

Электрогидродинамические источники ионных пучков

П.А. Мажаров, В.Г. Дудников, А.Б. Толстогузов

Рассматриваются физические процессы, определяющие генерацию ионных пучков с высокой эмиссионной плотностью тока в электрогидродинамических (ЭГД) источниках, работающих на жидких металлах и сплавах, а также с низкотемпературными ионными жидкостями. Обсуждаются ЭГД-эффекты, оказывающие влияние на эмиссию ионов (механизмы ионообразования), и кинетика взаимодействия ионов в пучках с высокой плотностью. Анализируются факторы, определяющие размер эмиссионной зоны, устойчивость эмиссии при больших и малых токах, генерацию кластеров, увеличение энергетического разброса, уменьшение яркости и другие характеристики ионных пучков. Рассмотрены конструкционные особенности ЭГД-эмиттеров, проблемы практического обеспечения их устойчивого функционирования. Подробно представлены современные области применения источников ионов с ЭГД-эмиттерами, включая технологические установки для ионно-лучевой литографии, микро- и наноструктурирования, ионные микроскопы и приборы для локальной масс-спектрометрии вторичных ионов, а также системы контроля и нейтрализации потенциала космических аппаратов и электростатические ракетные двигатели (микрорастеры). Проанализированы перспективы дальнейшего развития ЭГД-эмиттеров и приборов на их основе.

Ключевые слова: электродинамический, ионный источник, жидкометаллический, низкотемпературные ионные жидкости, наноструктурирование, масс-спектрометрия вторичных ионов, ионно-лучевая литография, жидкие металлы и сплавы, нанотехнологии

PACS numbers: 29.25.Ni, 41.75.-i, 81.16.Nd

DOI: <https://doi.org/10.3367/UFNr.2020.09.038845>

Содержание

1. Введение (1293).

1.1. Краткая историческая справка. 1.2. Основные преимущества электрогидродинамических ионных источников.

2. Ионная оптика и основы получения наноразмерных пучков (1295).

2.1. Конструкция ионной колонны. 2.2. Минимальный диаметр ионного пучка.

3. Физические особенности работы электрогидродинамических ионных источников (1297).

П.А. Мажаров^(1,а), В.Г. Дудников^(2,3,б), А.Б. Толстогузов^(4,5,6,с)

⁽¹⁾ Raith GmbH, Konrad-Adenauer-Allee 8, 44263 Dortmund, Germany

⁽²⁾ Новосибирский государственный университет, ул. Пирогова 2, 630090 Новосибирск, Российская Федерация

⁽³⁾ Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, просп. Академика Лаврентьева 11, 630090 Новосибирск, Российская Федерация

⁽⁴⁾ Рязанский государственный радиотехнический университет им. В.Ф. Уткина, ул. Гагарина 59/1, 390005 Рязань, Российская Федерация

⁽⁵⁾ Department of Physics and Key Laboratory of Artificial Micro- and Nano-structures of Ministry of Education, Hubei Nuclear Solid Physics Key Laboratory and Center for Ion Beam Application, School of Physics and Technology, Wuhan University, 430072 Wuhan, China

⁽⁶⁾ Centre for Physics and Technological Research (CeFITec), Dept. de Física da Faculdade de Ciências e Tecnologia (FCT), Universidade Nova de Lisboa, 2829-516 Caparica, Portugal

E-mail: ^(а) Paul.Mazarov@raith.de, ^(б) dvg43@yahoo.com,

^(с) a.tolstoguzov@fct.unl.pt

Статья поступила 14 декабря 2019 г., после доработки 13 июля 2020 г.

3.1. Жидкость в электрическом поле, формирование конуса Тейлора. 3.2. Эмиссия ионов: основные механизмы и режимы работы.

4. Жидкометаллические источники ионов на чистых металлах и сплавах (1301).

4.1. Конструкция жидкометаллических источников на сплавах.

4.2. Обзор существующих жидкометаллических источников на сплавах. 4.3. Основные эмиссионные и ионно-оптические параметры жидкометаллических источников на сплавах.

5. Источники ионов с низкотемпературными ионными жидкостями (1311).

6. Основные области применения электрогидродинамических ионных источников (1313).

6.1. Ионная лучевая литография и наноструктурирование.

6.2. Технологические ионно-лучевые установки. 6.3. Локальная масс-спектрометрия вторичных ионов. 6.4. Электрогидродинамические источники для космонавтики.

7. Заключение, перспективы развития (1328).

Список литературы (1329).

1. Введение

В литературе по микро- и нанотехнологиям, изданной в последние годы [1–5], обязательными стали разделы, посвященные электрогидродинамическим (ЭГД) [6] источникам ионов для субмикрометровой литографии, ионно-стимулированного химического синтеза, имплантации и микроанализа. Сегодня уже невозможно представить формирование, анализ и обработку заданного рельефа поверхности с субмикрометровым разрешением без фокусированного ионного пучка (ФИП, англ. Focused

Ion Beam — FIB) [7–9]. Первоначально рабочим веществом для ЭГД-эмиттеров (а в нашем обзоре мы будем использовать оба определения — ЭГД-источник и ЭГД-эмиттер, считая их синонимами) служили только чистые металлы с низкой температурой плавления (жидкие металлы), в основном галлий [10]. Поэтому само понятие "жидкометаллический источник ионов" (ЖМИИ, англ. Liquid Metal Ion Source — LMIS) ассоциировалось в первую очередь с источником ионов галлия. Но решение многих современных технологических задач, таких как локальная ионная имплантация, ионно-лучевое перемешивание, прямая безрезистивная ионная литография, изготовление микро- и нанoeлектрохимических систем и наноинжиниринг тонкослойных объектов, невозможно без использования пучков ионов с разными массами, зарядовым состоянием и химическими свойствами [1]. Это послужило стимулом к разработке жидкометаллических источников ионов на сплавах (ЖМИИС, англ. Liquid Metal Alloy Ion Source — LMAIS), обеспечивающих генерацию широкого спектра различных ионов [2]. Использование эвтектических сплавов различного состава позволило сделать изменение электрических, оптических, магнитных и механических свойств обрабатываемых материалов более предсказуемым и управляемым. ЖМИИ, а затем и ЖМИИС также достаточно широко используются в масс-спектрометрии вторичных ионов (МСВИ, англ. Secondary Ion Mass Spectrometry — SIMS) [11–14] и вторичных нейтральных частиц (МСВНЧ, англ. Secondary Neutral Mass Spectrometry — SNMS) [15–18], а также в космических технологиях [19, 20] и ионной микроскопии [21, 22].

В результате исследований, проведённых в этой области за последние полвека, почти половина химических элементов из таблицы Менделеева оказалась потенциально пригодной или уже используется в современных ЖМИИС [2]. В данной работе подробно рассматриваются физические свойства, технология изготовления, аппаратные особенности и основные области применения ЖМИИС, работающего как с чистыми металлами, так и с бинарными и тройными сплавами.

Помимо чистых металлов и металлических сплавов, в современных ЭГД-эмиттерах в качестве рабочих веществ используются низкотемпературные ионные жидкости [23–25], у которых точка плавления не превышает 100 °С. Под термином "ионные жидкости" (ИЖ) мы подразумеваем именно низкотемпературные ионные жидкости (англ. Room Temperature Ionic Liquids — RTIL). Ионные источники, работающие с чистыми металлами, сплавами и ионными жидкостями, объединяет общность электрогидродинамических и эмиссионных процессов, в них протекающих. Далее в нашем обзоре эти процессы будут детально рассмотрены и проанализированы с учётом особенностей рабочих веществ.

Разработка источников ионов с ионными жидкостями (ИИИЖ, англ. Ionic Liquid Ion Source — ILIS) началась около 20 лет назад, и основная область применения, где они могут составить конкуренцию ЖМИИС, — это космические технологии, в первую очередь миниатюрные электростатические двигатели для космических аппаратов с ограниченными бортовыми ресурсами, например, для спутников в формате CubeSat. При локальном реактивном (химическом) травлении многообещающей представляется замена пучков ионов галлия тяжёлыми кластерными ионами отрицательной полярности, а так-

же использование ИИИЖ в аналитических ионно-лучевых установках для МСВИ и МСВНЧ.

Суммируя всё вышесказанное, можно говорить о назревшей необходимости в подготовке данного обзора, охватывающего широкий круг различных современных электрогидродинамических источников ионов, которые до настоящего времени были недостаточно полно освещены в отечественной научной литературе.

1.1. Краткая историческая справка

Первые жидкометаллические источники ионов, основанные на явлении ЭГД-эмиссии, появились около полувека назад. Физике, технологии и областям применения ЖМИИ посвящена монография [26], несколько отдельных глав в справочниках и различных руководствах (handbooks) [27–31], опубликовано более тысячи научных статей и обзоров (подробная подборка литературы приведена в работах [2, 32]).

Истоки становления ЖМИИ следует искать в ранних классических работах по изучению поведения проводящей жидкости в электрическом поле, которые в свою очередь были основаны на наблюдениях древних греков. В 1600 г. Уильям Гильберт, физик и придворный врач королевы Англии Елизаветы I, поведал о "стремлении" капли жидкости на конце иглы вытянуться в форму конуса после приближения к ней натёртого янтаря [33]. В 1732 г. английский астроном и физик Стивен Грей ввёл понятие электрогидродинамической эмиссии. При работе с ртутью он обнаружил вытягивание капли в мениск в электрическом поле с последующим разрядом на острие и разрушением капли [34]. Английский физик, нобелевский лауреат Джон Уильям Стретт (лорд Рэлей) в 1879 г. теоретически обосновал критерий электростатической неустойчивости сильно заряженной капли [35], который остаётся справедливым и поныне.

В 1914 г. чешско-американский физик, изобретатель электроскопа Джон Зелены подробно изучил и задокументировал влияние электрического поля на изменение формы капли [36–38]. Эрвин Вильгельм Мюллер в 1951 г. обнаружил вырывание положительных ионов и интенсивное полевое испарение вещества с сильно заострённого положительно заряженного электрода в очень высоком электростатическом поле [39]. Однако при интенсивном полевом испарении игла быстро затуплялась и процесс прекращался.

Первым, кто предложил использовать прототип ЖМИИ в качестве электростатической силовой установки в космических двигателях, стал Крон [40]. Далее в течение длительного времени ЭГД-эмиттеры разрабатывались космическими центрами в качестве двигателей малой тяги для космических аппаратов с ограниченными бортовыми ресурсами. Использовались эмиттеры капиллярного типа, с открытого конца которых расплавленный материал испарялся электрическим полем в виде заряженных микрокапель [41]. Затем из капилляра была получена эмиссия атомарных ионов [42]. В это же время Гомер опубликовал основополагающую статью об автоэлектронной эмиссии и полевой ионизации (автоионизации) [43]. Английский физик Джеффри Инграм Тейлор в 1964 г. впервые математически точно описал изменение формы электропроводной капли в электрическом поле [44]. С тех пор форма конуса, возникающая в условиях ЭГД-равновесия, носит его имя, хотя исторически вернее было его назвать конусом Гильберта – Грея – Зелены – Тейлора.

В середине 1970-х годов Крон [45, 46] разработал и провёл испытания ЖМИИ с различными металлами — Ga, Cs и Hg. Наилучшие результаты (диаметр пучка¹ около 200 нм при ускоряющем напряжении 21 кэВ с яркостью порядка 10^5 А см⁻² ср⁻¹ и током на образце 10 мкА) были получены с галлием. Первый прототип современного игольчатого эмиттера был сконструирован Клэмпитом в 1975 г. [47]. Затем Селигер, пионер наноструктурирования, впервые применил ЖМИИ в ионно-оптическом приборе с электростатической фокусирующей линзой и достиг диаметра пучка на образце порядка 100 нм при ускоряющем напряжении 57 кВ [48]. По аналогии с автоэлектронными эмиттерами первые ионные эмиттеры также сильно заострялись, до радиуса наконечника менее 1 мкм [39]. Окончательный современный вид игла с радиусом наконечника 5–10 мкм получила совершенно случайно. Ещё аспирантом Венкатесан, после того как уронил изготовленную иглу и поленился сделать новую, смочил её галлием и получил ЖМИИ с намного лучшими эмиссионными характеристиками, чем прежде [49].

В течение первого десятилетия активного развития ЭГД-источников сообщения о них почти не появлялись в русскоязычной научной литературе, и только в 1983 г. Габович опубликовал в журнале *УФН* первый обзор "Жидкометаллические эмиттеры ионов" [10]. В последующие десять лет в Советском Союзе было опубликовано около сотни статей по этой тематике, обзор которых частично дан в работах Дудникова и Шабалина [50–55]. К сожалению, после распада страны интерес к дальнейшим разработкам и исследованиям ЖМИИ в Российской Федерации заметно снизился.

С конца 1960-х годов проводятся работы по созданию ЖМИИ на основе индия и цезия для космического применения. Первые испытания индиевого ЖМИИ, разработанного в рамках совместного советско-австрийского проекта LOGION и предназначенного для нейтрализации положительного заряда поверхности космических аппаратов, возникающего под действием солнечного ветра, плазмосферы Земли и солнечной радиации, были проведены в 1991 г. на космической станции "Мир" [19].

В 1980-х годах исследователи начинают активный поиск других материалов, пригодных для использования в качестве рабочего вещества в ЭГД-источниках. Использование эвтектических сплавов с низкими температурами плавления привело к созданию первых ЖМИИС. Последующие исследования многокомпонентных сплавов для ЖМИИС значительно расширили возможности их применения. Подробная историческая справка дана в обзоре [2].

Один из первых источников с ионной жидкостью [23], работающих в режиме ЭГД-ионной эмиссии, был разработан и испытан в начале XXI в. в группе Лозано из Массачусетского технологического института (MIT, Cambridge, USA). Источник имел игольчатый эмиттер из вольфрама, аналогичный тому, который использовался в классических ЖМИИ, но был смочен не расплавом металла, а ионной жидкостью 1-этил-3-метилимидазолий тетрафторборат [emim][BF₄].

Отметим, что ещё в середине 1980-х годов были приняты попытки использовать расплавы различных неорганических солей, таких как метабораты, нитриды и галогениды щелочных металлов, в первую очередь лития, а также щёлочи гидроксида натрия в качестве рабочих веществ в ЭГД-эмиттерах для генерации как положительных, так и отрицательных ионов [54–58]. Эти работы не получили дальнейшего развития, так как расплавы использованных солей и щёлочи были химически активны, что вызывало ускоренную деградацию и разрушение металлических игольчатых эмиттеров, а эмитированные ионы имели большой энергетический разброс, около 100 эВ для ионов Li⁺ [56]. В принципе, ЭГД-эмиттеры с расплавами неорганических солей и щёлочей можно рассматривать в качестве предшественников, пусть и не совсем удачных, современных источников ионов, работающих с эвтектическими сплавами и низкотемпературными ионными жидкостями.

1.2. Основные преимущества

электрогидродинамических ионных источников

Электрогидродинамические источники позволяют получать токи атомных и молекулярных (кластерных) ионов различных элементов и их химических соединений с плотностью до сотен миллионов А см⁻² и низким разбросом по энергиям, что производит сильное впечатление на всех, кто имеет представление о типичных характеристиках других типов ионных источников. ЭГД-источники также отличаются высокой стабильностью, надёжностью и длительным сроком службы [2].

Основные характеристики ЭГД-источников и их отличия от большого разнообразия газовых, плазменных и других типов ионных источников подробно анализируются в [14, 59]. Отметим, что относительно недавно в обзорной статье Милованова и Ерофеевой [60] была сделана попытка классификации ионных источников для ФИП-систем. В таблице 1 представлены сравнительные характеристики источников ионов, которые уже используются или потенциально могут быть использованы в современных установках ФИП, ионной литографии, наноструктурирования, ионной микроскопии и микроанализа. В таблице 1 под яркостью источников мы подразумеваем плотность ионного тока, эмитированного в единичном телесном угле с нормировкой на ускоряющее напряжение, а данные по энергетическому разбросу ионов и диаметру ионного пучка на облучаемом объекте приведены на уровне половинной интенсивности величины этих параметров (FWHM). Для источников ионов с ионными жидкостями в графе "Ионы" указаны $[R]^+$, $[A]^-$, $\{[R]^+[A]^- \}_m [R]^+$, $\{[R]^+[A]^- \}_m [A]^-$, где $[R]^+$ и $[A]^-$ — соответственно катионы и анионы, входящие в состав ионных жидкостей, а $m \geq 1$. Подробное объяснение этих сокращений дано в разделе 5 настоящего обзора.

2. Ионная оптика и основы получения наноразмерных пучков

2.1. Конструкция ионной колонны

Для получения ионных пучков, обеспечивающих наноразмерное пространственное разрешение, в современных установках используется довольно простая ионно-оптическая система, основные модули которой были разработаны и описаны практически одновре-

¹ Здесь и далее в настоящем обзоре под диаметром ионного пучка подразумевается полная ширина пространственного распределения плотности ионного тока, рассчитанная на уровне, равном половине максимального значения этой плотности (FWHM — Full Width at Half Maximum).

Таблица 1. Основные характеристики источников ионов для современных установок ФИП, ионной литографии, наноструктурирования, ионной микроскопии и микроанализа

Тип источника	Ионы	Яркость, $A\ m^{-2}\ sr^{-1}\ V^{-1}$	Разброс по энергиям (FWHM), эВ	Ионный ток, нА	Диаметр пучка (FWHM), нм	Литература
ЖМИИ(С)	Li, Be, B, C, Si, Co, Ga, Ge, Au, Bi и др.	10^6	5–10	≤ 50	2,5	[2, 7]
ИИИЖ	$[R]^+, [A]^-,$ $\{[R]^+[A]^- \}_m [R]^+,$ $\{[R]^+[A]^- \}_m [A]^-$	$10^5 - 10^6$	5–15	$\leq 10^3$	5–50	[25, 61]
ИЭЦР ¹⁾ ИИСП ²⁾ РЧИИ ³⁾	Xe, Kr, Ar, O, N и др.	10^4	1–5	$\leq 10^4$	20	[62–65]
ИМОЛ ⁴⁾	Li, Rb, Cs, Cs	10^7	0,35	0,5–1	10–30	[66, 67]
НАИИ ⁵⁾	Инертные газы, H	10^4	1–2	$\leq 0,23$	50–60	[68, 69]
ГАИИ ⁶⁾	Инертные газы	10^9	1	$\leq 0,025$	0,35	[21, 70]

Примечание. Некоторые источники ионов, перечисленных в таблице, не имеют общепринятых названий и аббревиатур на русском языке, поэтому мы приводим их расшифровку на русском и английском языке:
¹⁾ ИЭЦР (источник с электронным циклотронным резонансом), англ. ECR (Electron Cyclotron Resonance).
²⁾ ИИСП (источник с индуктивно-связанной плазмой), англ. ICP (Inductively Coupled Plasma).
³⁾ РЧИИ (радиочастотный источник ионов), англ. RFPIS (Radio-Frequency Plasma Ion Source).
⁴⁾ ИМОЛ (источник с магнитооптической ловушкой), англ. MOTIS (Magneto-Optical Trap Ion Source).
⁵⁾ НАИИ (наноапертурный ионный источник), англ. NAIS (Nano Aperture Ion Source).
⁶⁾ ГАИИ (газовый автоионный источник), англ. GFIS (Gas Field Ion Source).

