантиметров и увеличивая площадь диагностируемой поверхности до квадратных миллиметров или сантиметров. В этом случае следует говорить о визуализации объекта, а не о наноразмерных дефектах, отдельных клетках и микросхемах, т.е. в этом случае мы выигрываем в глубине и площади анализа, а проигрываем в разрешении размера объекта (с нанометров до миллиметров или сантиметров) [217].

Представленные в данном обзоре результаты не претендуют на полное изложение новых перспективных методов, для этого написаны многие обзорные статьи и даже монографии, однако мы показали успешное применение микро- и нанозондов для диагностики материалов на субатомном уровне, информация о которых малодоступна или доступна только специалистам, работающим в данной области.

Таким образом, изложенная в обзоре информация будет интересна специалистам, занимающимся анализом и разработкой новых нанокомпозитных, наноконсолидированных и нанополимерных материалов, а также тем исследователям, которые занимаются изучением нанообъектов в медицине, биологии и на стыке этих направлений. Можно прогнозировать развитие и применение новых методов анализа, что будет способствовать ускорению процесса внедрения новых материалов, так как позволит более быстро и качественно разобраться в процессах на субатомном уровне в материалах будущего.

Работа выполнялась в рамках программы НАН Украины "Наносистемы, наноматериалы и нанотехнологии", проекта Ф41/20-2011 ГФФИ в Украине и проекта Т11К-058 БРФФИ с Белорусской стороны.

Авторы признательны сотрудникам Института прикладной физики НАН Украины г. Сумы, а также



Рис. 22. (а) Спектры обратного рассеяния ионов (RBS), полученные с помощью микрозонда от образцов α -Fe (с крупным зерном 2–3 мм): *I* — исходное состояние, *2* — облучение электронным пучком с плотностью энергии 2,5 Дж см⁻², *3* — облучение сильноточным электронным пучком, 3,5 Дж см⁻², *4* — облучение сильноточным электронным пучком, 5,5 Дж см⁻². (б) Распределения вакансионных дефектов по глубине, полученые с помощью медленного пучка позитронов, имплантированных в α -Fe (позитронный микрозонд), после воздействия сильноточного электронного пучка различной илотности: *I* — исходное состояние (крупное зерно размером более 3 мкм), *2* — 2,5 Дж см⁻², *3* — 3,5 Дж см⁻², *4* — 4,5 Дж см⁻², *5* — 5,2 Дж см⁻², *6* — 5,5 Дж см⁻².

Н.И. Слипченко (Харьковский национальный радиотехнический университет) за любезно предоставленные материалы их работ. Мы благодарны R. Krause-Rehberg и W. Triftshauser (Германия) за предоставленные материалы их работ, а также материалы будущей книги.

Список литературы

- 1. Vijayakumar M et al. Def. Sci. J. 39 (1) 13 (1989)
- 2. Еловиков С С Соросовский образовательный журн. (2) 82 (2001)
- 3. Cadel E, Fraczkiewicz A, Blavette D *Annu. Rev. Mater. Res.* **33** 215 (2003)

