

УДК 539.1.07

Член-корреспондент Ф. Ф. КОМАРОВ¹, А. С. КАМЫШАН¹, В. В. ПИЛЬКО¹,
А. А. ШЕКУНОВ¹, О. Ф. РОМАНОВСКАЯ², Г. А. УРЬЕВ³

КОМПЛЕКС ДЛЯ ЛОКАЛЬНОЙ ИОННОЙ ИМПЛАНТАЦИИ И ЭЛЕМЕНТНОГО МИКРОАНАЛИЗА С ВЫВОДОМ ИОННОГО ПУЧКА В АТМОСФЕРУ

¹Институт прикладных физических проблем им. А. Н. Севченко
Белорусского государственного университета, Минск, Беларусь

KomarovF@bsu.by; kamyshana@mail.ru; pilkow@mail.ru; shekunovantonandreevich@gmail.com

²Белорусский государственный медицинский университет, Минск, Беларусь
koma03@rambler.ru

³Республиканский научно-практический центр травматологии
и ортопедии Министерства здравоохранения Республики Беларусь, Минск, Беларусь
uryev11@tut.by

На базе ионного ускорителя AN-2500 изготовлен и апробирован измерительный комплекс для локального элементного анализа, состоящий из устройства вывода ионного пучка в атмосферу на основе конического стеклянного капилляра и спектрометра характеристического рентгеновского излучения (ХРИ). Измерены угловые зависимости коэффициента пропускания протонного пучка с энергией 150–250 кэВ через конусообразные капилляры с выходными диаметрами 5 и 10 мкм. Показано, что прохождение протонов через капилляр носит пороговый характер и определяется степенью зарядки его внутренней поверхности. Исследованы токовые и энергетические характеристики ионного пучка, выведенного в атмосферу. Показано, что величина выходного тока может изменяться от 0,5 до 3 нА и энергия ионов практически равна энергии исходного пучка. Измерены энергетические спектры ХРИ при атмосферном давлении от различных материалов, включая и костную ткань. Показано, что интенсивности выходного пучка достаточно для достоверного определения элементного состава исследуемых образцов.

Ключевые слова: конический стеклянный капилляр, характеристическое рентгеновское излучение, имплантация, спектрометр ХРИ, ускоритель ионов.

F. F. KOMAROV¹, A. S. KAMYSHAN¹, V. V. PILKO¹, A. A. SHEKUNOV¹, O. F. ROMANOVSKAYA², G. A. URJEV³

IN-AIR ION BEAM EXTRACTION SET-UP FOR THE EXTERNAL MICRO- PIXE ANALYSIS AND LOCAL IMPLANTATION

¹A. N. Sevchenko Institute of Applied Physical Problems of Belarusian State University, Minsk, Belarus
KomarovF@bsu.by; kamyshana@mail.ru; pilkow@mail.ru; shekunovantonandreevich@gmail.com

²Belarusian State Medical University, Minsk, Belarus
koma03@rambler.ru

³Republican Scientific and Practical Centre for Traumatology and Orthopedics, Minsk, Belarus
uryev11@tut.by

A measuring system for local elemental analysis is constructed on the basis of an ion accelerator AN-2500. It comprises a device of an in-air ion beam extraction through a tapered glass capillary and a PIXE spectrometer. The angular dependence of the proton beam possessing the transmission energy of 150–250 keV through the tapered capillary with the output diameters of 5 and 10 μm is determined. The transit of protons through the capillary is found to be in threshold character and to be determined by the charging rate of its internal surface. The characteristics of current and energy of the ion beam extracted into the atmosphere are analyzed. It is found that the value of output current can be varied from 0.5 to 3 nA, while the ion energy is almost equal to the initial beam energy. The PIXE energy spectra of various materials are measured at the atmospheric pressure. It is found that the output beam intensity is enough for an accurate determination of the elemental composition of the samples under analysis.

Keywords: tapered glass capillary, characteristic X-rays, implantation, spectrometer PIXE, ion accelerator.

Введение. Условия высокого вакуума, необходимые для реализации исследований по микроанализу материалов и структур с помощью неразрушающих ядернофизических методов, таких как резерфордское обратное рассеяние ионов и индуцированное протонами характеристиче-

ское рентгеновское излучение, накладывают жесткие ограничения на тип и состояние исследуемого объекта, что часто делает применение этих методик невозможным или затруднительным, особенно в области медицины, биологии и экологии. Наиболее распространенными в этих областях являются исследования элементного состава на образцах, нахождение которых в вакуумной камере нежелательно или невозможно. Одним из технологических решений данной проблемы является методика вывода пучка в атмосферу и проведение микроанализа в условиях этой среды.