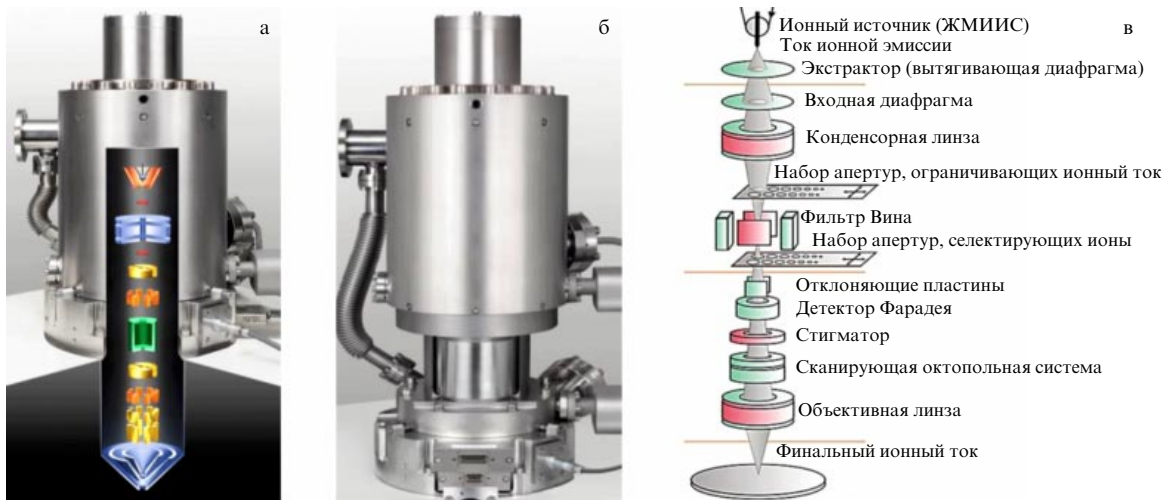


Рис. 1. Типичное устройство ионной колонны: (а) без и (б, в) с фильтром Вина (Raith GmbH).

менно с появлением ЖМИИС [48]. На рисунке 1 представлена блок-схема ионной колонны, используемой на фирме Raith GmbH (Германия). Наряду с ионным источником, основными компонентами ионной колонны являются экстрактор и входная диафрагма, конденсорная и объективная линзы, набор апертур, ограничивающих угловой разброс и диаметр ионного пучка, фильтр Вина с селективирующей диафрагмой, отклоняющие пластины, детектор Фарадея, стигматор и сканирующая электростатическая октопольная система [71]. Из-за требования сверхвысокого вакуума для работы ЖМИИС колонна поделена на три вакуумные секции с автономной откачкой. Подробно устройство, конфигурация и принцип действия подобных ионных колонн описаны в справочной научной литературе [27, 28, 72, 73].

С помощью конденсорной линзы задаётся траектория прохождения ионов через колонну. На рисунке 2 представлена геометрия движения ионного пучка в колонне, причём основные пять режимов рассматриваются в порядке увеличения напряжения на конденсорной линзе. Режимы без использования конденсорной или объективной линз (т.е. напряжения на них равны нулю) в современных колоннах не применяются, но в редких случаях их можно использовать для более точной юстировки колонны. Отметим, что режимы расходящегося и параллельного пучков являются основными в ионной литографии для токов на мишени менее 1 нА. Расходящийся пучок позволяет добиться минимального размера ионного пятна при оптимальном распределении ионного тока в пучке для малых токов (до 0,1 нА). Режим параллельного пучка используется для средних токов в диапа-

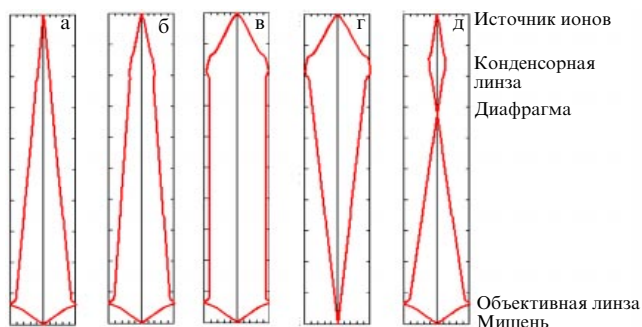


Рис. 2. Траектория движения пучка ионов в колонне при возрастании напряжения на конденсорной линзе: (а) без использования конденсорной линзы, (б) расходящийся пучок, (в) параллельный пучок, (г) без использования объективной линзы, (д) кроссовер внутри диафрагмы.

зоне 0,1–1 нА. Последний режим с кроссовером внутри диафрагмы является основным во всех ФИП для больших токов (до 100 нА) и единственно возможным в системах, оснащённых масс-сепаратором типа фильтра Вина [74, 75]. Необходимо отметить, что в ионной колонне без использования масс-сепаратора ионные пучки с различным отношением m/z будут фокусироваться в точки, смещённые друг от друга из-за сдвига магнитным полем Земли (с индукцией примерно в 1 Гс в Европе). Например, в сканирующем ионном микроскопе VELION при ускоряющем напряжении 30 кВ и одновременном использовании ионов золота и кремния с AuSi-ЖМИИС медленные однозарядные ионы золота со скоростью 170 км с^{-1} создают изображение примерно на 1,2 мкм левее, чем более быстрые двухзарядные ионы кремния, скорость которых составляет 640 км с^{-1} . Это смещение будет возрастать с уменьшением ускоряющего напряжения и увеличением длины пробега ионов.

2.2. Минимальный диаметр ионного пучка

Важнейшей характеристикой любой ионной колонны является фокусировка ионного пучка до наименее возможных квазиточечных размеров [26]. Минимальный диаметр ионного пучка d на мишени определяется по формуле

$$d = \sqrt{(Md_q)^2 + d_s^2 + d_c^2 + d_b^2}, \quad (1)$$

где M — оптическое увеличение ионной колонны, d_q — виртуальный (мнимый) размер источника, d_s — пятно сферической aberrации, d_c — пятно хроматической aberrации, d_b — дифракционное пятно.

Соответственно d_s , d_c и d_b вычисляются по формулам

$$d_s = \frac{1}{2} C_s \alpha^3, \quad d_c = C_c \left(\frac{\Delta E}{E} \right) \alpha, \quad d_b = 0,6 \frac{\lambda}{\alpha}, \quad (2)$$

где α — угол вхождения ионов в мишень, C_s — коэффициент сферической aberrации, C_c — коэффициент хроматической aberrации, E — энергия ионов, ΔE — её разброс, λ — длина волны де Бройля ионов, которая рассчитывается по формуле

$$\lambda = \frac{h}{p} = \frac{h}{\sqrt{2meU}}, \quad (3)$$

где h — постоянная Планка, m — масса иона, U — ускоряющее напряжение, $p = mv$ — импульс иона.

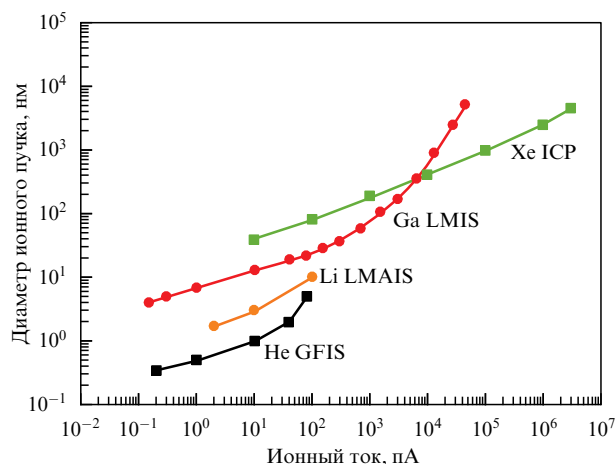


Рис. 3. Зависимость диаметров ионных пучков от ионного тока для различных источников, применяемых в современных системах ФИП (по данным из табл. 1) [76].

Угол вхождения ионов определяется по формуле

$$\alpha^2 = \frac{I}{\pi M^2 (dI/d\Omega)}, \quad (4)$$

где I — первичный ток ионов, Ω — угловой разброс ионов в пучке.

Проанализировав формулы (1)–(4), можно прийти к заключению, что оптическое увеличение ионной колонны изначально задаётся размерами и конструкцией колонны, и его величина может варьироваться в небольших пределах за счёт изменения потенциала на конденсорной линзе (см. рис. 2). Необходимо учитывать, что длина волны де Бройля для ионов пренебрежимо мала по сравнению с таковой для электронов, поэтому влияние дифракции на размытие пятна обычно не учитывается. Угол вхождения ионов (акцептанс) определяется выбором диафрагмы, ограничивающей ионный ток. При больших ионных токах (1–100 нА) основной вклад в диаметр ионного пучка даёт сферическая aberrация, а в диапазоне средних токов (10–50 пА) её влияние становится незначительным. Здесь на первое место выходит хроматическая aberrация. До 10 пА основной вклад вносит виртуальный размер источника. Таким образом, с практической точки зрения существенное влияние на диаметр ионного пучка оказывают ускоряющее напряжение, общий ионный ток, разброс ионов по энергиям и виртуальный размер источника. В дальнейшем мы более подробно рассмотрим взаимосвязь этих параметров с типом используемых ионов в ЭГД-источниках. В качестве примера на рис. 3 приведена зависимость диаметра пучка галлия от ионного тока в сравнении с наиболее известными источниками, применяемыми в современных системах ФИП [76].

3. Физические особенности работы электрогидродинамических ионных источников

3.1. Жидкость в электрическом поле, формирование конуса Тейлора

Форму поверхности жидкости в электрическом поле начали исследовать с начала XVII в., о чём мы уже

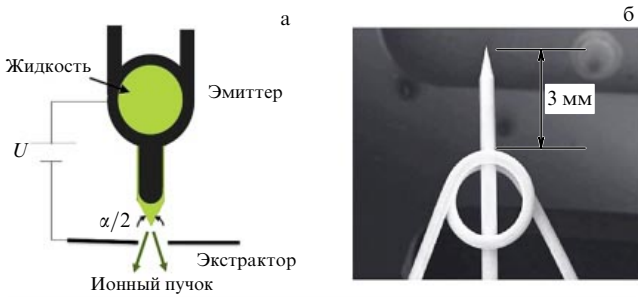


Рис. 4. (а) Схематическое изображение ЭГД-ионного источника с игольчатым металлическим электродом, смоченным рабочей жидкостью. (б) Фотография такого электрода без рабочей жидкости [77].

упомянули в историческом разделе обзора. В основе современных представлений о работе ЭГД-эмиттеров лежит статья Тейлора [44], в которой он математически обоснованно доказал, что при пороговой разности потенциалов между экстрактором с отверстием для выхода ионов и остриём игольчатого электрода-эмиттера, смоченного проводящей жидкостью, поверхность этой жидкости деформируется (заостряется) и принимает форму конуса (конуса Тейлора) с половинным углом при вершине $\alpha/2 = 49,3^\circ$ (рис. 4а).

Условием образования такого конуса является квазистационарное равновесие сил, обусловленных поверхностным натяжением жидкости γ и действием электрического поля с напряжённостью E , направленного по нормали к поверхности конуса Тейлора:

$$\gamma \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) + \frac{\rho}{2} v^2 - \Delta p = \frac{E^2}{8\pi}, \quad (5)$$

где r_1 и r_2 — главные радиусы кривизны конуса Тейлора, $\Delta p = p_{\text{int}} - p_{\text{ext}}$ — разность давлений внутри и снаружи жидкости, ρ и v — плотность и скорость подтекания жидкости.

Если предположить, что поверхность конуса Тейлора имеет средний радиус кривизны r , то, пренебрегая действием пространственного заряда, для порогового (минимального) значения напряжённости электрического поля E_{min} можно получить следующее выражение:

$$E_{\text{min}} = \sqrt{\frac{4\gamma}{\varepsilon_0 r}}, \quad (6)$$

где ε_0 — электрическая постоянная.

Тогда пороговую разность потенциалов U_{min} для ЭГД-источника, схематически изображённого на рис. 4а, можно рассчитать по формуле

$$U_{\text{min}} = \sqrt{\frac{\gamma r}{\varepsilon_0}} \ln \frac{2d}{r}, \quad (7)$$

где d — расстояние от вершины конуса Тейлора до экстрактора.

Из формулы (7) видно, что на величину пороговой разности потенциалов влияет поверхностное натяжение рабочей жидкости. Низкотемпературные ионные жидкости имеют более низкие значения поверхностного натяжения, чем жидкие металлы. Например, у галлия $\gamma = 0,71 \text{ Н м}^{-1}$, а у ионной жидкости [emim][Tf₂N] $\gamma = 0,039 \text{ Н м}^{-1}$, т.е. при одной и той же геометрии источника и радиусе кривизны конуса Тейлора величина U_{min} для ИИИЖ будет примерно в четыре раза меньше,

чем у ЖМИИ с галлием. Следует добавить, что модель Тейлора [44] является достаточно упрощённой, так как она не рассматривает влияние пространственного заряда и эволюцию поверхности проводящей жидкости в нарастающем электрическом поле, поэтому формулы (6) и (7) базируются на необходимых, но не достаточных условиях образования равновесной конической конфигурации на вершине ЭГД-эмиттера. Более подробное обсуждение процессов формирования конуса Тейлора и его устойчивости при различных режимах работы ЭГД-эмиттеров можно найти, например, в [7, 27] и ссылках к этим публикациям.

ЭГД-эмиттер с электродом в виде иглы с радиусом заострения 3–10 мкм и кольцом-резервуаром (рис. 4б) или спиралью для хранения рабочего вещества обычно изготавливается из тугоплавкого металла, например вольфрама. Такая конструкция является одной из наиболее распространённых, её отличает простота и универсальность, позволяющие работать с разными веществами, в том числе с ИЖ. Нагрев рабочего вещества в этом эмиттере осуществляется за счёт джоулева тепла, выделяемого при прямом пропускании электрического тока через электрод.

Существуют и другие, более сложные конструкции, в которых используются тонкие металлические капилляры, заполненные рабочим веществом, а также капилляры, внутрь которых вставлена металлическая игла с остриём, выдвинутым через открытый конец капилляра. Нагрев может осуществляться косвенным образом или за счёт электронной бомбардировки. Игольчатый электрод может быть изготовлен из пористого вольфрама, который выполняет роль резервуара и транспортной системы для подачи рабочей жидкости к острию эмиттера. Известны линейные (щелевые) конструкции ЭГД-эмиттеров, в которых вдоль щели формируется множество точечных конусов Тейлора (до сотни на миллиметр длины) [78]. Такой источник характеризуется высокой эффективностью, но вместе с тем не может использоваться в микро- и нанотехнологиях, так как генерирует протяжённый ленточный пучок [79].

В данном разделе мы не ставим целью охватить всё разнообразие конструкций современных ЭГД-эмиттеров, но хотим подчеркнуть общность физических процессов, определяющих поведение жидкости (расплавов чистых металлов и сплавов, неорганических солей и ионных жидкостей) в электрическом поле напряжённостью 10^6 В см^{-1} и выше. Более подробно конструктивные особенности различных ЭГД-эмиттеров рассматриваются в разделах 4 и 5, посвящённых ЖМИИ, ЖМИИС и ИИИЖ.

3.2. Эмиссия ионов:

основные механизмы и режимы работы

В настоящее время считается общепризнанным, что при малых токах (менее 10 мкА) основным механизмом ионной эмиссии в ЭГД-источниках является полевое испарение ионов с поверхности рабочей жидкости в сильном электрическом поле [80–84]. Согласно закону Аррениуса [80, 82] константа скорости такого процесса может быть представлена как

$$K = \omega \exp \left[-\frac{G - \sqrt{e^3 E}}{kT} \right], \quad (8)$$

где ω — частота колебаний иона ($\omega \sim 10^{12} - 10^{13} \text{ с}^{-1}$ [80, 81]), k — постоянная Больцмана, T — абсолютная тем-

пература, e — заряд электрона (для случая однократно заряженных ионов), G — энергия активации испарения иона, E — напряжённость испаряющего электрического поля. Выражение под знаком радикала описывает снижение поверхностного барьера у поверхности эмиттера за счёт эффекта Шоттки [85]. Используя формулу (8), можно легко вычислить плотность ионного тока

$$j = eN_s K, \quad (9)$$

где N_s — плотность атомов на поверхности эмиттера ($\sim 10^{15} \text{ см}^{-2}$).

Для металлов величина G рассчитывается в приближении термоионного цикла [80, 81]:

$$G = A + I - W, \quad (10)$$

где A — энергия сублимации нейтрального атома с поверхности металла, I — энергия ионизации этого атома (1-й потенциал ионизации), W — энергия, выделяющаяся при возвращении освобожденного электрона в металл (равна работе выхода электрона из металла $e\phi$). Отметим, что бомбардировка эмиттера этими электронами приводит к увеличению его температуры. В случае жидкометаллического ионного источника с галлием величину G принято считать равной 0,1 эВ, а напряжённость испаряющего поля оценивают в пределах $10 - 50 \text{ В нм}^{-1}$ [80].

Одна из основных проблем, возникающих при попытке применить теорию полевого испарения к ЭГД-эмиттеру, — необходимость обеспечить чрезвычайно малый радиус острия эмиттера для получения требуемой величины напряжённости электрического поля. При этом плотность тока и величина пространственного заряда оказываются чрезвычайно большими, так же как и напряжение, которое необходимо приложить к эмиттеру. Однако эта проблема снимается, если предположить, что конус Тейлора вблизи вершины деформируется, что приводит к появлению выступа, с которого идёт эмиссия ионов (рис. 5). Таким образом удаётся согласовать расчётное и экспериментальное значения напряжения на ЭГД-эмиттере.