- 4. Chisholm M F, Pennycook S J Philos. Mag. 86 4699 (2006)
- 5. Черепин В Т Ионный микрозондовый анализ (К.: Наук. думка, 1992)
- 6. Reyntjens S, Puers R J. Micromech. Microeng. 11 287 (2001)
- 7. Watt F, Grime G W (Eds) Principles and Applications of High-Energy Microbeams (Bristol: A. Hilger, 1987)
- 8. Maggiore C J Scanning Electron Microsc. 1 419 (1980)
- 9. Breese M B H, Jamieson D N, King P J C *Materials Analysis using a Nuclear Microprobe* (New York: John Wiley, 1996)
- 10. Shibata H et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 260 321 (2007)
- 11. Raepsaet C et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 267 2245 (2009)
- 12. Takai M Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 113 330 (1996)
- 13. Sie S H Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 130 592 (1997)
- Przybylowicz W J et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 130 335 (1997)
- Vis R D The Proton Microprobe: Applications in Biomedical Field (Boca Raton, Fla.: CRC Press, 1985)
- Moretto Ph, Llabador Y Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 130 324 (1997)
- Llabador Y, Moretto Ph Applications of Nuclear Microprobes in the Life Sciences: An Efficient Analytical Technique for Research in Biology and Medicine (Singapore: World Scientific, 1998)
- 18. Demortier G Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 113 347 (1996)
- 19. Malmqvist K G Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 113 336 (1996)
- 20. Kertész Zs et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 267 2236 (2009)
- 21. Meijer J et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 161-163 898 (2000)
- 22. Röcken H et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 181 274 (2001)
- 23. Watt F et al. Int. J. Nanosci. 4 269 (2005)
- 24. Пономарев А Г Вісн. СумДУ, Сер. Фіз., мат., мех. (2) 46 (2008)
- 25. Watt F et al. Mater. Today 10 (6) 20 (2007)
- Ziegler J F, Ziegler M D, Biersack J P Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 268 1818 (2010); "SRIM — The stopping and range of ions in matter", http://www.SRIM.org/
- 27. Teo E J et al. Proc. SPIE 5347 264 (2004)
- 28. Legge G J F Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 130 9 (1997)
- 29. Вальтер А К (Ред.) Электростатические ускорители заряженных частиц (М.: Госатомиздат, 1963)
- 30. Teo E J et al. J. Vac. Sci. Technol. B 22 560 (2004)
- 31. Udalagama C N B et al. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B* 260 390 (2007)
- Schroeder J B, Howell C W, Norton G A Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 24-25 763 (1987)
- 33. Ferry J A Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A 328 28 (1993)
- 34. Гольдин Л Л Физика ускорителей (М.: Наука, 1983)
- 35. Mous D J W et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 130 31 (1997)
- 36. Mordyk S M et al. Rev. Sci. Instrum. 75 1922 (2004)
- 37. Mordyk S M et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 231 37 (2005)
- Miroshnichenko V et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 260 39 (2007)
- 39. Adamczewski J et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 130 57 (1997)
- 40. Kalbitzer S Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 158 53 (1999)
- Allan G L, Legge G J F, Zhu J Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 34 122 (1988)
- 42. Legge G J F et al. Rev. Sci. Instrum. 67 909 (1996)
- Colman R A, Legge G J F Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 73 561 (1993)
- 44. Vis R D et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 197 179 (1982)
- 45. Kurashima S et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 260 65 (2007)
- 46. Kurashima S et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 267 2024 (2009)
- 47. Pierce T B, Peck P F, Cuff D R A Nature 211 66 (1966)
- 48. Mak B W, Bird J R, Sabine T M Nature 211 738 (1966)
- 49. Maggiore C J Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 191 199 (1981)
- 50. Meijer J et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 99 423 (1995)
- 51. Stephan A et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 113 387 (1996)
- 52. Hawkes P W Quadrupoles in Electron Lens Design (New York: Academic Press, 1970)
- Явор С Я Фокусировка заряженных частиц квадрупольными линзами (М.: Атомиздат, 1968)
- 54. Дымников А Д, Явор С Я *ЖТФ* **33** 7851 (1963)
- 55. Дымников А Д и др. *ЖТФ* **35** 3431 (1965)

- Cookson J A, Ferguson A T G, Pilling F D J. Radioanalytical Chem. 56. 12 39 (1972)
- 57. Рябчиков А И, Пузыревич А Г ПТЭ (5) 209 (1990)