Метод фокусировки заряженных частиц с использованием капилляров из диэлектрических капилляров был разработан в течение последнего десятилетия [1–3]. В случае ионных пучков кэВ- и МэВ-ных энергий, известно, что одиночные микрокапилляры, изготовленные из стекла и металла, могут использоваться в качестве как прекрасных коллиматоров, так и хороших вакуумных окон. Хотя есть несколько методов для получения микропучка, такие как микрощели или электромагнитная система линз, техника фокусировки с помощью капилляра является более простой и дешевой. С помощью капилляров можно генерировать микропучки, которые имеют почти одинаковый размер с внутренним диаметром капилляра. Кроме того, лучевая оптика с использованием капилляров имеет то преимущество, что можно вывести ионный пучок в атмосферу, благодаря низкой скорости натекания воздуха из внешней среды через капилляры микронных размеров. Был разработан ряд методов анализа в воздухе с использованием капилляров [4].

В настоящее время существует несколько способов вывода ионного пучка, генерируемого ускорителями, в атмосферу. Для этой цели используются металлические капилляры [5] или фольги микронных толщин из различных материалов [6].

Эти способы не позволяют превысить плотности исходного ионного пучка, что негативно сказывается на скорости набора статистических данных в вышеуказанных методиках. В то же время известно, что при прохождении ионного пучка через диэлектрические конусные капилляры плотность тока на выходе может быть увеличена на несколько порядков за счет явления самофокусировки [1–3]. Именно это обстоятельство послужило основополагающим критерием для реализации обсуждаемой методики. В качестве генерирующих характеристическое рентгеновское излучение в материале мишени были выбраны протоны, как обладающие максимальным пробегом в воздухе и для которых имеются хорошо апробированные системы компьютерной обработки спектров PIXE.

Цель работы – изучение угловых зависимостей прохождения ускоренных протонов через конические капилляры с диаметром выходного отверстия 5 мкм, создание системы по выводу ионного пучка с энергией от 0,5 до 1,5 МэВ в атмосферу для локальной имплантации и элементного микроанализа различных материалов методом PIXE, а также апробация системы на ряде материалов.

Материалы и методы исследования. Измерения угловых распределений прошедших через капилляр ускоренных ионов атомарного водорода проводились на установке, созданной на базе электростатического ускорителя ионов, схема которой и ее описание приведены в работе Комарова и др. [7, рис. 1]. Параметры установки: погрешность при измерениях угловых зависимостей и угловых распределений прошедших через капилляр ионов не превышает $3,3 \cdot 10^{-3}$ градуса и погрешность ориентации капилляра относительно оси пучка не более $2,5 \cdot 10^{-2}$ градуса. Энергия ускоренных ионов составляла 150 кэВ и определялась магнитным анализатором с точностью 0,1 %.

С использованием цилиндра Фарадея, совмещенного с держателем капилляра, были проведены исследования коэффициента пропускания протонов через конусные капилляры с диаметром выходного отверстия 5 мкм. Диаметр входного отверстия равен 0,8 мм. Величина входного тока в капилляр в этих экспериментах составляла 1 и 2 нА.

Измерения величины выводимого в атмосферу ионного тока осуществлялось с помощью цилиндра Фарадея и электрометрического усилителя У5-9.

Энергетические спектры ионно-индуцированного характеристического рентгеновского излучения измерялись спектрометром фирмы ORTEC. Энергетическое разрешение спектрометра, определенное с использованием источника ^{55}Fe типа ОСГИ-3х активностью 9 кБк, составляло 151 эВ.

Результаты и их обсуждение. На рис. 1, *а* представлена зависимость коэффициента пропускания протонного пучка с энергией частиц 150 кэВ от угла наклона капилляра ($\varnothing_{\text{вых}} = 5$ мкм) относительно оси пучка для двух значений входного тока.

Ширина на полувысоте кривой, изображенной на рис. 1, *а*, составляет около 3,5 градусов. Это свидетельствует о том, что ионный пучок проходит через капилляр в широком диапазоне углов наклона капилляра. Такая большая ширина кривой не может быть объяснена прямым пролетом ионов через капилляр, поскольку угол прямой видимости выходного отверстия относительно оси пучка составляет около 0,5 градуса. Таким образом, прохождение протонного пучка через капилляр при столь больших углах влета обусловлено образованием самоорганизующейся системы пучок–капилляр (**ion-guiding эффектом**) **внутри капилляра**. Максимальный коэффициент пропускания достигает 25 %, что соответствует увеличению плотности выходного тока в $1,8 \cdot 10^3$ раз.