Жидкий конус с выступом на вершине был численно смоделирован в [86] с учётом пространственного заряда и движения жидкости в конусе. Расчёты теплового режима такого выступа диаметром 3 нм [87], с вершины которого происходило полево испарение ионов, подтвердили правомерность предложенной модели, которая в целом хорошо согласуется с данными эксперимента. Добавим, что методы аналитического определения длины и диаметра выступа можно найти в работе [88].

Полево испарение ионов с поверхности жидкого выступа на вершине конуса Тейлора является преобладающим процессом в режиме малых токов эмиссии (менее 10 мкА). В режиме больших токов (более 100 мкА), который практически не используется в современных ФИП, может начаться полевая ионизация испаряющихся атомов, а также инициироваться газовый разряд в облаке металлического пара у вершины острия. В [89] было высказано предположение, что при больших токах может происходить взрывная эмиссия с конца струи жидкого металла, а в [90] была предложена модель плазменного облака, которую вряд ли можно считать обоснованной. Детальное обсуждение этих моделей выходит за рамки данного обзора, их сравнительный критический анализ можно найти в работах Дудникова и Шабалина [50–53, 91, 92]. Как видно на рис. 5, процесс прямого полевого

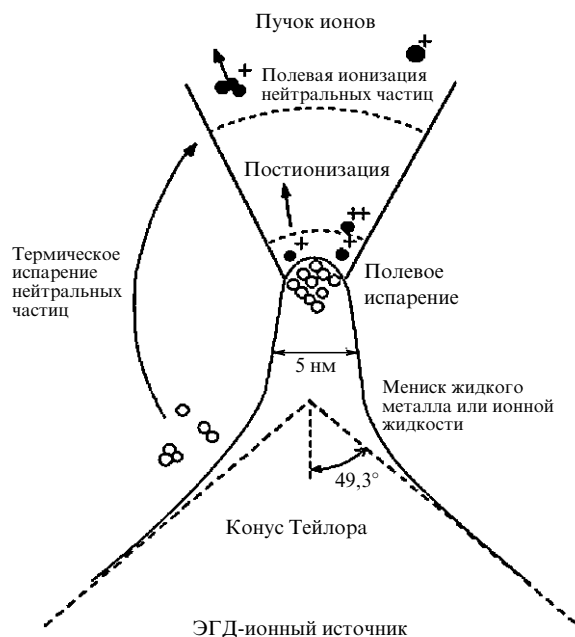


Рис. 5. Схематическое представление процессов, происходящих у выступа, сформированного на вершине конуса Тейлора в ЭГД-эмиттере с жидким металлом (сплавом) или ионной жидкостью [31].

испарения ионов может сопровождаться постиионизацией непосредственно после их отрыва, что приводит к образованию двух-, а иногда и трёхзарядных ионов [93–95].

Одновременно с ионной эмиссией в ЭГД-эмиттерах возникает характерное свечение в виде яркой точки вблизи острия иглы (рис. 6), причём с увеличением тока интенсивность такого свечения быстро возрастает. Спектроскопические исследования, проведённые для ЖМИИ с галлием, показали [49, 96], что светятся атомы галлия, возбуждаемые ионным пучком. Причины появления вблизи эмиссионной зоны металлического пара с высокой плотностью остаются неясными. Предположение о том, что атомы металла испаряются с боковой поверхности конуса Тейлора и затягиваются в область сильного поля вблизи эмиссионной зоны [97, 98], не является полностью обоснованным, так как плотность насыщенного пара у галлия чрезвычайно мала, а затягивание атомов в область сильного поля становится существенным только при низкой (азотной) температуре острия [80]. Эксперименты показали [99], что нагрев эмиттера с галлием до температуры 450°C не приводит к увеличению интенсивности свечения, хотя скорость испарения галлия при этой температуре заметно возрастает. Одной из причин появления газового облака, на наш взгляд, является то, что в процессе полевого испарения ионов, а процесс этот явно неравновесный, возможна передача энергии ближайшим поверхностным атомам, что стимулирует их испарение и в итоге приводит к формированию пара с высокой плотностью. Нельзя исключить и квантовый (дипольный) характер свечения у острия иглы из-за изменения во времени электрического дипольного момента испарённых атомов металла в эмиссионной зоне при наличии сильного электрического поля, вызывающего самопроизвольный переход системы атомов из состояния с большей потенциальной энергией в состояние с меньшей энергией [100].

Основное отличие процесса полевого испарения из ионных жидкостей по сравнению с процессами в металлах и

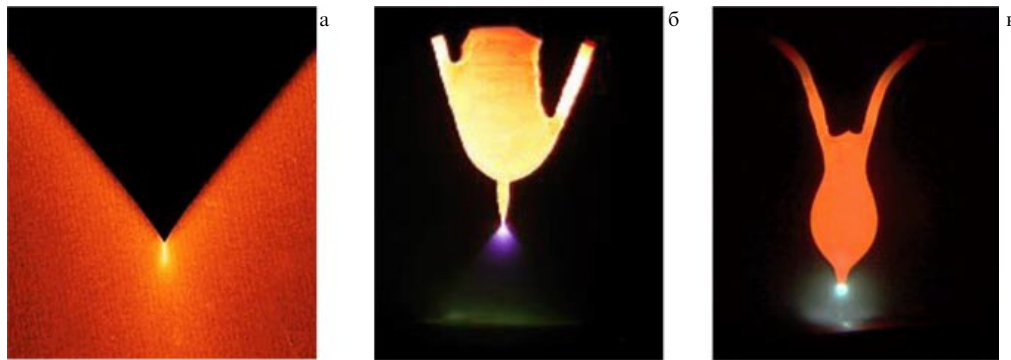


Рис. 6. Свечение вблизи острья ЭГД-эмиттеров: (а) с жидким галлием при комнатной температуре, (б) со сплавом HoNi при 800 °С и (в) со сплавом CoNd при 700 °С [2].

сплавах состоит в том, что из ионной жидкости испаряются не нейтральные атомы, а положительно или отрицательно заряженные ионы. По аналогии с растворами электролитов, полевого испарение ионов из которых подробно рассматривалось в работах Григорьева с соавторами [101, 102], в случае ИЖ в формуле (10) вместо энергии активации испарения иона с поверхности металла G нужно брать величину изменения энтальпии $\Delta H_{+(-)}$ при переходе иона из ионной жидкости в вакуум.

В известной нам литературе отсутствуют данные о значениях $\Delta H_{+(-)}$ для ионных жидкостей; процессы полевого испарения ионов из ионных жидкостей более сложные, чем из водных растворов солей [101]. Под действием электрического поля возможно испарение нейтральных ионных пар $\{[R]^{+}[A]^{-}\}_n (n \geq 2)$ с их последующей диссоциацией на катионы $[R]^{+}$ и анионы $[A]^{-}$. В зависимости от полярности ускоряющего напряжения, приложенного к эмиттеру, на поверхность ионной жидкости будут возвращаться либо катионы, либо анионы, инициируя её травление, нагрев и разложение за счёт ионной бомбардировки. Более того, испарённые нейтральные пары в пространстве около вершины конуса Тейлора могут взаимодействовать с образовавшимися катионами и анионами, в результате чего будут формироваться сложные комплексные ионы $\{[R]^{+}[A]^{-}\}_m [R]^{+}$ и $\{[R]^{+}[A]^{-}\}_m [A]^{-}$, где $1 \leq m \leq n - 1$. Отметим, что возникновение молекулярных ионов наблюдалось при использовании в ЭГД-эмиттере в качестве рабочего вещества расплава метаболита лития LiBO_2 [54].

Необходимо выделить два основных режима работы ЭГД-источников. В зависимости от значений удельной проводимости и поверхностного натяжения рабочей жидкости, скорости её подведения к вершине эмиттера (скорости подачи) и напряжённости электрического поля источники могут работать либо в режиме чисто ионной эмиссии, создавая пучки однократно и многократно заряженных атомарных и кластерных ионов, либо в режиме эмиссии заряженных каплей. Возможен и смешанный режим, при котором источник эмитирует как ионы, так и заряженные капли.

Для жидких металлов и сплавов с удельной проводимостью $\sigma > 10^5 \text{ См м}^{-1}$ и высоким значением поверхностного натяжения преобладающим является первый режим, а для растворов электролитов, у которых $\sigma < 10^{-3} \text{ См м}^{-1}$, характерен режим эмиссии заряженных каплей диаметром до нескольких микрометров. Этот режим также называют коллоидным электроспреем [103–105].

По величине своей удельной проводимости $\sigma \sim 0,1 - 10 \text{ См м}^{-1}$ и поверхностного натяжения $\gamma \sim 0,01 - 0,1 \text{ Н м}^{-1}$ ионные жидкости занимают промежуточное положение между жидкими металлами и растворами электролитов, поэтому ИИИЖ могут работать в обоих режимах. При низкой проводимости и высокой скорости подачи ионной жидкости вершина конуса Тейлора деформируется, что приводит к образованию тонкой протяжённой струи (cone-jet) [105, 106], истекающей из вершины (рис. 7), причём в потоке эмитированных частиц присутствуют

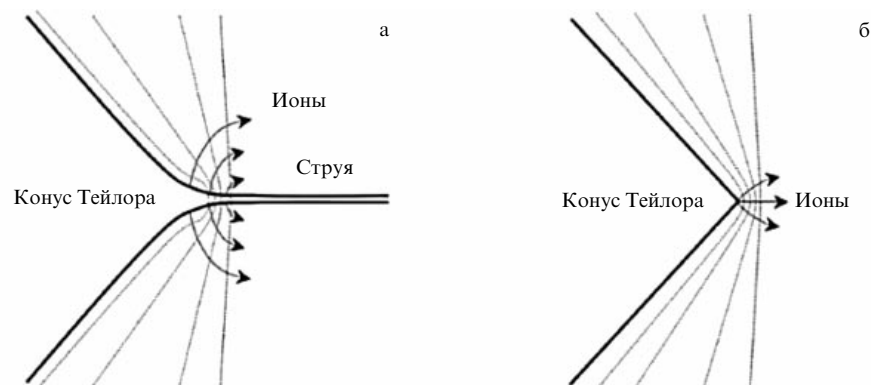


Рис. 7. Режимы работы ЭГД-источника: (а) капельный (струйный) режим, (б) режим чисто ионной эмиссии. Пунктирными линиями показаны эквипотенциальные линии вблизи вершины конуса Тейлора [106].

как заряженные и нейтральные капли, так и ионы, а также возбуждённые атомы и молекулярные комплексы. Отметим, что в капельном режиме могут работать и жидкометаллические источники ионов, в том числе галлиевые, для которых этот режим является нежелательным.

Недавно в работе [107] были проведены численные расчёты формы мениска, который образуется на вершине заострённого капиллярного эмиттера, работающего с ионной жидкостью [emim][BF₄]. Было показано, что форма мениска в режиме чисто ионной эмиссии является конусообразной, но отличается от классического конуса Тейлора с половинным углом при вершине $\alpha/2 = 49,3^\circ$.

4. Жидкометаллические источники ионов на чистых металлах и сплавах

Современные ЭГД-источники ионов должны генерировать высокоинтенсивные монохроматические пучки со стабильными параметрами, обеспечивать предельную яркость и плотность ионного тока, формировать острофокусированный и масс-сепарированный ионный пучок с заданным отношением массы к заряду m/z (без примесей ионов другой массы и зарядового состояния), быть простыми в изготовлении и управлении, а также иметь длительный срок эксплуатации. Благодаря универсальности, надёжности, высокому пространственному разрешению и эмиссионным характеристикам, а также продолжительности стабильной работы самым распространённым источником (более 99,99 %) в современных промышленных системах является ЖМИИС. В рамках одного обзора не представляется возможным подробно рассмотреть все технические характеристики и параметры ЖМИИС. Для более глубокого изучения авторы рекомендуют список основной литературы [2, 7, 26–31, 50, 72, 108], хотя этот список безусловно не исчерпывается перечисленными работами и может быть расширен. В этом разделе сделан акцент лишь на тех особенностях, понимание которых значительно облегчает выбор источников для максимально эффективного их использования в современном оборудовании под любую конкретную исследовательскую или технологическую задачу.

4.1. Конструкция жидкометаллических источников на сплавах

Как было отмечено в разделе 3.1, принцип действия ЖМИИС основан на балансе электростатической силы и силы поверхностного натяжения жидкого металла [97, 98, 109–111]. Рисунок 8 схематически поясняет работу ЖМИИС [112]. Перед остриём игольчатого эмиттера из тугоплавкого металла располагается экстрактор с отверстием для вывода формируемого ионного пучка. Рабочее вещество находится в жидком состоянии за счёт нагрева джоулевым теплом от пропускания электрического тока через выводы и резервуар эмиттера. Благодаря действию капиллярных сил оно смачивает тонким слоем эмиттер и по боковой поверхности подтекает к его острию (рис. 8а). Экстрактор создаёт вблизи острия сильное электрическое поле, и при превышении пороговой разности потенциалов V_{th} ($\sim 10^8$ В см⁻¹) поверхность жидкого металла принимает форму конуса, с вершины которого начинается полевое испарение ионов (рис. 8б).

Использование просвечивающего электронного микроскопа с энергией электронов 1 МэВ позволило непосредственно в процессе эмиссии зафиксировать на острие

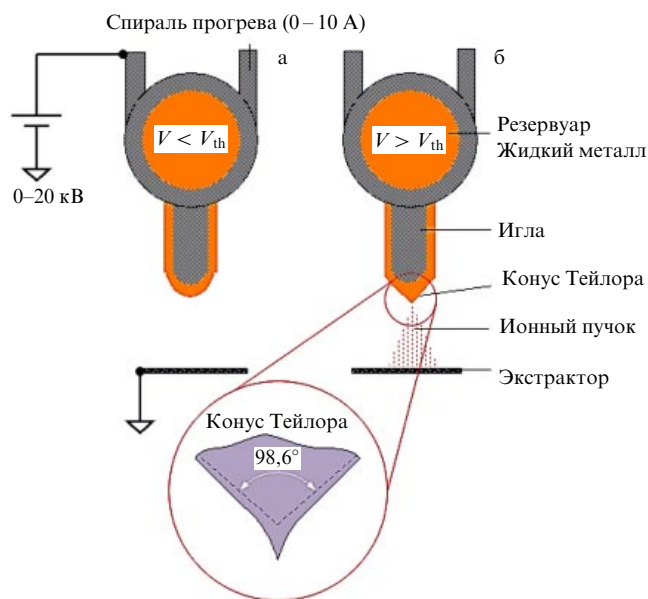


Рис. 8. Схематическое изображение работающего ЖМИИС [112].

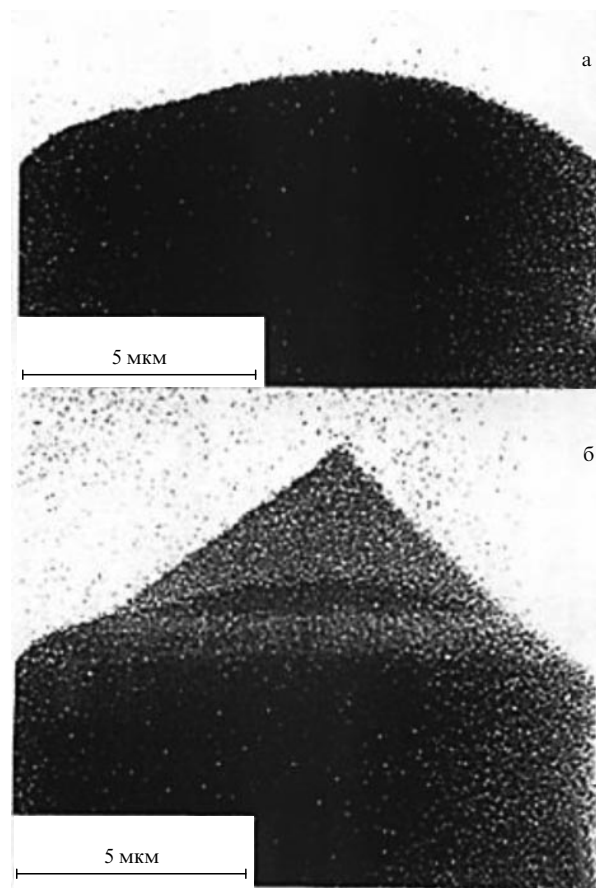


Рис. 9. Формирование конуса Тейлора при возникновении ЭГД-эмиссии CoNd-ЖМИИС: (а) до возникновения эмиссии, (б) после возникновения эмиссии. Фотографии сделаны в просвечивающем электронном микроскопе с энергией электронов 1 МэВ [117].

иглы конус Тейлора с полным углом 90° – 100° для ЖМИИС с Au, AuSi, AuGe, CoGe, CoNd, Ga, In, Sn, Pb [113–116]. На рисунке 9 показаны фотографии формы кончика иглы CoNd-ЖМИИС в процессе эмиссии тока

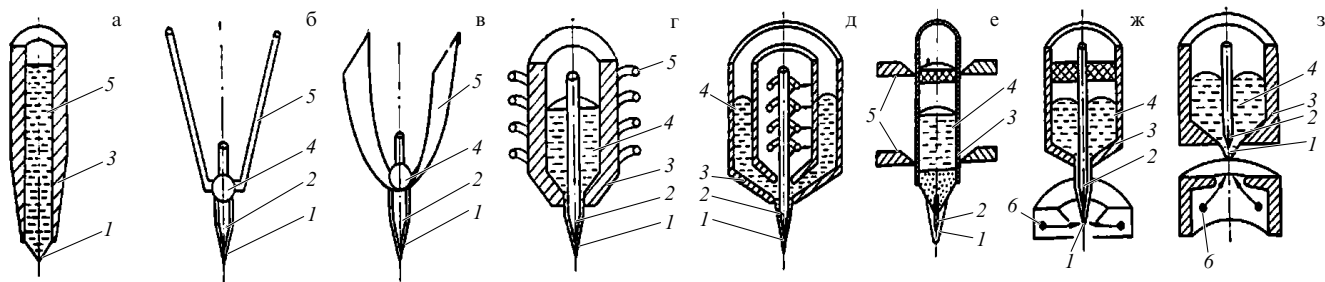


Рис. 10. Примеры различных конструкций ЖМИИС [14]: (а) капиллярный эмиттер; далее игольчатые эмиттеры: (б) с проволочной шпилькой, (в) с ленточным нагревателем, (г) с обычным контейнером, (д) с нагревом электронной бомбардировкой, (е) с пористым резервуаром, (ж) с кольцевым эмиттером электронов, (з) с кольцевым эмиттером электронов встречного потока. Цифрами на рисунках обозначены: 1 — эмиттер ионов, 2 — игла, 3 — контейнер, 4 — рабочее вещество, 5 — нагреватель, 6 — эмиттер электронов.