320

- Бондаренко В Н, Гончаров А В, Колот В Я Вопр. атом. науки и 58. техн. Сер. Ядерно-физические исслед. (4) 98 (1999)
- 59. Пономарев А Г и др. Прикладная физика (2) 28 (2008)
- Magilin D V et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 267 2046 (2009) 60.
- Rebrov V A et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 260 34 (2007) 61.
- Ponomarev A G et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 201 637 62. (2003)
- 63. Ponomarev A G, Miroshnichenko V I, Storizhko V E Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A 506 20 (2003)
- 64. Matsuyama S et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 260 55 (2007)
- 65. Grime G W, Watt F Beam Optics of Quadrupole Probe-Forming Systems (Bristol: A. Hilger, 1984)
- Watt F et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 210 14 (2003) 66.
- 67. Brazhnik V et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 77 29 (1993)
- Brazhnik V A et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 104 92 (1995) 68.
- 69. Moloney G R, Jamieson D N, Legge G J F Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 54 68 (1991)
- 70. Dymnikov A D, Jamieson D N, Legge G J F Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 104 64 (1995)
- 71 Butz T, Legge G J F Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 113 317 (1996)
- 72. Butz T et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 161-163 323 (2000)
- Ryan C G et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 158 18 (1999) 73.
- 74. Ryan C G, Jamieson D N Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 158 97 (1999)
- 75. Breese M B H et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 158 48 (1999)
- Ryan C G et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 181 12 (2001) 76
- 77. Datzmann G et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 158 74 (1999)
- Glass G A et al. MRS Proc. 908 0908-OO06-01 (2006) 78.
- Johansson S A E, Campbell J L, Malmqist K G (Eds) Particle-79. Induced X-Ray Emission Spectrometry (PIXE) (New York: Wiley, 1995)
- 80. Johansson S A E, Campbell J L PIXE: a Novel Technique for Elemental Analysis (Chichester: Wiley, 1988)
- 81. Intercomparison of PIXE Spectrometry Software Packages (IAEA-TECDOC-1342) (Vienna: IAEA, 2003)
- Ryan C G, van Achterbergh E, Jamieson D N Nucl. Instrum. Meth. 82. Phys. Res. B 231 162 (2005)
- 83. Ryan C G et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 260 1 (2007)
- Ryan C G et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 268 1899 (2010) 84.
- 85 Watt F et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 181 431 (2001)
- 86. Barapatre N et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 268 2156 (2010)
- 87 Andrea T et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 268 1884 (2010)
- Шипатов Э Т Обратное рассеяние быстрых ионов: теория, 88. эксперимент, практика (Ростов-на-Дону: Изд-во Ростовского ун-та, 1988)
- Tesmer J R, Nastasi M (Eds) Handbook of Modern Ion Beam 89. Materials Analysis (Pittsburgh, Pa.: Materials Research Society, 1995)
- 90 Molodtsov S L, Gurbich A F, Jeynes C J. Phys. D 41 205303 (2008)
- 91. Barradas N P et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 266 1338 (2008)
- 92. Samlenski R et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 190 324 (2002)
- 93. Llabador Y, Moretto Ph, Guegan H Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 77 123 (1993)
- 94. Sjöland K A et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 130 20 (1997)
- 95. Breese M B H et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 264 345 (2007)
- 96. Vizkelethy G et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 260 264 (2007)
- 97. Colombo E et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 267 2181 (2009)
- Vizkelethy G et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 267 2185 98.
- (2009)99
- Huddle J R et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 261 475 (2007) 100.
- Rossi P et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 181 437 (2001)
- 101. Mathis F et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 268 2078 (2010) 102. Manfredotti C et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 136-138 1333 (1998)
- 103. Жданкин В Современ. технологии автоматизации (3) 6 (2005)
- 104. Schrimpf R D et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 261 1133 (2007)
- 105. Fischer B E et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 158 245 (1999)