На рис. 1, *б* приведено угловое распределение протонов с энергией 150 кэВ, прошедших через капилляр с выходным диаметром 5 мкм при нулевом угле влета. Из рис. 1, *б* следует, что прошедшие через капилляр частицы распределены по Гауссу с угловой шириной 0,36°, что более чем в шесть раз превышает расходимость исходного пучка. Это означает, что при проведении локальных исследований состава объекта, с использованием сфокусированного капилляром пучка, изучаемую мишень следует располагать как можно ближе к выходному торцу капилляра. Кроме того, вследствие достаточно большой ширины угловой зависимости ионного пучка, прошедшего через капилляр, допускается отклонение в пределах от $-0,5^\circ$ до $+0,5^\circ$ оси капилляра относительно оси ионного пучка. Аналогичные угловые зависимости интенсивности сфокусированного пучка протонов зарегистрированы нами и для капилляров с выходным диаметром 10 мкм (спектры не приводятся).

На базе ионного ускорителя AN-2500 создан комплекс по выводу ионного пучка в атмосферу и измерению энергетических спектров ионноиндуцированного ХРИ с использованием выведенного пучка. Общий вид комплекса приведен на рис. 2. Дифференциальная откачка модуля осуществляется турбомолекулярным и диффузионным вакуумными насосами 7 и 9 соответственно, что позволяет получать вакуум внутри камеры капилляра на уровне $1,0 \cdot 10^{-3}$ Па. Ионный пучок, монохроматизированный магнитом-сепаратором ускорителя ионов AN-2500, через ионопровод ускорителя и входной коллиматор щелевого прибора 13, контролирующего точку входа пучка в ионопровод комплекса и стабилизирующего энергию ионного пучка, через входную диафрагму камеры капилляра диаметром 10 мм подается на вход стеклянного капилляра. Благодаря явлению автофокусировки на выходе стеклянного капилляра 4 можно получать весьма высокие значения плотности ионного тока.

Проведенные испытания модуля вывода ионного пучка ускорителя в атмосферу показали, что при плотности ионного тока на входе в капилляр 20 мкА/см² плотность тока на выходе из него достигает $2,5$ мА/см². При этом средний выходной ионный ток составляет 0,5 нА. Эти зна-

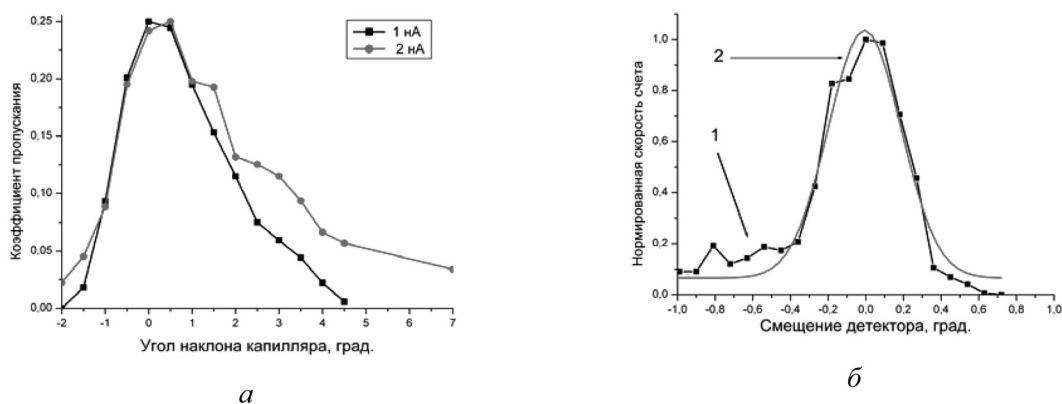


Рис. 1. Угловые характеристики протонов с энергией 150 кэВ, прошедших через конический стеклянный капилляр с $\varnothing_{\text{вых}} = 5$ мкм (*а*) от угла наклона капилляра относительно оси пучка; *б* – угловое распределение за капилляром: 1 – эксперимент, 2 – аппроксимация кривой Гаусса