5 мкА [117]: (а) до возникновения эмиссии, (б) после возникновения.

Различные исследовательские группы уже почти полвека совершенствуют конструкцию и технологию ЖМИИС. Подробное описание процесса изготовления ЖМИИС можно найти в фундаментальных справочных пособиях и оригинальных статьях (например, [14, 26, 31]). Мы хотим привлечь внимание читателей к некоторым специальным вопросам технологии ЖМИИС.

На рисунке 10 представлено эволюционное изменение конструкции ЖМИИС [14]. Изготовление тонких металлических капилляров оказалось довольно сложным технологическим процессом. При малом диаметре капилляра заострение, с которого в основном идёт эмиссия, может перемещаться по поверхности выступающей капли, что приводит к увеличению эффективного размера эмиттера и нестабильности эмиссии. Удачной оказалась конструкция источника Клэмпита [47], в которой область эмиссии локализована на острие иглы, выдвинутой через открытый конец капилляра. Расплав подтекает к эмиссионной зоне по боковой поверхности иглы. После этого были разработаны разнообразные игольчатые конструкции ЭГД-источников (см. рис. 10).

Конструкции ЖМИИС в современных промышленных установках показаны на рис. 11. Изготовление таких источников включает три основных этапа: механическую сборку или точечную сварку, формирование острия электрохимическим травлением или механической шлифовкой, в условиях высокого вакуума смачивание эмиттера погружением в тигель, содержащий расплавленный сплав.

Для того чтобы изготовить надёжный и долговечный источник, генерирующий ионы заданных химических

элементов, сначала необходимо ответить на следующие важные вопросы: 1) какова температура плавления T_m сплава, 2) какие химические соединения можно использовать в этом сплаве для снижения его температуры плавления, 3) является ли давление насыщенного пара при T_m достаточно низким, чтобы избежать термического испарения сплава, 4) достаточно ли содержание интересующего элемента в сплаве для его последующего использования, 5) возможны ли химические реакции между сплавом и материалом иглы эмиттера при рабочей температуре источника, 6) какова вязкость сплава и может ли он эффективно смачивать поверхность эмиттера, 7) каковы коэффициенты поверхностного натяжения и потенциалы ионизации химических элементов в сплаве, 8) можно ли отделить по массе и зарядовому состоянию желательные ионы от нежелательных? Ответы на большинство перечисленных вопросов можно найти, изучив базовые элементы теории сплавов [118], соответствующие фазовые диаграммы [119–121], таблицы давлений насыщенных паров [122–124], коэффициентов поверхностного натяжения и вязкости [125] химических элементов. Термодинамические, структурные и диффузионные свойства жидких металлов подробно рассмотрены и обсуждались в работе [126] с применением методов компьютерного моделирования.

Особое значение при конструировании ЖМИИС придаётся форме острия эмиттера, так как его размеры и тип в основном определяют эмиссионные и технические характеристики источника [127, 128]. В капиллярных эмиттерах жидкость течёт внутри сравнительно толстого капилляра, поэтому в таких эмиттерах достаточно лишь небольшого отрицательного давления в конусе Тейлора, чтобы обеспечить его подпитку рабочей жидкостью.

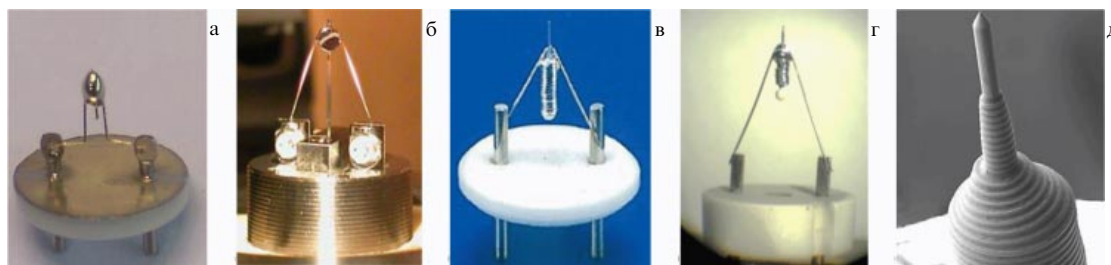


Рис. 11. Конструкции ЖМИИС, используемых в современных промышленных установках различных фирм: (а) AuGeSi (HZDR, Германия), (б) AuSi (Raith GmbH, Германия), (в) Ga (Denka, Япония и Thermo Fisher Scientific, США), (г) AuDySi (RUB, Германия), (д) Ga (Orsay Physics, Франция) [2].

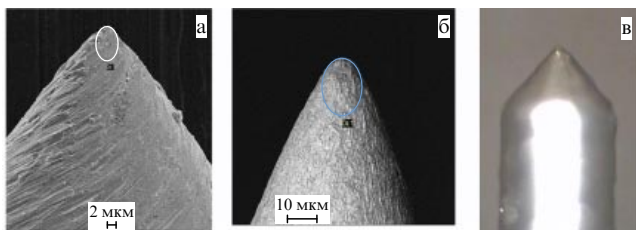


Рис. 12. Иглы для ЖМИИС: (а) механически шлифованная шероховатая игла со спиралевидными бороздками, (б) шероховатая игла после электрохимического травления, (в) игла, отполированная электрохимическим травлением [131].

Однако капиллярные эмиттеры оказываются значительно менее стабильными, чем игольчатые, из-за того что столбик жидкости в капилляре часто рвётся [129]. Рабочий сплав не должен вступать в химические реакции с иглой, т.е. одновременно должна быть обеспечена низкая растворимость этого сплава в материале иглы и материала иглы в сплаве. Исходя из этого современные игольчатые эмиттеры в зависимости от рабочего сплава в ЖМИИС изготавливаются из проволок разных металлов (W, Re, Ta, Mo, Ni, Ti, Fe, NiCr, V, Nb, Pt), которые требуют особых методов обработки — механических или электрохимических. Механическое заострение иглы и создание канавок производится автоматизированным шлифованием на алмазном диске. Электрохимическое травление игл из разных металлов проводится в соответствующих химических растворах различными способами и подробно описано в [130].

При травлении в режиме переменного тока получают шероховатые иглы с бороздками вдоль поверхности игл глубиной порядка 1 мкм, а при травлении с использованием постоянного тока иглы имеют зеркально-гладкую поверхность (рис. 12) [131]. Подтекание жидкости к конусу Тейлора в этих случаях происходит поразному. В шероховатых иглах жидкость подтекает к острию по бороздкам благодаря капиллярным силам практически без гидродинамического импеданса (сопротивления). Вблизи резервуара бороздки наполнены жидкостью и давление в них равно нулю, а около острия бороздки могут быть почти пустыми, тогда давление в них $|p| = \gamma/r$, где γ — коэффициент поверхностного натяжения, r — радиус полуцилиндрической бороздки. За счёт разности давлений жидкость будет подтекать к острию. В [51, 52] показано, что бороздки на типичной игле с большим запасом обеспечивают подтекание жидкости к конусу Тейлора. Для работы с ещё большим ионным током, до 800 мкА, и лучшим подтеканием были разработаны источники с иглой из пористого вольфрама, пропитанного рабочим веществом [132–134]. По зеркально-гладкой игле скорость подтекания жидкости сильно ограничена. Жидкий расплав подтекает под действием так называемого "расклинивающего" давления [135], которое возникает в плёнках жидкости толщиной менее 10 нм, так как с энергетической точки зрения образование таких плёнок невыгодно. Точный расчёт течения в этом случае затруднён из-за отсутствия данных о величине расклинивающего давления для металлов, но очевидно, что гидродинамический импеданс у гладких игл должен быть значительно больше, чем у игл с бороздками.

Li	Be																	B	C	
Na	Mg																	Al	Si	P
				Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As					
Rb			Y								Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb				
Cs											Pt	Au	Hg		Pb	Bi				
		La	Ce	Pr	Nd		Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm						
					U															

Рис. 13. Таблица элементов, ионы которых получены в современных ЖМИИС (выделены красным цветом) [2].

4.2. Обзор существующих

жидкометаллических источников на сплавах

В Периодической таблице, представленной на рис. 13 [2, 136], красным (более тёмным) цветом отмечены 48 химических элементов, ионы которых были получены в ЖМИИС. Относительно недавно к ним добавился иттрий [137]. В работе [2] дан наиболее подробный перечень существующих ЖМИИС с большим количеством ссылок на публикации разработчиков и производителей этого оборудования и на оригинальные статьи с подробным технологическим описанием по каждому источнику и сплаву. Как видно из таблицы, особый интерес у исследователей и разработчиков вызывает использование в ЖМИИС лёгких и тяжёлых металлов, полупроводников, ферромагнетиков и редкоземельных элементов. Понятно, что в ЖМИИС не представляется возможным использовать газы и радиоактивные металлы. Оставшиеся в таблице "жёлтые" пятна могут быть заполнены в ближайшее десятилетие.

4.2.1. ЖМИИ на легкоплавких металлах.

Первоначально в качестве рабочего вещества в ЖМИИ использовались только чистые легкоплавкие металлы, представленные в табл. 2 [2]. Одним из основных недостатков большинства таких металлов являлось высокое давление насыщенных паров при рабочей температуре, которая обычно на несколько десятков градусов выше T_m .

Вместе с тем главное преимущество состоит в том, что ЖМИИ может работать без масс-сепаратора, хотя анализ масс-спектров (см., например, данные для ЖМИИ с золотом, представленные на рис. 14) показывает наличие двухзарядных и кластерных ионов в генерируемом ионном пучке. Присутствие таких ионов, которые не являются химическими примесями, значительно ухудшает форму пучка и увеличивает его диаметр. Отметим, что более высокая доля кластеров (до 50 % от общего состава) обнаружена в ЖМИИ большинства других, нелегкоплавких, металлов. Самым "чистым", имеющим в своём составе лишь однозарядные атомные ионы, является галлиевый ЖМИИ. Однако даже для него с помощью времяпролётного масс-спектрометра с высоким разрешением и чувствительностью удалось обнаружить кластерные ионы, содержащие до 25 атомов галлия [138–140].

В современных технологиях практическое применение нашли ЖМИИ лишь с четырьмя чистыми металлами: Ga [141, 142], In [20, 143], Bi [144–146] и, частично, Au [147, 148]. Остальные источники представляют в основном академический интерес и имеют незначительную технологическую ценность в связи с трудностью изгото-

Таблица 2. Источники ЖМИИ с чистыми металлами [2]

Масса иона	Металл	$T_m, ^\circ\text{C}$	$T, ^\circ\text{C}$, при $p = 10^5 \text{ Па}$	Ионы в масс-спектре
7	Li	181	260	$\text{Li}^{++}, \text{Li}_{1-7}^+$
23	Na	98	95	Na_{1-11}^+
27	Al	660	745	$\text{Al}^{++}, \text{Al}_{1-4}^+$
28	Si	1410	1055	$\text{Si}^{++}, \text{Si}_{1-8}^+$
70	Ga	30	615	Ga^+
73	Ge	938	840	$\text{Ge}^{+,++}, \text{Ge}_{2-11}^+$
85	Rb	39	15	Rb_{1-9}^+
115	In	157	525	$\text{In}_{1,2,3}^+$
119	Sn	232	730	$\text{Sn}^{++}, \text{Sn}_{1-7}^+$
133	Cs	28	-2	Cs_{1-3}^+
197	Au	1064	875	$\text{Au}^{+,++}, \text{Au}_{2-5}^+$
201	Hg	-39	-55	
207	Pb	328	375	$\text{Pb}_{1-6}^{+,++}, \text{Pb}_{3,5}^{++}$
209	Bi	271	360	$\text{Bi}^{+,+,+,++++}, \text{Bi}_{3,5,7,9}^{++}, \text{Bi}_{2-7}^{+}$
238	U	1135		$\text{U}^+, \text{U}_2^+, \text{U}_3^{4+}, \text{U}^{2+}, \text{U}^{3+}$

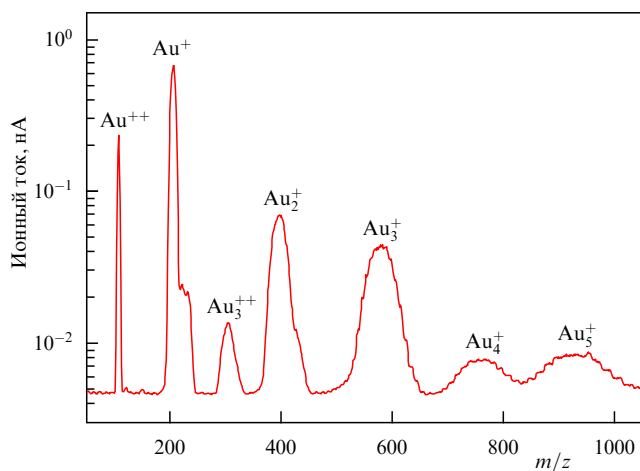


Рис. 14. Масс-спектр ионного пучка Au-ЖМИИ [2].

вления и/или коротким сроком службы. Самым популярным и идеально зарекомендовавшим себя с практической точки зрения является галлиевый ЖМИИ, обладающий низкой T_m , демонстрирующий отсутствие нежелательных ионов в генерируемом пучке и выделяющийся среди других ЖМИИ высокой стабильностью, эффективностью и продолжительным сроком службы, почти не ограниченным испарением галлия.

В качестве примера отечественных разработок ЖМИИ на рис. 15 показана галлиевая ионная пушка, созданная в конце 1980-х годов в Научно-исследовательском технологическом институте (НИТИ, г. Рязань) [141, 142].

4.2.2. ЖМИИС на двухкомпонентных сплавах. Стремление расширить круг генерируемых ионов привело к созданию источников ионов на сплавах (ЖМИИС). Для нормальной работы такого источника сплав с легиру-

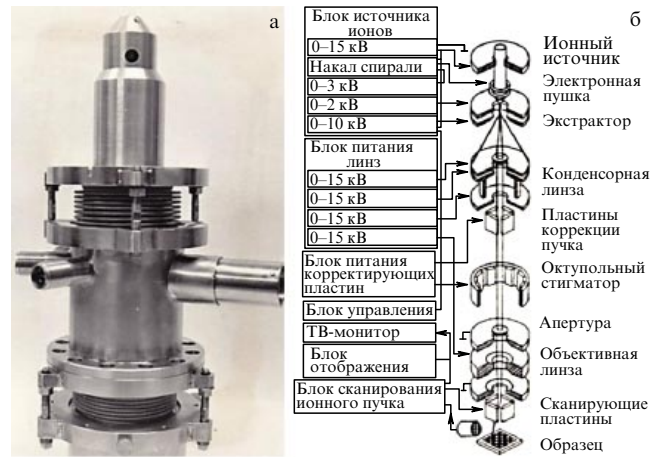


Рис. 15. Галлиевая ионная пушка, разработанная в НИТИ: (а) внешний вид, (б) функциональная схема [141, 142].

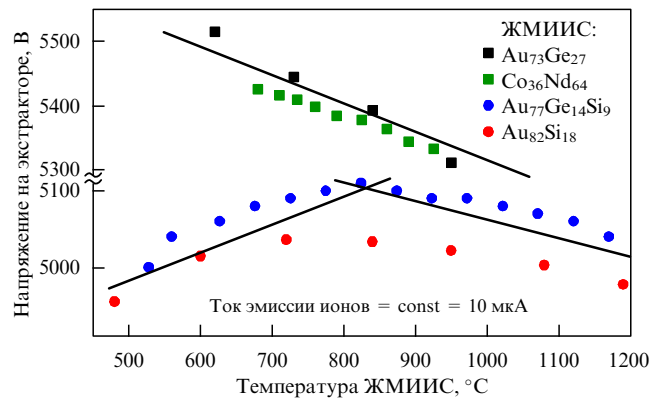


Рис. 16. Зависимость вытягивающего напряжения на экстракторе от температуры ЖМИИС [158].

щим элементом должен находиться в расплавленном состоянии при достаточно низкой температуре, хорошо смачивать иглу и иметь при этом достаточно низкое давление насыщенных паров. Выполнение перечисленных требований затрудняет получение ионов легирующих элементов [28, 149–151]. Чаще всего применяются сплавы эвтектического типа на основе благородных металлов, таких как золото, платина и палладий. Необходимый второй элемент, ради которого создаётся ЖМИИС, выбирается исходя из поставленных задач.

Одними из первых и до сих пор широко используемых сплавов в ЖМИИС являются эвтектические аморфные металлы (металлические стёкла) $\text{Au}_{82}\text{Si}_{18}$ [152–157] и $\text{Au}_{73}\text{Ge}_{27}$ [108, 152, 158, 159]. Эти материалы прекрасно зарекомендовали себя благодаря низкой температуре плавления T_m (около 365°C), низкому давлению насыщенных паров, хорошей смачиваемости вольфрамового эмиттера и относительной простоте изготовления. Пожалуй, единственным существенным недостатком сплава $\text{Au}_{82}\text{Si}_{18}$ является аномальное поведение его поверхностного натяжения, которое увеличивается примерно до 800°C [2]. На рисунке 16 представлена зависимость напряжения на экстракторе от температуры ЖМИИС [158]. Возрастающая половина кривой, соответствующая состояниям с низкой энтропией системы, обусловлена кристаллическим порядком первых нескольких слоёв

поверхности жидкости [160]. Однако при достаточно высоких температурах этот оставшийся порядок разрушается, и поверхностное натяжение возвращается к привычному монотонному снижению с температурой, увеличивая ионную эмиссию источника. В свою очередь, поверхностное натяжение сплава $\text{Au}_{73}\text{Ge}_{27}$ уменьшается с возрастанием температуры, как и у абсолютного большинства известных металлов и сплавов. Главным недостатком этого сплава является то, что при температурах выше 650°C германий начинает вступать в химическую реакцию с вольфрамовым эмиттером, что приводит к быстрому разрушению источника. Такое поведение обоих ЖМИИС нужно учитывать при их изготовлении и работе с ними.

Подробное описание других технологически важных ЖМИИС с двухкомпонентными сплавами дано в обзоре [2] и ссылках в нём. Как правило, создание источников с такими сплавами связано со значительными трудностями. Так, например, фосфор и сурьма возгоняются ещё до расплавления, расплавы алюминия активно взаимодействуют почти со всеми материалами и быстро растворяют детали источников, а соединения бора и углерода слишком тугоплавки. Чистый углерод в виде графита или других аллотропных модификаций обладает очень высокой температурой плавления T_m , выше 3500°C . Значительно снизить T_m можно, применяя углерод в сплавах с редкоземельными металлами. В работе [161] для генерации ионов углерода использовался сплав углерода с церием $\text{C}_{20}\text{Ce}_{80}$. Примечательно, что в масс-спектре источника с таким сплавом, помимо атомных и кластерных ионов церия и углерода, в достаточном для практического использования количестве были обнаружены ионы алюминия, которые диффундировали в сплав из керамического тигля.