- 106. Cholewa M et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 130 275 (1997)
- Kamiya T, Hirao T, Kobayashi Y Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 107. 219-220 1010 (2004)
- 108. Reed R A et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 261 443 (2007)
- 109. Vizkelethy G et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 268 2092 (2010)
- 110. Barberet Ph et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 267 2003 (2009)
- 111. Khodja H et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 267 1999 (2009)
- 112. Arteaga-Marrero N et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 260 91 (2007)
- 113. Kirkby K J et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 260 97 (2007)
- 114. Kobayashi Y et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 210 308 (2003)
- 115 Imaseki H et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 260 81 (2007)
- 116. Konishi T et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 267 2171 (2009)
- 117. Springham S V et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 130 155 (1997)
- 118. van Kan J A et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 148 1085 (1999)
- 119. Watt F Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 158 165 (1999)
- 120. van Kan J A et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 161-163 366 (2000)
- 121. Chiam C Y et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 260 455 (2007)
- 122. van Kan J A, Bettiol A A, Watt F Appl. Phys. Lett. 83 1629 (2003)
- 123. van Kan J A, Bettiol A A, Watt F Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 181 258 (2001)
- 124. Menzel F et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 231 372 (2005)
- 125. Rajta I et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 267 2292 (2009)
- 126. van Kan J A et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 260 460 (2007)
- 127. van Kan J A, Bettiol A A, Watt F Nano Lett. 6 579 (2006)
- 128. Furuta Y et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 267 2285 (2009)
- 129. Ansari K et al. Appl. Phys. Lett. 85 476 (2004)
- 130. Ansari K et al. J. Micromech. Microeng. 16 1967 (2006)
- 131. van Kan J A et al. Int. J. Nanotechnol. 1 464 (2004)
- 132. Sum T C et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 210 266 (2003)
- 133. Krause-Rehberg R, Leipner H S Positron Annihilation in Semiconductors: Defect Studies (Berlin: Springer-Verlag, 1999)
- 134. Triftshäuser W, in Microscopic Methods in Metals (Ed. U Gonser) (Berlin: Springer-Verlag, 1986) p. 249
- 135. Pogrebnjak A D, Beresnev V M, in Nanocoatings, Nanosystems and Nanotechnologies (Ed. A Pogrebnjak) (New York: Bentham Science Publ., 2012) p. 290
- 136. Vehanen A et al. Appl. Phys. A 32 163 (1983)
- Vehanen A et al., in Positron Annihilation (Eds L Dorikens-137. Vanpraet, D Segers) (Singapore: Word Scientific, 1989) p. 39
- 138. Vehanen A et al. Phys. Rev. B 35 4606 (1987)
- 139. Brusa R S et al. Mater. Sci. Forum 105-110 1849 (1992)
- 140. Bauer-Kugelman W et al. Mater. Sci. Forum 255-257 662 (1997)
- 141. Beling C D et al. Appl. Phys. A 42 111 (1987)
- 142. Fisher D A, Lynn K G, Gidley D W Phys. Rev. B 33 4479 (1986)
- Kögel G Appl. Phys. A 63 227 (1996) 143.
- Kögel G et al. Phys. Rev. Lett. 60 1550 (1988) 144.
- 145. Akahane T et al. Appl. Phys. A 51 146 (1990)
- 146. Valkealahti S, Niemien R M Appl. Phys. A 32 95 (1983)
- 147
- Valkealahti S, Niemien R M Appl. Phys. A 35 51 (1984)
- 148. Ghosh V J Appl. Surf. Sci. 85 187 (1995)
- 149 MaxoB A Φ ΦTT 2 2164 (1960) [Makhov A F Sov. Phys. Solid State 2 1934 (1961)]
- 150. Ghosh V J, Aers G C Phys. Rev. B 51 45 (1995)

154

155.

156.

161.

162.

213 (1992)

- 151. Gebauer J, Krause-Rehberg R et al. Mater. Sci. Forum 255-257 204 (1997)
- Schultz P J, Lynn K G Rev. Mod. Phys. 60 701 (1988) 152 153. Schödlbauer D et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 34 258 (1988)

Coleman P G, Baker J A, Chilton N B Mater. Sci. Forum 105-110

Suzuki R et al. Jpn. J. Appl. Phys. 30 L532 (1991)

Willutzki P et al. Meas. Sci. Technol. 5 548 (1994)

157. Mills A P J, Gullikson E M Appl. Phys. Lett. 49 1121 (1986)

158. Bauer-Kugelmann W et al. Appl. Surf. Sci. 116 231 (1997)

Sonntag H, Kalbitzer S Appl. Phys. A 61 363 (1995)

160. Pensl G, Helbig R Adv. Solid State Phys. 30 133 (1990)

Muehlhoff L et al. J. Appl. Phys. 60 2842 (1986)