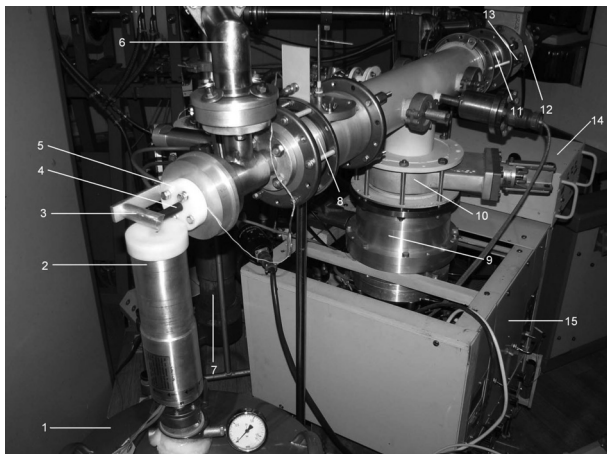


Рис. 2. Общий вид комплекса по выводу ионного пучка ускорителя в атмосферу и измерению энергетических спектров ионноиндуцированного ХРИ: 1 – дьюар с жидким азотом; 2 – детектор ХРИ с предусилителем; 3 – держатель мишени; 4 – капилляр с защитой; 5 – держатель капилляра; 6 – тракт откачки объема капилляра; 7 – диффузионный вакуумный насос; 8, 10, 13 – вакуумные затворы; 9 – турбомолекулярный вакуумный насос; 11 – сиффон; 12 – щелевой прибор; 14 – блок питания турбомолекулярного вакуумного насоса; 15 – блок управления форвакуумными и диффузионным насосами

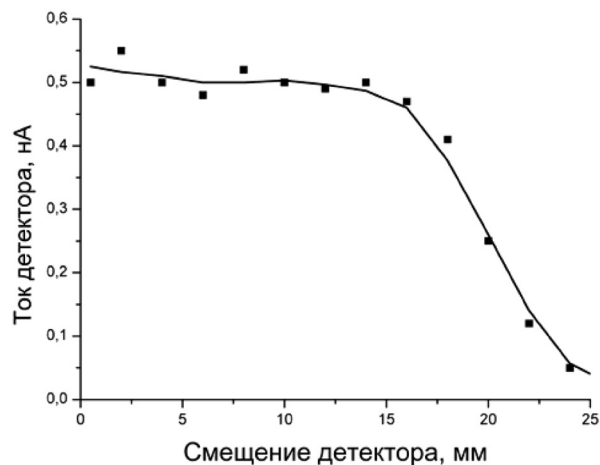
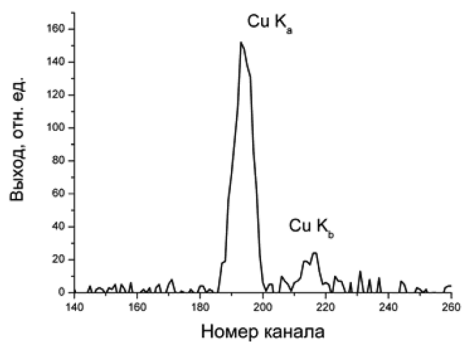


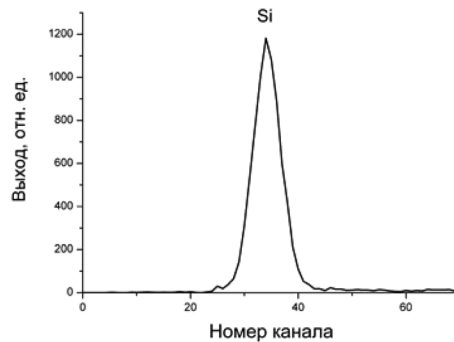
Рис. 3. Зависимость среднего выходного тока ионов водорода с энергией 1,4 МэВ от расстояния между выходным торцом капилляра и внутренней поверхностью цилиндра Фарадея

Дифференцирование этой зависимости дает среднюю длину пробега ионов водорода в воздухе R порядка 20 мм, что совпадает с данными работы [8], следовательно, энергия ионов в пучке на выходе из капилляра незначительно отличается от энергии ионов на его входе.

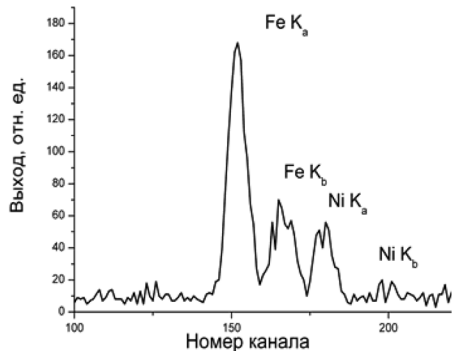
Зависимости выходного тока сохраняются при изменении энергии ионов на входе в капилляр от 0,5 до 1,5 МэВ. На рис. 3 приведена экспериментальная зависимость среднего выходного тока ионов водорода с энергией 1,4 МэВ от расстояния между выходным торцом капилляра и внутренней поверхностью цилиндра Фарадея.