4.2.3. ЖМИИС на многокомпонентных сплавах. Если не удаётся получить необходимые ионы из чистого металла или двухкомпонентного сплава, то применяют трёх-, а иногда и многокомпонентные сплавы. Диаграммы состояния для тройных сплавов строят графически с помощью равностороннего (концентрационного) треугольника, используя бинарные фазовые диаграммы [162]. Термодинамические расчёты трёхкомпонентных сплавов приведены в работе Мельникова на примере AuSiDu [163]. Самым простым способом создания новых сплавов является применение хорошо изученных сплавов с небольшими добавками требуемых химических элементов. Так, путём добавления в $\text{Au}_{82}\text{Si}_{18}$ и $\text{Au}_{73}\text{Ge}_{27}$ небольшого количества других элементов создано множество трёх- и четырёхкомпонентных сплавов, прекрасно зарекомендовавших себя для использования в ЖМИИС [2, 136]. Если доля таких примесей не превышает 5–10 ат. %, то величина T_m конечного сплава остаётся практически неизменной. На основе эвтектики AuSi созданы ЖМИИС редкоземельных металлов Y, La, Ce, Pr, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, а также Li, Be, Zn и Sb [2, 136, 137].

На рисунке 17 представлены масс-спектры редкоземельных металлов Y, Er и Gd, эмитированных из сплава на базе эвтектики $\text{Au}_{82}\text{Si}_{18}$ [137]. Интересно, что редкоземельные металлы, в отличие от других химических элементов, демонстрируют ярко выраженные пики трёхзарядных ионов, расширяя тем самым энергетические характеристики первичного ионного пучка. На основе эв-

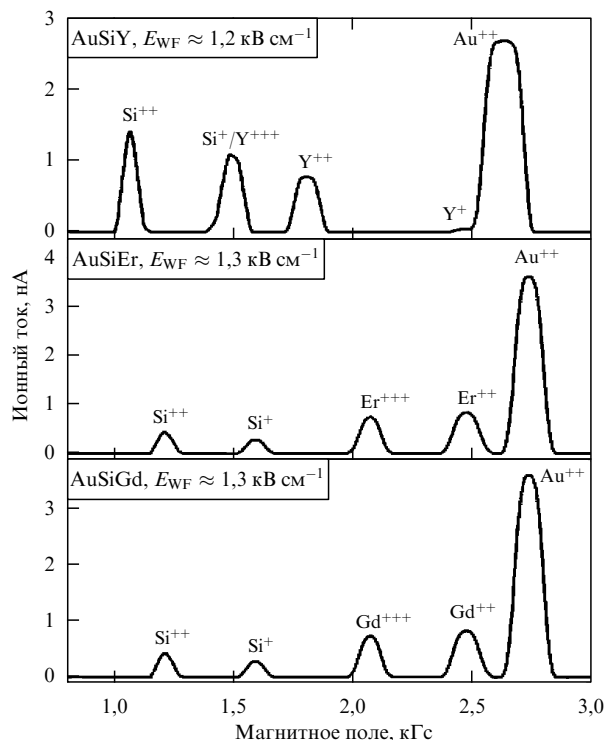


Рис. 17. Масс-спектры ЖМИИС редкоземельных металлов Y, Er и Gd [137].

Таблица 3. Универсальные ЖМИИС [164]

ЖМИИС	T_m , $^\circ\text{C}$	Ионы в масс-спектре	Диапазон масс, а.е.м.
$\text{Ga}_{35}\text{Bi}_{60}\text{Li}_5$	222	${}^6\text{Li}^+$, ${}^7\text{Li}^+$, Bi^{+3} , $\text{Bi}_{3,5,7,9}^{+3}$, Bi_{2-7}^+ , Ga^+	6–1881
$\text{Au}_{70}\text{Be}_{15}\text{Si}_{15}$	365	Be^{+3} , Si^{+3} , Au^{+3} , Au_{2-5}^+	9–985
$\text{Au}_{77}\text{Ge}_{14}\text{Si}_9$	365	Si^{+3} , Au^{+3} , Au_{2-5}^+ , Ge^{+3}	28–985

тектики AuGe получены ЖМИИС ферромагнетиков V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, а также В и Ag [2, 136].

В последнее время возрастает интерес к использованию универсальных ЖМИИС, позволяющих получать ионы с широким диапазоном масс [164]. В идеальном случае универсальный ЖМИИС должен генерировать ионы всех химических элементов и их кластеров с разными зарядовыми состояниями. Но в таком случае, помимо трудностей изготовления, описанных в разделе 4.1, будет невозможно сепарировать ионы, и ионные токи будут настолько малы, что их использование не будет представлять практического интереса. Поэтому под универсальными ЖМИИС мы будем подразумевать такие источники, которые в достаточном количестве могут генерировать лёгкие, средние и тяжёлые ионы, а также надёжно и стабильно работать в течение не менее 1000 ч. В таблице 3 представлены наиболее хорошо зарекомендовавшие себя универсальные ЖМИИС.

После того как многие исследователи отказались использовать высоконадёжные $\text{Au}_{70}\text{Be}_{15}\text{Si}_{15}$ -ЖМИИС из-за большой токсичности бериллия, а $\text{Au}_{77}\text{Ge}_{14}\text{Si}_9$ -ЖМИИС в области лёгких масс оказался ограниченным ионами кремния, перспективное будущее ожидает GaBiLi -ЖМИИС [165, 166]. Литий является самым лёг-

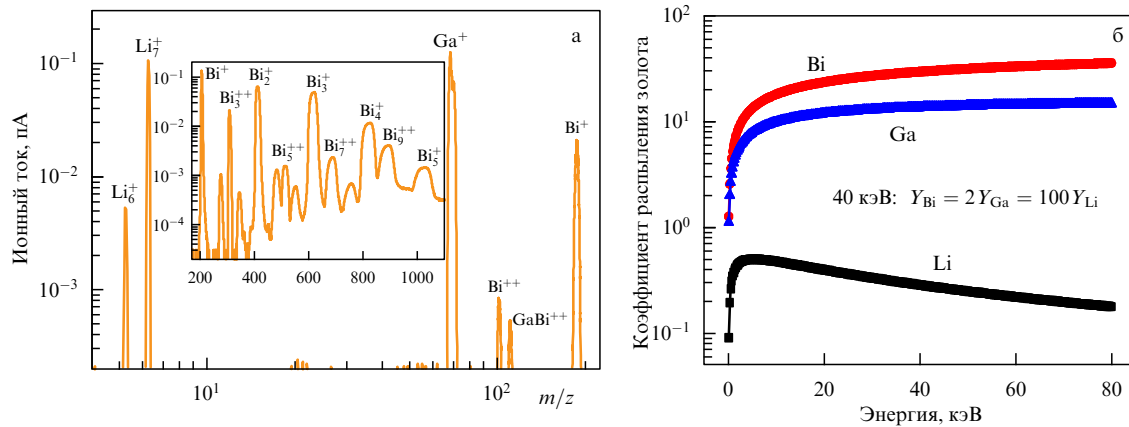


Рис. 18. (а) Масс-спектр $\text{Ga}_{35}\text{Bi}_{60}\text{Li}_5$ -ЖМИИС [164], (б) коэффициент распыления золота ионами Li, Ga и Bi для энергий, используемых в ФИП-системах [167].

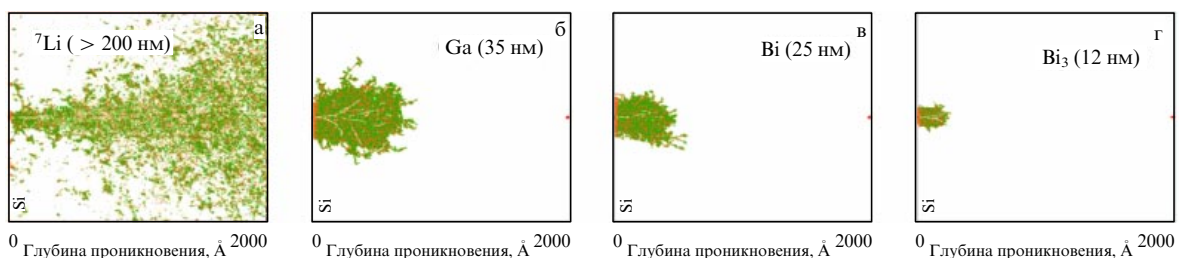


Рис. 19. Расчёты с помощью программы TRIM глубины проникновения ионов Li, Ga, Bi и Bi_3 с энергией 35 кэВ в подложку Si [168].

ким, а висмут самым тяжёлым нерадиоактивным металлом в Периодической системе. Вместе с тяжёлыми кластерами такой ЭГД-источник способен генерировать ионы в диапазоне от 6 до 1881 а.е.м. (рис. 18а), которые могут надёжно разделяться в стандартной ионной колонне и использоваться для субмикрометровой литографии и наноанализа.

Использование ионов различных масс с интервалом переключения между ними менее одной минуты в одном источнике имеет ряд преимуществ. Так, коэффициент распыления золота ионами лития $Y = 0,3$, что в 100 раз ниже, чем ионами висмута, при ускоряющем напряжении 40 кВ (рис. 18б). Учитывая соотношения масс $270m_{\text{Li}} = 27m_{\text{Ga}} = 9m_{\text{Bi}} = 3m_{\text{Bi}_3} = m_{\text{Bi}_9}$ в этом источнике и нелинейные эффекты распыления тяжёлыми кластерами висмута, можно ожидать 20-кратного увеличения коэффициента распыления двухзарядными кластерами висмута с девятью атомами. Одновременно с этим при бомбардировке поверхности лёгкие ионы проникают в подложку значительно глубже, чем тяжёлые ионы и кластеры. На рисунке 19 представлены результаты компьютерного моделирования с помощью программы TRIM глубины проникновения ионов Li, Ga, Bi и Bi_3 с энергией 35 кэВ в подложку Si [168]. В свою очередь лёгкие ионы значительно повышают выход вторичных электронов, практически не разрушают поверхность и активно используются в ионной микроскопии, позволяя достигать наилучшей фокусировки пучка [164].

Другие многокомпонентные ЖМИИС широко представлены и описаны в работе [2] и статьях, ссылки на которые приведены там же. Совсем недавно были проведены детальные исследования по изготовлению и применению различных сплавов для генерации ионов бора в разных конструкциях источника [169]. Самым пригод-

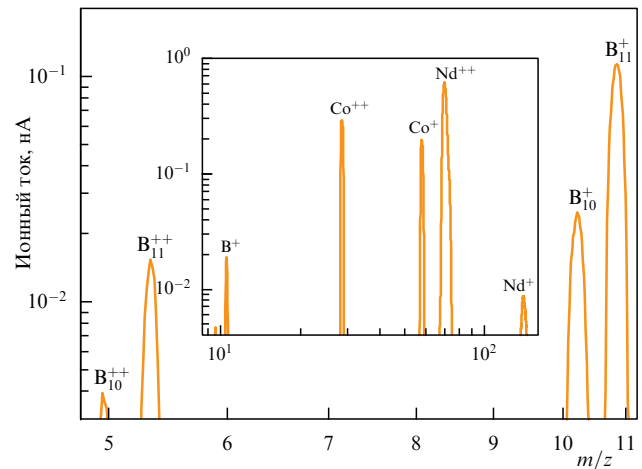


Рис. 20. Масс-спектр $\text{Co}_{31}\text{Nd}_{64}\text{B}_5$ -ЖМИИС [169].

ным и надёжным оказался сплав $\text{Co}_{31}\text{Nd}_{64}\text{B}_5$ -ЖМИИС, масс-спектр ионного пучка которого показан на рис. 20. Видно, что в спектре присутствуют как однозарядные, так и двухзарядные ионы всех элементов, входящих в состав сплава, включая изотопы бора.

4.2.4. Кластерные источники. Говоря о кластерных ионах, обычно подразумевают ионы тяжёлых элементов с возможно большим содержанием атомов в кластере. Как было показано выше, все ЖМИИС, помимо атомных ионов, испускают кластеры [170]. Однако интерес представляют лишь те источники, которые позволяют создавать ионные пучки с высоким содержанием кластеров. Так, если в Ga-ЖМИИИ доля кластеров значительно ниже 1% [138, 139], то в самом привлекательном с этой

точки зрения источнике Vi-ЖМИИ их доля достигает 50 % [144–146].

4.2.5. ЖМИИС для эмиссии электронов. При изменении полярности ускоряющего напряжения на некоторых ЖМИИС была обнаружена эмиссия электронов с вершины замёрзшего конуса Тейлора [171–178]. К сожалению, этот режим, хотя и представляет несомненный интерес, является нестабильным и краткосрочным, что не позволяет рассматривать ЖМИИС как источник электронов.

4.3. Основные эмиссионные и ионно-оптические параметры

жидкометаллических источников на сплавах

4.3.1. Вольт-амперная характеристика. Одним из основных показателей работоспособности любого ЖМИИС является его вольт-амперная характеристика (ВАХ), дающая функциональную зависимость эмиссионного тока ионов I от вытягивающего напряжения U на экстракторе. Правильная интерпретация ВАХ однозначно позволяет судить о пригодности и надёжности ЖМИИС во всех режимах работы, как после изготовления источника, так и после его длительного использования. Этому вопросу всегда уделялось особое место в экспериментальных и теоретических исследованиях [2, 10, 27, 72, 179, 180].

Согласно общепризнанной теоретической модели Майера, ток эмиссии ионов для пороговой разности потенциа-

лов U_{\min} определяется по формуле [179]

$$I = 3\pi \sqrt{\frac{2e}{m}} \frac{r\gamma \cos \alpha}{\sqrt{U_{\min}}} \left\{ \frac{U}{U_{\min}} - 1 \right\}. \quad (11)$$

Из формул (7) и (11) видно, что на ток эмиссии, помимо напряжения U на экстракторе, влияет атомная масса генерируемых ионов m , поверхностное натяжение рабочей жидкости γ , радиус закругления эмиттера r и угол конуса Тейлора α . Эмиссия ионов начинается при превышении порога вытягивающего напряжения. Как было показано в разделе 4.1, капиллярные ЖМИИС не представляют большого интереса для промышленного применения (коммерциализации) из-за нестабильного подтекания жидкости по капилляру к конусу Тейлора. Поэтому здесь и далее они не будут рассматриваться. Характер и наклон ВАХ игольчатого ЖМИИС зависит от расстояния между источником и экстрактором, от диаметра апертуры в экстракторе, от материала эмиттера и сопротивления течению жидкости (гидродинамического импеданса), которое в свою очередь зависит от шероховатости иглы источника (см. рис. 12). На неровной поверхности плёнка жидкости толще, что облегчает её подтекание к острию.

На рисунке 21а показаны вольт-амперные характеристики AuGeSi-ЖМИИС с шероховатой и гладкой иглой. Если для гладких игл импеданс значительно ограничивает подтекание жидкости к острию иглы, то у шероховатых игл из-за капиллярных сил в бороздках он настолько

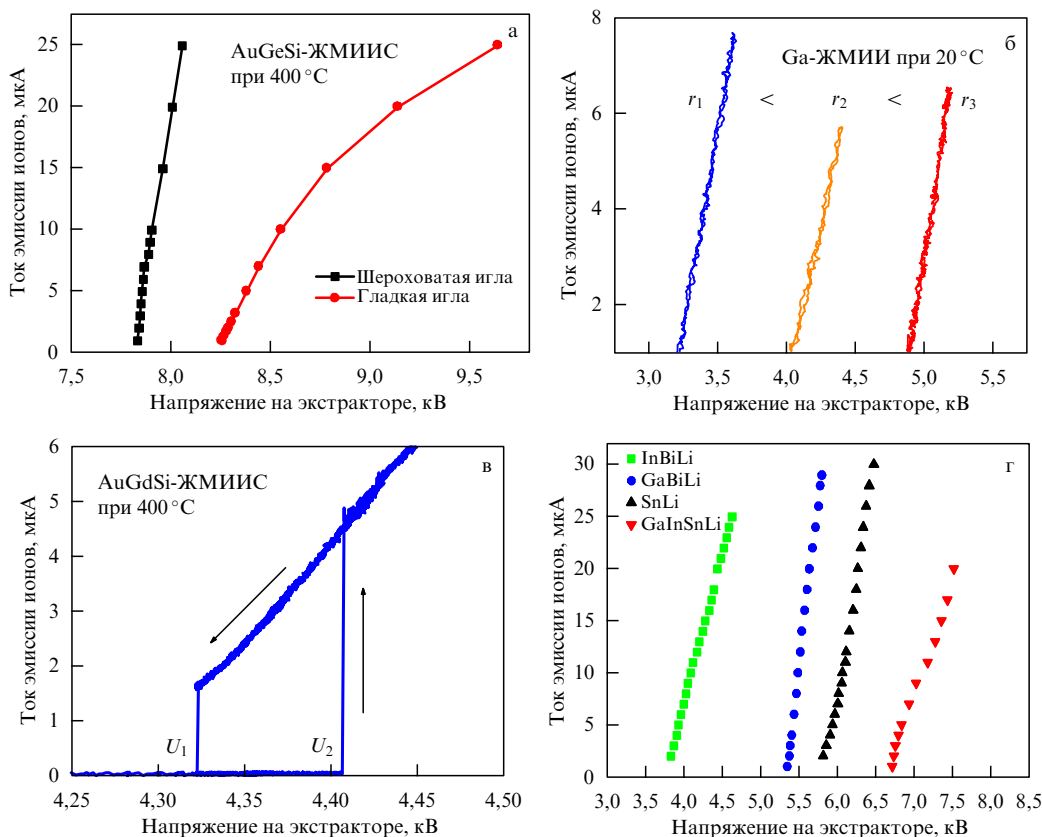


Рис. 21. Вольт-амперные характеристики: (а) AuGeSi-ЖМИИС с шероховатой и гладкой иглой, (б) Ga-ЖМИИ с эмиттерами разных радиусов, (в) гистерезис ВАХ у AuGdSi-ЖМИИС (U_1 , U_2 — напряжения выключения и включения эмиссии), (г) ЖМИИС с InBiLi, GaBiLi, SnLi и GaInSnLi [131, 166].