159. Duffy J A et al. Appl. Surf. Sci. 116 241 (1997

163. Brauer G et al. Phys. Rev. B 54 3084 (1996)

164. Uhlmann K et al. Analyt. Chem. 353 594 (1995)

- 165. Zecca A et al. Europhys. Lett. 29 617 (1995)
- 166. Triftshäuser W et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B 130 264 (1997)
- 167. Triftshäuser G et al. Appl. Surf. Sci. 116 45 (1997)
- 168. Uhlmann K, Britton D T, Kögel G Meas. Sci. Technol. 6 932 (1995)
- 169. Uhlmann K, Britton D T, Kögel G Optik 98 5 (1994)
- 170. Canter K F et al., in *Atomic Physics with Positrons* (Eds J W Humberston, E A G Armour) (New York: Plenum Press, 1987) p. 153
- 171. Triftshäuser W, in Proc. of the Intern. Workshop on Advanced Techniques of Positron Beam Generation and Control, JAERI, Japan, 1998, p. 57
- 172. Pogrebnjak A D et al. Phys. Lett. A 265 225 (2000)
- 173. Pogrebnjak A D et al. Phys. Lett. A 241 357 (1998)
- 174. Погребняк А Д и др. *УФН* **179** 35 (2009) [Pogrebnjak A D et al. *Phys. Usp.* **52** 29 (2009)]
- Гордиенко Ю Е, Слипченко Н И, Петров В В Радиоэлектроника и информатика (3) 19 (2007)
- Слипченко Н І "Фізичні основи ближньопольової НВЧ діагностики матеріалів і середовищ", Автореф. дисс. ... докт. физ.мат. наук (Суми, 2008)
- 177. Гордиенко Ю Е и др. "Алгоритм реконструкции изображений в ближнеполевой сканирующей микроскопии", в сб. *Радиотехника Всеукр. Межевед. научн.-техн. сб.* (2003) с. 135
- 178. Гордиенко Ю Г и др., в сб. 3-я Міжнарод. науково-технічна конф. "Сенсорна електроніка та мікросистемні технологіі", Украна, Одесса, 2-6 червня 2008, с. 156
- 179. Рябухін О О, Гордінко Ю О, Сліпченко Н І "Інтегральний мікрополозковий резонаторний зонд мікрохвильового мікроскопа", Декл. Патент № 71456А від 15.11.2004
- 180. Ash E A, Nicholls G Nature 237 510 (1972)
- 181. Bryant C A, Gunn J B Rev. Sci. Instrum. 36 1614 (1965)
- 182. Fee M, Chu S, Hansch T W Opt. Commun. 69 219 (1989)
- 183. Wei T et al. Appl. Phys. Lett. 68 3506 (1996)
- 184. Golosovsky M, Davidov D Appl. Phys. Lett. 68 1579 (1996)
- 185. Vlahacos C P et al. Appl. Phys. Lett. 69 3272 (1996)
- 186. Booth J C et al. Rev. Sci. Instrum. 65 2082 (1994)
- 187. Steinhauer D E et al. Appl. Phys. Lett. **71** 1736 (1997)
- 188. Anlage S M et al. IEEE Trans. Appl. Supercond. 7 3686 (1997)
- 189. Stranick S J, Weiss P S Rev. Sci. Instrum. 64 1232 (1993)
- 190. Stranick S J, Weiss P S Rev. Sci. Instrum. 65 918 (1994)
- 191. Van der Weide D W, Neuzil P J. Vac. Sci. Technol. B 14 4144 (1996)
- 192. Steinhauer D E et al. Appl. Phys. Lett. 72 861 (1998)
- 193. Vlahacos C P et al. Appl. Phys. Lett. 72 1778 (1998)
- 194. Feenstra B J et al. *IEEE MTT-S Int. Microwave Symp. Digest* 965 (1998)