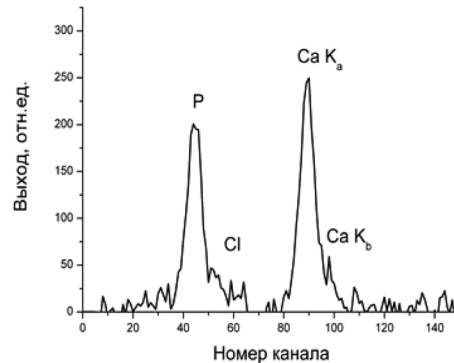
а



б



в



г

Рис. 4. Энергетические спектры ХРИ (а – меди; б – кремния; в – инвара, г – головки тазобедренного сустава человека)

Исследуемый образец помещается на держатель, который поворачивается на угол 45 градусов относительно осей пучка и детектора соответственно. Мониторирование ионного тока осуществляется колиматором, помещенным в держатель капилляра и включенным в цепь измерителя тока на пульте ускорителя, что позволяет определять количество ионов, попавших на образец.

В качестве регистрирующего спектры PIXE блока использовался Si(Li) детектор с предварительным усилителем производства фирмы ORTEC. Измеренное энергетическое разрешение спектрометра на линии 5,9 кэВ составляет 151 эВ.

На рис. 4 приведены энергетические спектры от различных материалов.

При всех измерениях энергия протонов была 1,4 МэВ, средний ток на мишени 1 нА, количество ионов, попавших на мишень, соответствует заряду 0,5 мкК. Полученные результаты свидетельствуют об эффективности использования выведенного в атмосферу ионного пучка для локального элементного микроанализа различных материалов методом ионноиндуцированного быстрыми ионами ХРИ. Рис. 4, з также демонстрирует перспективность разработанного измерительного комплекса для диагностики медицинских и биологических объектов, включая и жидкие среды (кровь, лимфа и др.)

Заключение. Измерены угловые зависимости и угловые распределения коэффициента пропускания протонного пучка с энергией 150 кэВ через конусообразный капилляр с выходными диаметрами 5 и 10 мкм. Показано, что угловая ширина ионного пучка, прошедшего через капилляр с диаметром 5 мкм, в шесть раз больше угловой ширины исходного пучка. Полученное максимальное значение коэффициента пропускания соответствует увеличению плотности тока на выходе из этого капилляра в 1800 раз.

Исследованы токовые и энергетические характеристики ионного пучка, выведенного в атмосферу. Показано, что величина выходного тока может изменяться от 0,5 до 3 нА и энергия ионов практически равна энергии исходного пучка.

Измерены энергетические спектры ХРИ при атмосферном давлении от различных материалов. Показано, что интенсивности выходного пучка достаточно для достоверного определения элементного состава исследуемых образцов. Результаты тестирования системы свидетельствуют об эффективности ее использования также и для микроанализа биологических и медицинских тканей и жидкостей.

Список использованной литературы

1. Focusing of MeV ion beams by means of tapered glass capillary optics / T. Nebiki [et al.] // J. Vac. Sci. Technol. – 2003. – A21. – P. 1671–1674.
2. Taper angle dependence of the focusing effect of high energy heavy ion beams by glass capillaries / T. Nebiki [et al.] // Nucl. Inst. Meth. – 2008. – B266. – P. 1324–1327.
3. Komarov, F. F. Peculiarities of Swift Proton Transmission through Tapered Glass Capillaries / F. F. Komarov, A. S. Kamyshan, V. V. Pil'ko // Acta Physica Polonica A. – 2011. – Vol. 120, N 1. – P. 16–18.
4. Nebiki, T. In-air PIXE analysis by means of glass capillary optics / T. Nebiki, H. Robir, T. Narusawa // Nucl. Inst. Meth. – 2006. – B249. – P. 226–229.
5. Lemell, C. Interaction of charged particles with insulating capillary targets – The guiding effect / C. Lemell, J. Burgdürfer, F. Aumayr // Prog. Surf. Sci. – 2013. – Vol. 88. – P. 237–278.
6. Converging of Argon Cluster Ion Beams with a Glass Capillary / T. Ikeda [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 2006. – Vol. 89. – P. 163502.
7. Komarov, F. F. A fine structure in angular distributions of protons transmitted through insulating capillaries / F. F. Komarov, A. S. Kamyshan, Gz. Karwat // Vacuum. – 2009. – Vol. 83. – P. 51–53.
8. Fujita, N. Development of In-Air-RBS method with tapered glass capillary / N. Fujita, K. Ishii, H. Ogawa // J. of Physics. Conference Series (Online). – 2009. – Vol. 194 (14). – [1 p.]; ISSN 1742-6596.

Поступило в редакцию 21.07.2016