мал, что его влиянием, как и вторым слагаемым в формуле (5), можно пренебречь. Поэтому наклон ВАХ у гладких игл более пологий. Дополнительными факторами, изменяющими импеданс, являются угол и радиус острия (рис. 21б), а также диаметр основания иглы. Влияние геометрии электродов на вольт-амперные характеристики ЖМИИС подробно изучалось в [127].

Если эмиссия возникает скачком при напряжении U_1 [181], то исчезает она при меньшем напряжении U_2 (рис. 21в). Гистерезис при $U_2 < U < U_1$ объясняется тем, что в этом диапазоне существуют два устойчивых состояния жидкости на острие — в виде плёнки и в виде конуса Тейлора. Для формирования конуса Тейлора необходимо более высокое напряжение, чем для его поддержания. Поэтому оптимальным рабочим током эмиссии считается тот, при котором вытягивающее напряжение превышает U_1 . Величина гистерезиса тем больше, чем больше радиус закругления острия, диаметр основания иглы и угол её заострения. Существенное влияние на форму ВАХ оказывают такие физико-химические свойства сплавов, как плотность, поверхностное натяжение, поверхностная свободная энергия, теплота сублимации и рабочая температура. На рисунке 21г представлены вольт-амперные характеристики ЖМИИС с различными сплавами лития.

4.3.2. Время жизни источника. С практической точки зрения важной характеристикой ЖМИИС является его реальный срок службы, или время жизни источника, измеряемое в мкА ч. Срок службы прямо пропорционален количеству материала в источнике и обратно пропорционален скорости его расходования. В практическом руководстве Орлова [28, с. 63] приведены расходные данные для некоторых типов источников. Так, например, для Ga-ЖМИИС расход материала составляет $383 \text{ мкА ч мг}^{-1}$, а для AuSi-ЖМИИС $169 \text{ мкА ч мг}^{-1}$.

Не принимая во внимание источники контейнерного типа и источники для электростатических ракетных двигателей, которые могут содержать несколько десятков грамм рабочего вещества, рассмотрим лишь конструкции источников, применяемые в ФИП. Условно они делятся на два размерных типа: 1) Denka/FEI (до 50 мг рабочего вещества), который используют абсолютное большинство разработчиков, включая Thermo Fisher Scientific Inc., Carl Zeiss AG, TESCAN, JEOL Ltd., IONTOF, и 2) Raith GmbH (до 500 мг рабочего вещества). Срок службы источников первого типа составляет $(2-6) \times 10^3 \text{ мкА ч}$ и примерно на порядок больше для источников второго типа.

Первая граница — это тот минимум, который гарантируют производители. Абсолютный срок службы источника в часах может быть увеличен за счёт работы при минимальных температурах и малых, до 2 мкА, токах эмиссии, а также предохранения резервуара и эмиттера от возможных загрязнений, так как адсорбированный материал препятствует течению жидкого металла. В режиме большого тока происходит локальное испарение с иглы, эмиссия микрокапель, увеличивается выход кластеров и возникают колебания ионного тока, значительно увеличивая расход жидкого металла [27, 28, 89, 109, 182]. Скорость расходования рабочего материала ЖМИИС определить экспериментально очень трудно. Произвести оценку времени жизни можно сравнительным взвешиванием источника сразу после изготовления

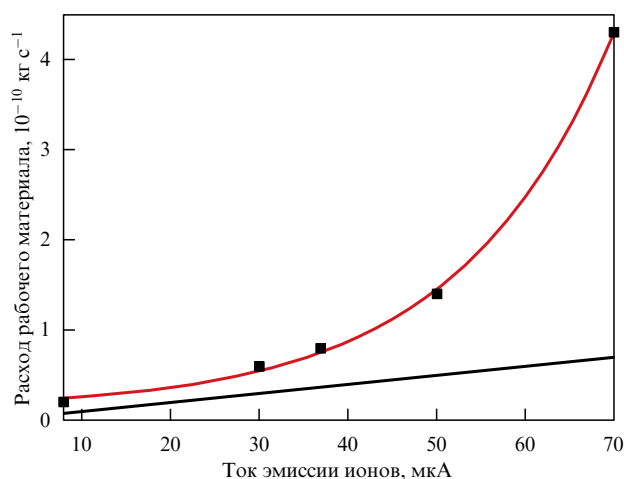


Рис. 22. Расход рабочего металла в Ga-ЖМИИ как функция эмиссионного тока (красная экспоненциальная зависимость) и расчётная зависимость (прямая линия), предполагающая, что эмиссионный ток состоит из однозарядных атомных ионов [183, 184].

и после его выработки, учитывая при этом, в каких режимах и при каких условиях работал источник.

На рисунке 22 по данным работ [183, 184] показан реальный расход рабочего металла в Ga-ЖМИИ в зависимости от эмиссионного тока и его расчётная оценка для случая, когда все эмитированные ионы были однозарядными и атомными.

После длительного использования источника рабочий материал может загрязниться или выработаться с конца иглы, сдвигая тем самым конус Тейлора в сторону. Такое смещение значительно меняет режим работы и характеристики источника, приводя в конечном счёте к его нестабильной работе, вплоть до полного прекращения эмиссии. Для обратного натекания материала и смачиваемости конца иглы используют либо кратковременный перегрев источника, либо повышают ток эмиссии до максимально возможного значения (редко выше 100 мкА), либо совмещают оба режима. Оксиды металлов обычно имеют более высокую T_m . В случае с галлием требуется прогрев до 750°C на конце иглы для её очистки от загрязнений. Так как высокое давление насыщенных паров галлия при такой температуре может привести практически к его мгновенному испарению, то процесс прогрева должен строго контролироваться. В связи с относительно массивной конструкцией ЖМИИС разность температур на конце иглы и в резервуаре с рабочим материалом может достигать нескольких десятков градусов, что приводит к значительному расходу материала и, как следствие, к сокращению времени жизни источника. В среднем за всё время работы источника доля таких незапланированных потерь может составлять до половины массы рабочего материала. Поэтому очень важно свести к минимуму количество разогревов источника. Кроме того, при перегреве источника испарённый материал оседает на близлежащих элементах ионной колонны, что может привести к короткому замыканию (пробою). Для устранения загрязнения жидкого металла рекомендуется поддерживать давление в камере источника менее $5 \times 10^{-6} \text{ Па}$ и ограничить попадание в сплав материала экстрактора, распылённого ионным пучком. Соответственно, если ЖМИИС не используется, то его

рекомендуется хранить при высоком вакууме или в атмосфере сухого азота или инертного газа.

4.3.3. Стабильность ЖМИИС. Временная стабильность является фактором, во многом определяющим качество работы ЖМИИС. Физические основы стабильности ЖМИИС, к которой предъявляются очень высокие требования, активно исследовались и обсуждались во многих работах [2, 26–31, 128, 185–188]. Минимальный ток эмиссии, ниже которого происходит выключение источника из-за потери динамической устойчивости границы жидкость–вакуум, определён для многих источников и лежит в пределах $\sim 0,1–1$ мкА [189–191]. Принято считать, что в зависимости от величины эмиссионного тока ЖМИИС имеют несколько режимов электрогидродинамической стабильности, интервальные границы которых слабо отличаются для разных сплавов и конструкций эмиттеров. Мы выделим пять интервалов, которые, на наш взгляд, наиболее точно характеризуют поведение большинства ЖМИИС: 1) нестабильность малого тока — режим, при котором ионная эмиссия либо отсутствует, либо периодически прекращается (0–1 мкА), 2) стабильный режим для идеальных условий (1–2 мкА), 3) режим максимальной стабильности (2–15 мкА), 4) стабильный режим с высоким током (15–40 мкА), 5) режим нестабильного высокого тока (40–200 мкА). Эмиссия со сверхвысокими токами, более 200 мкА, в принципе возможна, но является малоисследованной.

Помимо ограничений, накладываемых собственно эмиссионными процессами на стабильность ЭГД-источника, весьма существенное влияние оказывают следующие процессы и факторы: тип иглы; рабочая температура; загрязнения источника материалом, перепылённым с экстрактора и других поверхностей; вакуумные условия в рабочей камере; высокоскоростные электроны, бомбардирующие эмиттер; надёжность и стабильность высоковольтных источников питания; наличие супрессорного электрода в экстракционном блоке; компьютерное обеспечение, управляющее работой источника. Учитывая все эти особенности, можно обеспечить высокую стабильность даже самых трудоёмких и "капризных" источников. На рисунке 23 представлены временные зависимости эмиссионного тока GaBiLi-ЖМИИС при ускоряющем напряжении 40 кВ и тока лития на мишени в течение 16 ч

непрерывной работы. Измерения тока эмиссии проводились каждую секунду, а ионный ток лития на мишени измерялся каждые 10 с.

4.3.4. Яркость источника и угловая интенсивность ионного тока. Другими важнейшими и взаимодополняющими характеристиками, определяющими предельные возможности фокусировки ионных пучков в ЭГД-источниках, являются угловая интенсивность $J_{\Omega} = I/(\pi\alpha^2)$ (ионный ток в единичный телесный угол) и яркость источника B_r , под которой в общем случае подразумевается величина ионного тока, эмитируемого с единичной площади в единичный телесный угол:

$$B_r = \frac{J_{\Omega}}{(\pi/4)d_q^2} = \frac{d^2 I}{d\Omega_1 dA_1}, \quad (12)$$

где I — ток эмиссии ионов, α — угол, d_q — виртуальный (мнимый) размер источника, Ω_1 — телесный угол, A_1 — поперечное сечение пучка на выходе из источника.

Для сравнения различных источников независимо от ускоряющего напряжения ионов U вводится понятие нормализованной яркости

$$\beta_1 = \frac{d^2 I}{d\Omega_1 dA_1 U}. \quad (13)$$

Если в системе действуют только консервативные силы, то, согласно теореме Лиувилля, яркость в сфокусированном пятне β_2 будет равна яркости источника:

$$\beta_1 = \frac{d^2 I}{d\Omega_1 dA_1 U} = \frac{d^2 I}{d\Omega_2 dA_2 U} = \beta_2, \quad (14)$$

где подстрочный индекс 2 обозначает параметры сфокусированного пучка.

Экспериментально было показано, что угловая расходимость пучка возрастает с увеличением эмиссионного тока и массы эмитируемых частиц, а J_{Ω} и B_r уменьшаются с ростом массы как $m^{1/2}$. Оценки и измерения яркости ЖМИИС сделаны многими исследователями, и в настоящее время её величина считается достаточно точно определённой, по крайней мере для Ga-ЖМИИ [192, 193].

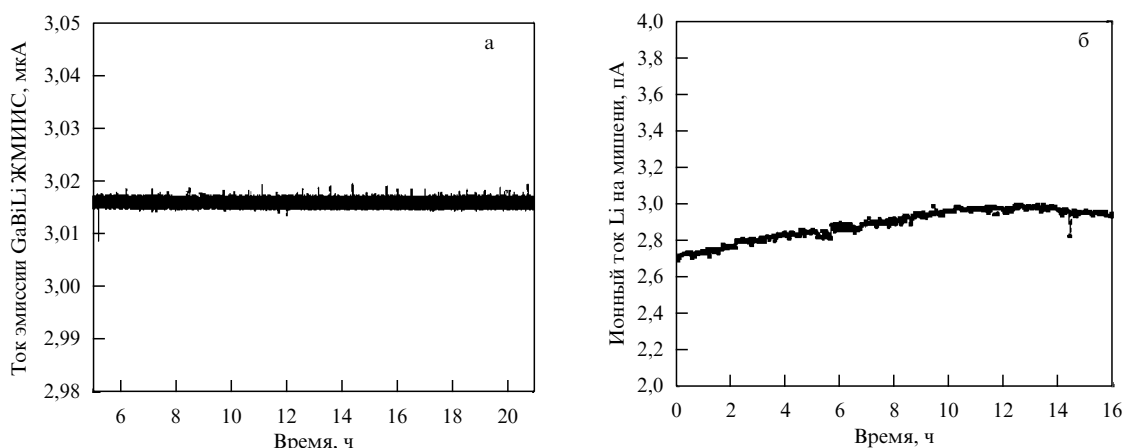


Рис. 23. Эмиссионный ток GaBiLi-ЖМИИС при ускоряющем напряжении 40 кВ (а) и ионный ток лития на мишени (б) [164, 166].

При полевом испарении энергоразброс ионов определяется квантовыми эффектами, возникающими при отрыве электронов, и составляет $\Delta E \sim 4,5$ эВ [26]. Зная эмиссионную плотность тока ионов галлия $j_0 \sim 10^8$ А см⁻², типичный виртуальный размер источника порядка 45 нм и размер его эмиссионной области $A_1 = 1,6 \times 10^{-11}$ см², получаем нормализованную яркость ЖМИИ порядка 10^6 А м⁻² ср⁻¹ В⁻¹ для ускоряющего напряжения 30–40 кВ и эмиссионного тока 1–5 мкА.

К концу XX в. ЖМИИС обладали самой высокой яркостью среди всех используемых источников ионов. В таблице 1 представлены современные источники ионов с самой высокой яркостью. Лишь с появлением ГАИИ и ИМОЛ-источников в начале XXI в. у ЖМИИС возникли реальные конкуренты. Следует всё же отметить, что ГАИИ существенно ограничены величиной и стабильностью тока, а ИМОЛ до сих пор не нашли применения из-за сложности конструкции и управления. Помимо этого, ЖМИИС многократно превосходят суммарные возможности ГАИИ и ИМОЛ по выбору ионов [2].

4.3.5. Ускоряющее напряжение и общий ионный ток. Как было показано в разделе 2.2, в формировании и оптимизации ионного пучка решающую роль играют конструкция ионной колонны и выбор ионного источника. Далее будут рассмотрены ионно-оптические параметры ЖМИИС, способные в значительной мере ограничить фокусировку и диаметр ионного пучка d . К ним можно отнести ускоряющее напряжение и общий ионный ток, виртуальный размер источника и разброс ионов по энергиям. Кулоновские силы отталкивания между ионами существенно отклоняют их траектории от оптической оси, образуя расходящийся ионный пучок. Ускорение ионов до конечной энергии происходит в промежутке между экстрактором и первым электродом конденсорной линзы. Проходя через колонну, большая часть ионного пучка (90–100 % ионного тока) теряется на промежуточных электродах и диафрагмах. В лучшем случае промышленные ФИП обеспечивают на выходе из колонны ток порядка 50–100 нА при ускоряющем напряжении 30–40 кВ и эмиссионном токе 1–10 мкА. Переход к максимально возможным энергиям даёт ряд преимуществ:

лучшую фокусировку благодаря уменьшению хроматических aberrаций (раздел 3), более высокий коэффициент распыления (раздел 6) и больший ток через колонну (рис. 24). Важнейшими условиями оптимизации ионной оптической системы являются точное позиционирование эмиттера на оптической оси и возможность эмиссии ионов строго с конца иглы. Смещение точки эмиссии изменяет в значительной степени ионно-оптические свойства в зоне экстрактора, который сам является слабой иммерсионной линзой, и ионной колонне в целом, что приводит к ухудшению формы пучка и потере общего ионного тока. Если во многих промышленных системах этот эффект частично устраняется за счёт введения супрессорного электрода [194], то в системах без него изменение ионно-оптических свойств практически неизбежно.

4.3.6. Виртуальный (мнимый) размер источника. В идеальной ионной колонне при полном отсутствии всех aberrаций и астигматизма, что в принципе возможно только гипотетически, минимальный размер ионного пучка в плоскости фокуса будет прямо пропорционален размеру источника $d = Md_q$, где M — оптическое увеличение ионной колонны. С уменьшением апертурного угла пучка хроматическая aberrация становится всё менее заметной и начинает играть роль виртуальный размер ЖМИИС. Размер виртуального источника (размер диска, с которого выпускаются ионы) для ЖМИИС зависит от массы исходного материала $d_q \sim (m^{1/2}I)^{0,45}$ [195] и составляет 20–50 нм, что в 5–10 раз больше физического размера пятна эмиссии. Возможными причинами являются боковое движение струи жидкости и влияние пространственного заряда, изменяющие траектории движения ионов. Обратная трассировка траекторий вне области сильного кулоновского взаимодействия вблизи источника показывает, что ионы выпускаются из виртуального источника с диаметром, намного превышающим диаметр физического источника. Теоретические дискуссии о смещениях траекторий ионов в ЖМИИС и расчётные модели, результаты которых сопоставимы с экспериментальными данными, приведены в работах [196, 197]. Измерения виртуального размера источника были проделаны в [198], причём за виртуальный размер был принят диаметр, на котором яркость источника уменьшается в два раза по отношению к яркости в центре. Численные расчёты увеличения виртуального размера были сделаны в [196], а аналитические расчёты — в [199], причём результаты аналитических расчётов отличаются от численных и значительно лучше совпадают с экспериментом. На рисунке 25 приведены результаты оценки размера виртуального источника, сделанные на основании теории смещений траекторий [195] для ионов разных масс при эмиссионном ионном токе $I = 1$ мкА.

Большое значение имеет также профиль сфокусированного пучка на мишени. Измерения, проведённые различными авторами [200–205], показывают, что распределение плотности ионного тока в пучке остаётся гауссовым вплоть до интенсивностей, на три порядка меньших максимальной, но в дальнейшем интенсивность спадает с радиусом значительно медленнее. Этот эффект объясняется взаимным расталкиванием ионов в пучке [196] и их рассеянием на атомах и молекулах остаточного газа [206], а также хроматическими aberrациями цилиндриче-

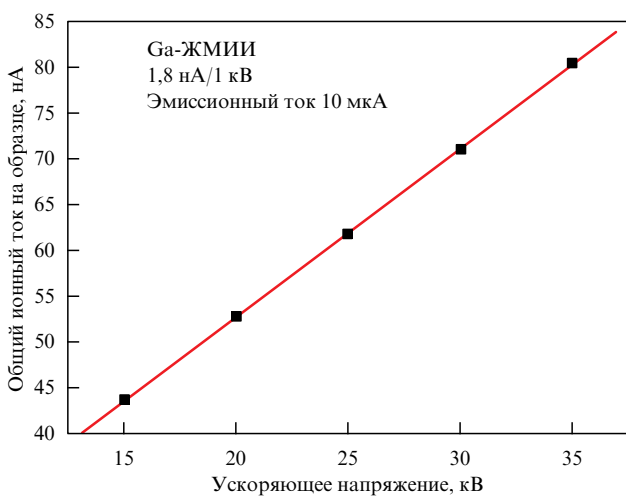


Рис. 24. Зависимость общего тока ионов галлия на выходе из колонны от ускоряющего напряжения [131].