- 195. Погребняк А Д, Тюрин Ю Н УФН 175 515 (2005) [Pogrebnjak A D, Tyurin Yu N Phys. Usp. 48 487 (2005)]
- Бойко В И, Валяев А Н, Погребняк А Д УФН 169 1243 (1999) [Boiko V I, Valyaev A N, Pogrebnyak A D Phys. Usp. 42 1139 (1999)]
- 197. Погребняк А Д и др. Структура и свойства нанокомпозитных гибридных и полимерных покрытий (М.: УРСС, 2011)
- Графутин В И, Прокопьев Е П УФН 172 67 (2002) [Grafutin V I, Prokop'ev E P Phys. Usp. 45 59 (2002)]
- 199. Лаврентьев В И, Погребняк А Д, Шандрик Р *Письма в ЖЭТФ* 65 618 (1997) [Lavrent'ev V I, Pogrebnyak A D, Sandrik R JETP Lett. 65 651 (1997)]
- Pogrebnjak A D, Shpak A P, Beresnev V M, in *New Nanotechniqies* (Eds A Malik, R J Rawat) (New York: Nova Science Publ., 2009) p. 687
- 201. Haaks M CIRP Ann. Manufact. Technol. 57 537 (2008)
- 202. Лаврентьев В И и др. *Письма в ЖТФ* **24**(9)13(1998)[Lavrent'ev V I et al. *Tech. Phys. Lett.* **24** 334 (1998)]
- Лаврентьев В И, Погребняк А Д, Шандрик Р *Письма в ЖЭТФ* 24 91 (1997) [Lavrent'ev V I, Pogrebnyak A D, Sandririk R *JETP* Lett. 65 91 (1997)]
- Шпак А Д, Куницкий Ю А, Карбовский В Л Кластерные и наноструктурные материалы (К.: Академпериодика, 2001)
- 205. Шпак А Д, Куницкий Ю А, Смик С Ю Диагностика наносистем (К.: Академпериодика, 2003) Гл. 1, 2
- 206. Гомза Ю П и др. *Наносист. наноматер. нанотехнол.* 7 (2) 411 (2009)
- 207. Азаренков Н А и др. Физическая инженерия поверхности 3 (1-2) 127 (2005)
- Горбачев Л А, Погребняк А Д Металлофиз. и новейшие технол. 32 (1) 121 (2010)
- 209. Cherenda N et al. Plasma Proces. Polymers 6 178 (2009)
- 210. Погребняк А Д и др. *Письма в ЖТФ* **35** (19) 103 (2009) [Pogrebnyak A D et al. *Tech. Phys. Lett.* **35** 925 (2009)]
- 211. Погребняк А Д и др. *Изв. вузов. Физика* (12) 61 (2009) [Pogrebnyak A D et al. *Russ. Phys. J.* **52** 1317 (2009)]
- Волопилкин E A, Парафин A E, Резник A H ЖТФ 70 (2) 74 (2000) [Volopilkin E A, Parafin A E, Reznik A N Tech. Phys. 45 214 (2000)]
- 213. Семенов А А и др. ЖТФ 71 (10) 13 (2001) [Semenov A A et al. *Tech. Phys.* 46 1218 (2001)]
- 214. Резник А Н, Юрасова Н В *ЖТФ* **74** (4) 108 (2004) [Peznik A N, Yurasova N V *Tech. Phys.* **49** 485 (2004)]
- Tabib-Arat M, Katz J V, LeClair S R *IEEE Trans. Instrum. Meas.* 48 1111 (1999)
- 216. Steinhauer D E, Anlage S M J. Appl. Phys. 89 2314 (2001)
- 217. Lee S-C, Anlage S M Appl. Phys. Lett. 82 1893 (2003)

Application of micro-nanoprobes to the analysis of small-size 3D materials, nanosystems and nanoobjects

A.D. Pogrebnjak

Sumy State University, ul. Rimskogo-Korsakova 2, 40007 Sumy, Ukraine Sumy Institute for Surface Modification, ul. Romenskaya 87, 40030 Sumy, Ukraine E-mail: alexp@ekt.sumdu.edu.ua, alexp@i.ua A.G. Ponomarev Sumy State University, ul. Rimskogo-Korsakova 2, 40007 Sumy, Ukraine A.P. Shpak, Yu.A. Kunitskii Kurdyumov Institute for Metal Physics, National Academy of Sciences of Ukraine, bulvar Akademika Vernadskogo 36, 03680 Kiev-142, Ukraine

The basic physics behind the interaction of ions with solid-state matter is discussed with emphasis on the formation of interaction products between the ions and target atoms. Processes for modifying high resistance materials for use in small-size 3D structure technology are described. Current trends in and problems facing the development of the nuclear scanning microprobe (NSMP) are reviewed. The application of slow positrons to materials diagnostics is discussed and the techniques of positron microscopy and microprobing are presented. The potential of near-field UHF for diagnosing superconducting ceramics and of microwave microscopy for nanotechnology applications are assessed. The examples given include, among others, the use of micro- and nanoprobes to analyze nanoobjects (such as green algae cells with 3D-distributed microelements, etc.), the topological design of integrated microcircuits, and the study of the role of iron in Parkinson disease pathogenesis.

PACS numbers: **07.78.** + **s**, 78.70.**B**j, 81.16.Ta, **81.40.** - **x** Bibliography — 217 references *Uspekhi Fizicheskikh Nauk* **182** (3) 287–321 (2012) DOI: 10.3367/UFNr.0182.201203d.0287 Received 8 February 2011, revised 14 April 2011 Physics – Uspekhi **55** (3) (2012)