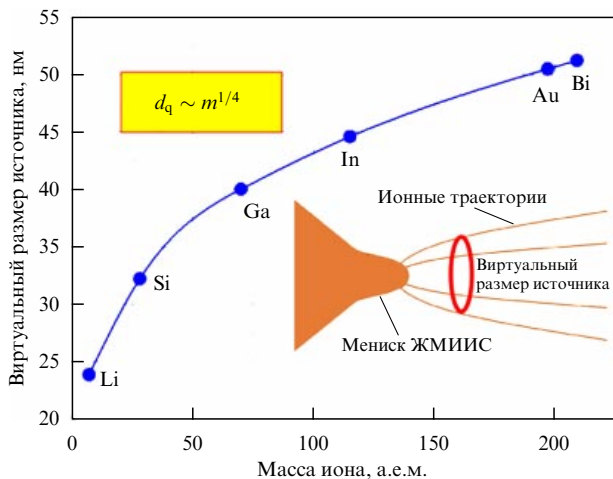


Рис. 25. Зависимость виртуального размера источника от массы эмитируемых ионов [2].

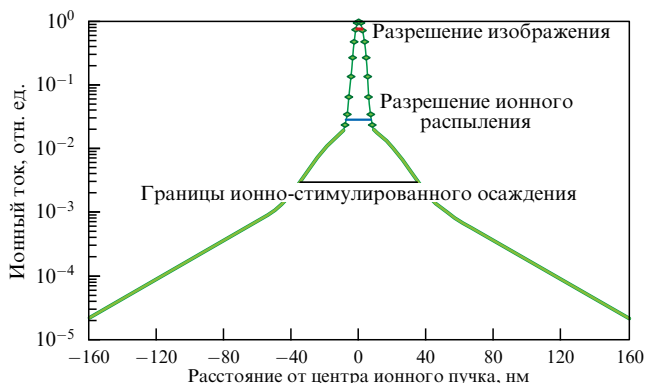


Рис. 26. Распределение плотности тока в ионном пучке [207].

ских линз для ионов из "хвостов" функции распределения по энергиям [200]. В [205] было высказано предположение, что по мере уменьшения интенсивности пучка начинает играть роль хроматическая aberrация, и только при совсем малых интенсивностях доминирует рассеяние на остаточном газе. На рисунке 26 показано распределение плотности ионного тока на мишени [207].

4.3.7. Разброс по энергиям. При формировании ионных пучков в ЖМИИС основной причиной снижения яркости всё же остаётся хроматическая aberrация электронных линз. Её величина прямо пропорциональна энергоразбросу ΔE (формула (2)), представляющему собой работу, затраченную на создание иона на поверхности твёрдого тела или жидкости в присутствии электрического поля. При полевом испарении ΔE увеличивается в результате взаимодействия ионов в плотном пучке, что стимулирует нагрев по направлению продольной степени свободы за счёт потенциальной энергии взаимодействия ионов [199] и охлаждение вдоль поперечных степеней вследствие столкновений ионов (эффект Бёрша [208]), снижая тем самым яркость исходного пучка. При фокусировке пучка ионов с таким энергоразбросом электростатические линзы искажают его форму, в результате чего в центре и на краях сфокусированного пучка оказываются ионы с разной энергией. Как показано на рис. 27, пятно хроматической aberrации будет тем шире, чем больше величина ΔE .

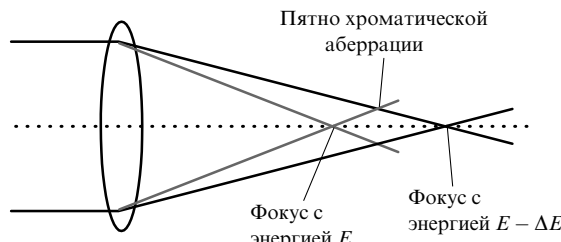


Рис. 27. Схематическое изображение пятна хроматической aberrации.

Экспериментальным исследованиям и теоретическому обоснованию энергоразброса ионов ΔE в ЖМИИС посвящено большое количество работ [83, 87, 209–215]. Мы хотим обратить внимание на зависимости ΔE от эмиссионного ионного тока I , массы ионов m и температуры T ЖМИИС. Эти зависимости играют определяющую роль при выборе рабочего сплава и оптимизации условий работы источника с целью уменьшения хроматической aberrации и диаметра ионного пучка [199, 214]:

$$\Delta E \propto T^{1/2} I^{2/3} m^{1/3}. \tag{15}$$

Температурная зависимость ΔE исследовалась для различных ЖМИИС [99, 214–217]. Рабочая температура обычно на 10–100 °С выше температуры плавления сплава, и её величина незначительна в энергетическом эквиваленте. Зависимость ΔE от I также хорошо изучена [83, 209, 212] и в качестве примера приведена на рис. 28а для галлиевого ЖМИИ при комнатной температуре [212]. Видно, что при малых токах величина энергоразброса перестаёт уменьшаться, что согласуется с предположением о существовании минимального ионного тока, необходимого для поддержания устойчивой эмиссии. Зависимость ΔE от m базируется на многолетних экспериментальных исследованиях различных источников в группе Бишоффа в Дрездене [2, 218], результаты которых приведены на едином графике (рис. 28б). Экспериментальная установка и метод измерения подробно описаны в работе [108]. Помимо атомарных ионов величины ΔE были измерены для некоторых двухзарядных ионов, и в согласии с данными других авторов [219, 220] было показано, что

$$\frac{\Delta E(m^{++})}{2} < \Delta E(m^+) < \Delta E(m^{++}). \tag{16}$$

Таким образом, при одинаковом ускоряющем напряжении хроматическая aberrация для двухзарядных ионов меньше, чем для однозарядных. Зависимость ΔE от m для кластеров имеет линейный характер, поэтому фокусировка более тяжёлых кластерных ионов сопряжена с большими трудностями. Так, если пучок ионов лития из ЖМИИС можно сфокусировать в пятно радиусом 2 нм, то радиус пучка кластеров висмута с пятью атомами уже превышает 100 нм [164].

5. Источники ионов с низкотемпературными ионными жидкостями

Как уже отмечалось в разделе 1.2, ионные жидкости состоят из органических катионов $[R]^+$ и органических или неорганических анионов $[A]^-$. Согласно современным

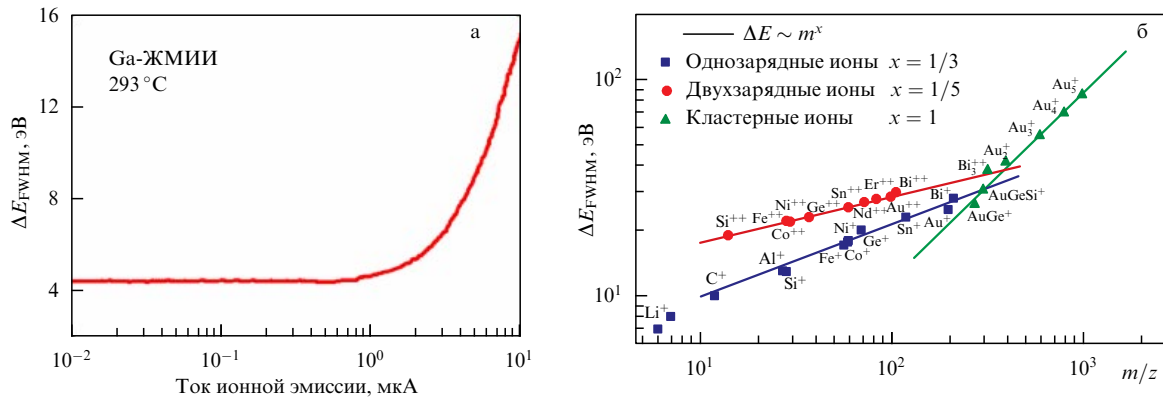


Рис. 28. (а) Зависимость ширины энергоразброса (FWHM) для галлиевого ЖМИИ от эмиссионного тока при комнатной температуре [212], (б) зависимость энергоразброса атомарных, двухзарядных и кластерных ионов с эмиссионным током 15 мкА от массы иона [2, 218].

теоретическим и экспериментальным представлениям (см., например, [24, 221, 222] и ссылки там), ИЖ являются сложными наноструктурированными жидкостями, состоящими из полярных и неполярных областей с упорядоченными структурами — доменами, ионными парами, квазимолекулярными упаковками и ассоциатами. В обзоре [60] источники ионов с ионными жидкостями были названы электролитическими. По нашему мнению, такое название не совсем правильное, так как в общем случае к электролитам относятся вещества, которые проводят электрический ток вследствие диссоциации на ионы в расплаве или растворе (в переводе с греческого *электролит* буквально означает "разлагаемый электричеством"), а ионные жидкости способны продемонстрировать свою ионную природу без пропускания через них электрического тока.

Сейчас известно уже более 10 тыс. различных ионных жидкостей, и синтез новых соединений успешно продолжается [223]. Многие из них пригодны для генерации ионных пучков, причём как положительной, так и отрицательной полярности, с различной массой, в том числе выше 5000 а.е.м. В настоящее время в ИИИЖ наиболее часто применяется ионная жидкость ЕМІ-ВF₄, в состав которой входит имидазолий — катион имидазола, представляющего собой органическое соединение из класса гетероциклов. Эта жидкость также обозначается как [emim][BF₄] (знаки полярности заряда у катиона и аниона обычно опускают) или [C₂mim][BF₄]. Сведения о других ионных жидкостях, которые также используются для получения ионных пучков, можно найти в [60, 61].

Отметим, что, вследствие своей ионной природы, ИЖ обладают крайне низким давлением насыщенных паров; это позволяет использовать их даже в условиях сверхвысокого вакуума. Они остаются жидкостями в широком температурном диапазоне, в том числе при комнатной температуре, имеют высокую термическую стабильность, не воспламеняются и малотоксичны, многие из них инертны по отношению к воздуху и воде. По внешнему виду ИЖ бесцветны или имеют слабый желтоватый оттенок, обусловленный небольшим количеством примесей. В настоящее время различные ионные жидкости с чистотой на уровне 99,5 % и выше производят и продают многие фирмы, например Merck (Германия).

В качестве эмиттеров во многих ИИИЖ (см., например, [77, 224]), работающих в чисто ионном режиме,

использовались игольчатые электроды из W-проволоки, предназначенные для промышленных ФИП-систем. Такой эмиттер изображён на рис. 4б. В принципе, для ионных источников с ионными жидкостями подходит большинство эмиттеров, разработанных для ЖМИИ и ЖМИИС (см. рис. 10, 11), с той лишь разницей, что в случае ИИИЖ отпадает необходимость в нагреве и плавлении рабочего вещества.

Ионные пучки положительной и отрицательной полярности, получаемые в ИИИЖ, в основном состоят из катионов $[R]^+$ и анионов $[A]^-$, а также кластерных ионов $\{[R]^+[A]^-\}_m[R]^+$ и $\{[R]^+[A]^-\}_m[A]^-$, где $m = 1$, причём, как правило, интенсивность кластерных ионов ниже интенсивности катионов и анионов. Однако это правило справедливо не для всех ИЖ. Например, в работе [225] в источнике с W-эмиттером был получен ионный ток для [emim][Betі], которая имеет более низкую удельную проводимость ($0,34 \text{ См м}^{-1}$), чем [emim][BF₄] ($1,3 \text{ См м}^{-1}$). Анион [Betі]⁻ = (C₂F₅SO₂)₂N⁻ с молекулярной массой 380,1 а.е.м. сходен с анионом [Tf₂N]. Времяпролётный анализ показал, что среди положительных ионов, эмитированных источником с ионной жидкостью [emim][Betі], помимо катиона [emim]⁺ присутствуют кластерные ионы $\{[emim][Betі]\}_m[emim]^+$ с максимальным значением $m = 4$ (молекулярная масса 2076 а.е.м.). При этом интенсивность кластерных ионов с $m = 1$ была выше, чем интенсивность катионов. Для отрицательно заряженных ионов $\{[emim][Betі]\}_m[Betі]^-$ было получено максимальное значение $m = 3$ (молекулярная масса 1854 а.е.м.), но интенсивность эмиссии анионов [Betі]⁻ превосходила интенсивность кластерных отрицательных ионов. Учитывая такое многообразие ионов обеих полярностей, колонны с ИИИЖ должны обязательно оснащаться масс-сепараторами ионных пучков, например, фильтрами Вина.

В работе [226] было показано, что в процессе отбора ионов одной полярности с игольчатого эмиттера, смоченного ионной жидкостью [emim][BF₄], происходит разложение (деградация) этой жидкости за счёт электрохимических реакций. В результате отбираемый ионный ток снижается, а сам источник начинает работать нестабильно. Причина в том, что у любой ионной жидкости на границе с металлическим электродом происходит изменение состава вследствие обеднения эмитируемыми ионами, что приводит к образованию двойного электрического слоя, препятствующего перемещению ионов внутри ИЖ

и вызывающего ускоренное разрушение заострённой части эмиттера. Для устранения этого эффекта было предложено менять полярность вытягивающего напряжения на эмиттере с частотой в 1 Гц. Позднее в работе [227] для подавления электрохимических реакций был использован специальный периферийный электрод (distal electrode), на который подавалось ускоряющее напряжение.

Помимо ИИИЖ со стандартными игольчатыми эмиттерами, которые применяются в ФИП-системах, были созданы и испытаны оригинальные капиллярные ионные источники (например, [228–230]). В этих работах было показано, что для ионной жидкости $[\text{emim}][\text{BF}_4]$ в зависимости от полярности ускоряющего напряжения в составе ионных пучков преобладают катионы или анионы с незначительным вкладом кластерных ионов с $m = 1$ и продуктов разложения ионной жидкости с массовыми числами в диапазоне 20–40 а.е.м. Напротив, для $[\text{bmim}][\text{PF}_6]$, обладающей меньшей удельной электропроводностью и большей динамической вязкостью, чем $[\text{emim}][\text{BF}_4]$, доминирующими были кластерные ионы $\{[\text{bmim}][\text{PF}_6]\}[\text{bmim}]^+$ и $\{[\text{bmim}][\text{PF}_6]\}[\text{PF}_6]^-$. Наибольшие значения плотности ионного тока при наилучшей временной стабильности пучков были получены для эмиттеров из графита, которые за счёт высокой смачиваемости ИЖ обеспечивали её стабильный подвод к вершине конуса Тейлора. Кроме того, графит — наиболее химически стойкое вещество из тех, которые использовались в данной работе для изготовления эмиттеров.

Идея совместного использования в ИИИЖ периферийного электрода и пористого заострённого эмиттера, выполняющего одновременно роль контейнера и системы подачи ионной жидкости, была реализована в работах [231, 232]. На рисунке 29а схематически изображён ионный источник, основными частями которого являются игольчатый углеродный эмиттер, расположенный в верхней части электрода, изготовленного из резорцинформальдегидного ксерогеля с высокой пористостью, периферийный электрод, изолирующая прокладка из фиброгласа и цилиндрический резервуар из тефлона (фторопласта-4). Периферийный электрод также изготовлен из ксерогеля, а контактный электрод, посредством которого на источник подаётся ускоряющий потенциал, — из платины. Игла на вершине эмиттера (рис. 29б) первоначально заострялась механическим способом [231], а затем в работе [232] для этого был использован эксимерный лазер, что позволило добиться меньшего радиуса закругления (~ 10 мкм) при меньшей шероховатости поверхности иглы. В качестве рабочего вещества в этом источнике применяется ионная жидкость $[\text{emim}][\text{BF}_4]$. Пороговый потенциал, при котором начинается ионная эмиссия, составляет 1,6–1,65 кВ, а ток эмиссии 0,45–0,55 мкА.

Суммируя информацию по ИИИЖ, работающим в чисто ионном режиме с игольчатыми эмиттерами и периферийными электродами, можно констатировать, что эти источники при использовании различных ионных жидкостей способны генерировать стабильный ионный ток обеих полярностей в диапазоне от десятков наноампер до единиц микроампер при ускоряющем напряжении несколько киловольт в течение сотен часов без заметного разложения ионной жидкости и разрушения острия эмиттера. Ионный пучок в зависимости от полярности в основном состоит из катионов и анионов, но можно также получить достаточно интенсивные кластерные ионы

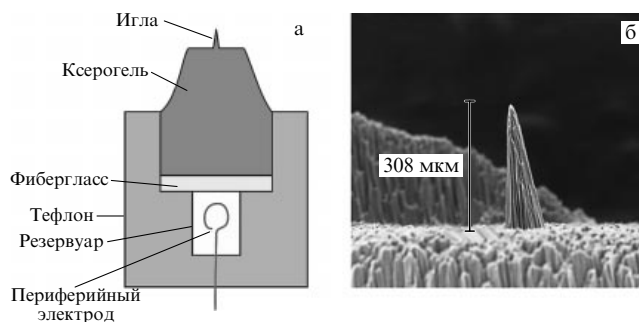


Рис. 29. (а) Схематическое изображение ИИИЖ с игольчатым эмиттером из ксерогеля, периферийным электродом и тефлоновым резервуаром, (б) увеличенное изображение иглы, полученное с помощью сканирующего электронного микроскопа (высота иглы ~ 300 мкм, радиус закругления ~ 10 мкм) [232].

большой массы (> 1000 а.е.м.). Время релаксации ИЖ, т.е. готовности источника к работе после подачи ускоряющего напряжения, оценивается в диапазоне 0,05–0,1 нс. Напряжённость электрического поля, при которой с вершины конуса Тейлора начинается ионная эмиссия, составляет около 1 В нм^{-1} при радиусе зоны эмиссии порядка 10 нм. Яркость игольчатого ИИИЖ соизмерима с яркостью галлиевого ЖМИИ, а разброс эмитируемых ионов по энергиям при правильно выбранных режимах работы не превышает 10 эВ (см. также данные по ИИИЖ в табл. 1).

За рамками этого раздела остались ИИИЖ, работающие в капельном (струйном) режиме (см. рис. 7). Это коллоидные (электроспрейные) источники капиллярного типа, способные генерировать заряженные и нейтральные капли сложного состава с массой до 10^8 а.е.м. и отношением массы к заряду более 10^5 при среднем диаметре капель 30–40 нм (см., например, [233, 234] и ссылки в этих работах). Эксперименты показали [235], что электроспрейные источники могут быть полезны при анализе сложных биологических объектов методом масс-спектрометрии вторичных ионов, так как использование заряженных капель ИЖ способствует сохранению исходной молекулярной структуры ионов, эмитированных с поверхности исследуемых объектов. Однако такой анализ не является локальным вследствие большого диаметра зондирующего пучка (струи).

6. Основные области применения электрогидродинамических ионных источников

Использование ионов вместо электронов позволяет создавать трёхмерные структуры непосредственно на поверхности образцов. Это открывает широкие возможности для ионной имплантации, осаждения и ионно-стимулированного травления, а также ионно-лучевой резки. В рамках одного обзора, пусть даже самого подробного, не представляется возможным проанализировать все области применения ЭГД-источников, спектр которых интенсивно расширяется из года в год, что находит отражение в многочисленных справочных руководствах и обзорных публикациях [1–5, 7–9, 26–32, 50–53, 236–245]. Неоспоримым является тот факт, что сейчас ЭГД-источники — одни из самых востребованных во всех отраслях нанотехнологий, где требуется использование

ионных пучков с разрешением менее 100 нм. Возможность получения новых ионов и разработка новых конфигураций ЭГД-источников, описанных в настоящем обзоре, ещё более способствуют росту интереса у специалистов и разработчиков к этому классу ионных источников и областям их применения.

6.1. Ионная лучевая литография и наноструктурирование

Ионно-лучевая литография (ИЛЛ) и формирование наноразмерных функциональных приборов являются одними из основных технологических инструментов в области нанотехнологий с пространственным разрешением 10 нм и менее [246–261]. Поскольку ионы существенно тяжелее электронов, ионно-лучевые системы обладают гораздо более широкими возможностями в плане формирования поверхности. Непрерывное изготовление сложных трёхмерных структур на площадях больших размеров возможно только с использованием стабильной, высокоточной и полностью автоматизированной системы. Для выполнения этой задачи на Raith GmbH был создан ионно-лучевой литограф VELION (рис. 30) [262, 263], который позволяет проводить обработку больших площадей различными ионами, обеспечивая формирование и модификацию планарных и объёмных структур. В состав ионной колонны входит ЖМИИС с фильтром Вина (разрешение $R_m > 50$). Диаметр пучка в плоскости подложки варьируется в пределах от 2 до 100 нм (FWHM) в зависимости от энергии (1–80 кэВ) и массы ионов (6–3000 а.е.м.), а также величины ионного тока (0,5–2000 пА). Дополнительная электронно-лучевая колонна обеспечивает генерацию острого фокусированного электронного пучка с энергией 1–20 кэВ для визуального (*in situ*) контроля процессов подготовки и электронно-лучевой литографии (ЭЛЛ) образцов. Эту колонну отличает высокое пространственное разрешение (до 5 нм) в сочетании с автоматической корректировкой фокуса, гибкостью настройки, высокой точностью, стабильностью и автоматизацией. Таким образом, VELION является на данный момент единственным в мире двухлучевым литографом, позволяющим реализовать высокоточную и производительную литографию с использованием как ионных, так и электронных пучков.



Рис. 30. Внешний вид ионно-лучевого литографа VELION [264].

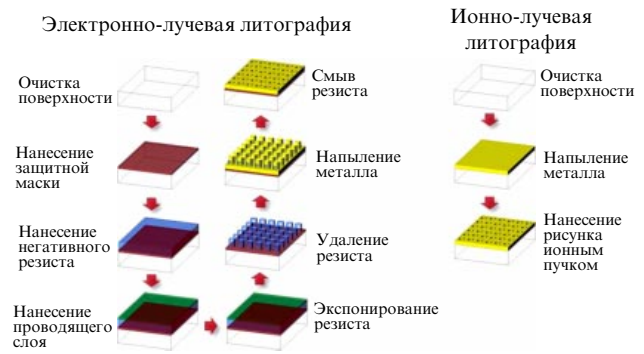


Рис. 31. Шаговое сравнение методов электронно- и ионно-лучевой литографии [262].

ИЛЛ с острогофокусированным пучком предоставляет новые возможности для конструирования и наножининга тонкослойных структур. Отметим, что прямая безрезистивная литография имеет ряд существенных преимуществ по сравнению с другими методами. Благодаря оптимизации и меньшему количеству циклов обработки ИЛЛ позволяет создавать трёхмерные структуры непосредственно на подложке, причём с более высокой производительностью по сравнению с ЭЛЛ.

На рисунке 31 показано шаговое сравнение двух литографических методов. VELION также открывает широкие возможности для ионной имплантации, ионно-лучевого напыления из газовой фазы и травления, а также ионно-лучевой резки (прецизионного ударного разрушения структур). Высокое пространственное разрешение электронного пучка делает доступным ионно-лучевую обработку образцов с непосредственным электронно-микроскопическим контролем, например, при изготовлении ламелей для просвечивающей электронной микроскопии.

Формирование высококачественных протяжённых структур всегда сопряжено с методическими и аппаратными трудностями. В ионно-лучевом литографе VELION обработка поверхностей площадью более 1 мм^2 с наноразмерным разрешением может осуществляться как методом стыковки полей, так и в режиме непрерывного перемещения стола, на котором расположена обрабатываемая подложка. Обычная стыковка полей в векторно-сканирующей литографии неизбежно приводит к появлению ступенек на границах полей экспонирования. Поэтому VELION был разработан и оптимизирован для достижения максимально высокой точности и воспроизводимости результатов обработки. Пятиосный лазерный интерферометрический стол (ЛИС) с функцией наклона и поворота обеспечивает точность позиционирования 1–2 нм с точностью стыковки и совмещения полей порядка 20 нм на площадях размером $100 \times 100 \text{ мм}$. Сравнительные преимущества позиционирования с использованием ЛИС и автоматической корректировкой пучка иллюстрируются на рис. 32 на примере формирования на золоте 3D структур (колонок) высотой 500 нм с двумя разными углами наклона. Если из-за дрейфа без ЛИС, изменения ионного тока и плохой стыковки полей наблюдаются значительные изменения в структурах (рис. 32а), то при использовании ЛИС автоматическая корректировка позиционирования, дрейфа и фокусировки ионного пучка внутри рабочего поля позволяет мини-

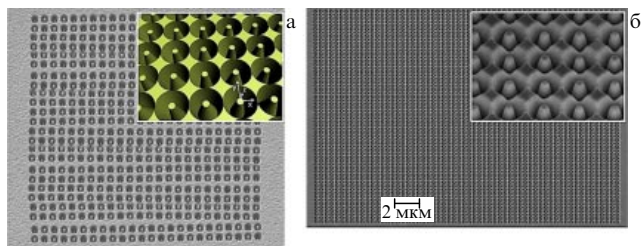


Рис. 32. Сравнение стыковки полей в ионно-лучевых литографах без использования (а) и с использованием (б) лазерного интерферометрического стола и системы автоматической корректировки ионного пучка [265].

мизировать искажения ионного пучка даже на краях всех стыковочных полей (рис. 32б). Заметим, что большинство таких операций требует стабильной непрерывной работы литографа в течение многих дней.

Ионно-лучевой литограф VELION отличается высокой временной и токовой стабильностью ионных пучков различных элементов, таких как Au, Si, Ga, Li, Bi, Ge и других, возможность работы при низких дозах облучения, высокое пространственное разрешение, причём как в режиме получения изображений, так и при литографии, высокая точность и малый дрейф позиционирования пучка на подложке. Откалиброванный генератор развёртки впервые позволил получить сверхточные структуры даже при длительном времени экспонирования. Возможности литографа VELION расширены за счёт дополнительной комплектации наноманипуляторами, газовой инжекционной системой, оптической камерой и шлюзом. Преимущества ионно-лучевого литографа с лазерным интерферометрическим столом по сравнению со стандартными установками ФИП, рассмотренными в следующем разделе 6.2, особенно отчетливо сказываются при структурировании нанообъектов на больших площадях.

Подход без стыков полей, называемый Fixed Beam Moving Stage (неподвижный луч при движущемся столике — FBMS), обеспечивает формирование тонких и плавных линий произвольной кривизны протяжённостью до нескольких сантиметров, а также линии переменной ширины. FBMS-экспонирование можно использовать в различных режимах работы. В режиме высокого разрешения луч неподвижен, а образец перемещается с постоянной скоростью, что позволяет формировать однопиксельные линии шириной менее 20 нм. В режиме заполнения площади за счёт непрерывного спирального движения луча внутри круга можно получать широкие

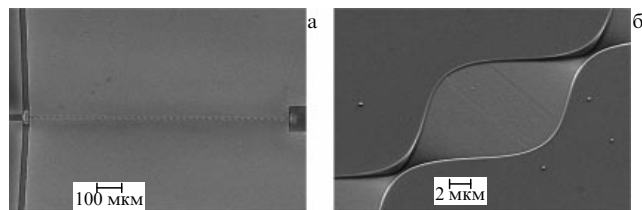


Рис. 33. Микрофлюидный канал-миксер длиной 1 мм в стекле (а) и увеличенный вид его сечения (б) [246, 250].

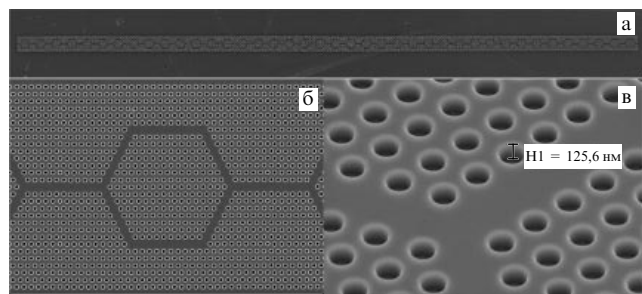


Рис. 34. Фотонный кристалл длиной 1 мм в кремнии (а) и увеличенный вид его участков (б, в) [246]. H1 — глубина микропоры.

линии до нескольких десятков микрометров. В пределах ширины линии доза остаётся постоянной, а круговая симметрия гарантирует размер линии вне зависимости от направления перемещения образца.

Бесстыковой режим FBMS-экспонирования является идеальным выбором при создании наноразмерных оптических волноводов и резонаторов. В качестве примеров успешного формирования и нанотехнологического тонко-слоистых структур с трёхмерным дизайном приведены структуры длиной 1 мм микро- и нанофлюидики (гидродинамики) (рис. 33) и фотонного кристалла (рис. 34).

Формирование таких больших объектов с высоким разрешением требует высокой стабильности системы в течение многих часов или даже дней. Поэтому создание структур ещё больших размеров представляется почти невозможным. Удобный высокотехнологичный метод структурирования золотых фольг на поверхности кремния, получивший название "обдирание кожи по эскизу" [266], позволяет сократить временные затраты в десятки раз. На рисунке 35 представлена контактная структура с золотыми дорожками на подложке кремния размером 1 см² с увеличенными её элементами, выполненная этим методом [267].

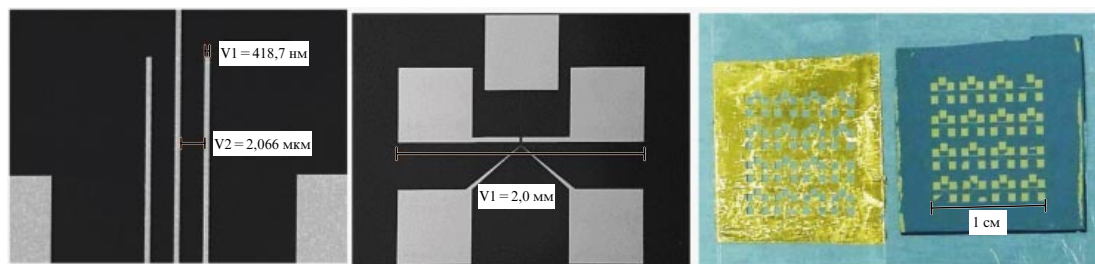


Рис. 35. Контактная структура с золотыми дорожками, выполненная методом "обдирание кожи по эскизу" на подложке кремния размером 1 см² с увеличенными её элементами [267]. V1 и V2 — геометрические размеры дорожек и зазоров между ними.

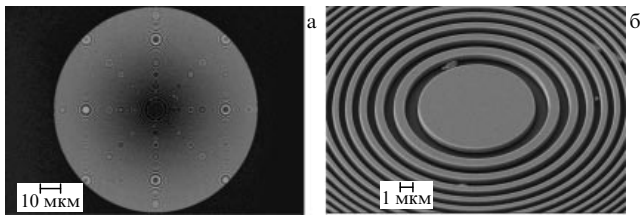


Рис. 36. (а) Зонная пластинка Френеля диаметром 100 мкм, изготовленная с использованием пучка ионов галлия на золотой мембране толщиной 500 нм; (б) фрагмент пластинки с шириной внешних полос 100 нм [1, 246].

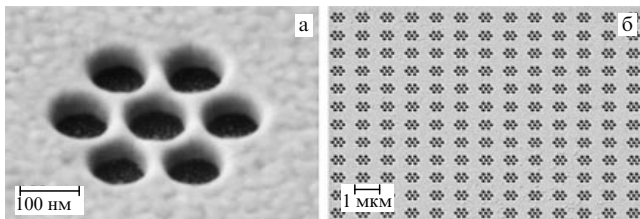


Рис. 37. Олигомеры диаметром 100 нм, сформированные ионами галлия в плёнке поликристаллического золота толщиной 80 нм на подложке из кремния [1].

6.2. Технологические ионно-лучевые установки

Потребности полупроводниковой промышленности дали толчок развитию многофункциональных ионно-лучевых установок ФИП уже в конце 1970-х годов [268]. Основными технологическими операциями в ФИП являются ионная микроскопия [269–272], ионное распыление [273] и имплантация [274], ионно-стимулированное травление и осаждение [28, 275], подготовка образцов наноразмерной толщины для просвечивающей электронной микроскопии [8, 28, 276–278], микрофрезерование поверхности [8, 270], модификация и ремонт интегральных микросхем (ИМС) [279], модификация зондов/образцов для имплантации отдельных ионов [280, 281], для сканирующей зондовой микроскопии [282, 283] и атомно-зондовой масс-спектрометрии [284], ионная томография [285], ионное перемешивание [286], исследование материалов и многослойных структур [270], корреляционная микроскопия и наноструктурирование [287, 288], увеличение сверхпроводимости [289], реконструкция и ремонт микроэлектромеханических систем (МЭМС) [28, 290], создание приборов интегральной оптики и эмиссионной электроники [28], исследование и модификация различных структур в биологии и медицине [269, 270, 290] и некоторые другие операции. Технологические особенности и области применения ФИП-систем с галлиевыми ЖМИИ подробно разработаны и описаны как в зарубежной, так и в отечественной литературе [8, 26, 28, 291–296].

Некоторые примеры формирования различных структур с использованием пучка ионов галлия приведены на рисунках ниже: зонная пластинка Френеля, изготовленная на золотой мембране (рис. 36), олигомеры в плёнке поликристаллического золота на подложке из кремния (рис. 37), микропоры в мембране SiN и антенна в виде бабочки на игле атомно-силового микроскопа (рис. 38), элементы плазмоники из золота на подложке кремния (рис. 39).

Хотя первые результаты с использованием ЖМИИС были получены еще в 1980-х годах, их широкое внедрение

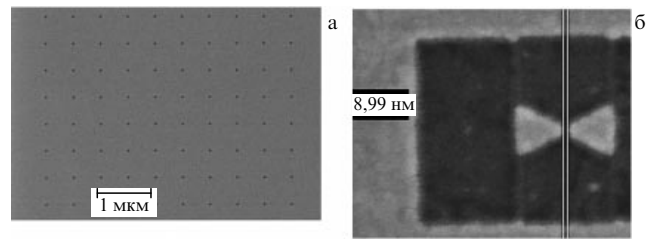


Рис. 38. (а) Отверстия диаметром 10 нм в мембране SiN толщиной 30 нм, (б) антенна в виде бабочки на игле атомно-силового микроскопа [1].

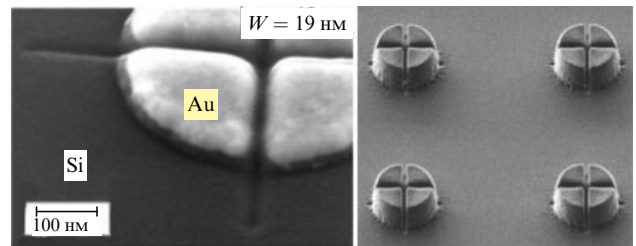


Рис. 39. Элементы плазмоники из золота на подложке кремния [1, 246].

в промышленные ФИП-системы началось лишь около десяти лет назад [297–304]. Например, использование ионов золота, помимо ранее упомянутого высокого коэффициента распыления, имеет ряд других полезных функциональных свойств. Так, при создании ионами Ga больших кратеров в арсениде галлия на его дне формируются большие капли галлия (рис. 40а), а применение ионов золота значительно ускоряет процесс формирования кратера, оставляя его дно гладким (рис. 40б) [297]. Полупроводниковые нанопроволоки из GaAs и InAs, часто выращиваемые методом молекулярно-лучевой

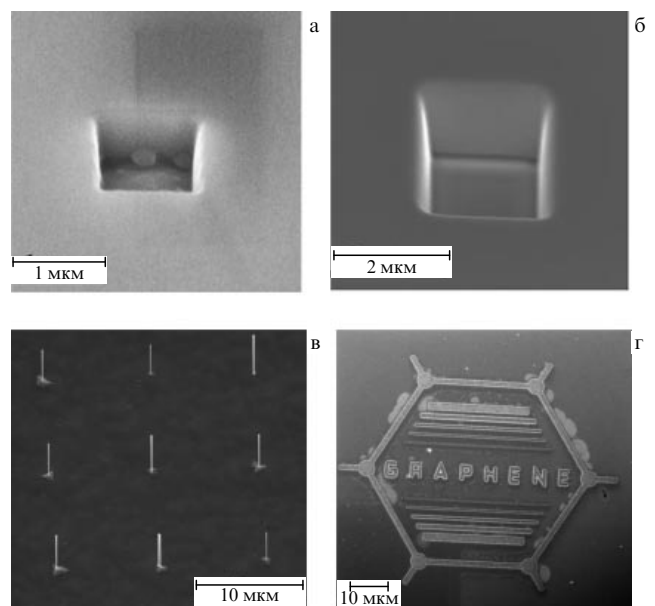


Рис. 40. (а, б) Кратеры в GaAs, полученные при распылении ионами Ga и Au соответственно [297], (в) локальный рост нанопроволок в GaAs [299], (г) селективный рост графена в SiC после имплантации ионами Au с энергией 60 кэВ [302].

эпитаксии, имеют тенденцию к хаотичному распределению по поверхности. Если же полупроводники предварительно локально имплантированы ионами золота, особенно его кластерами, то можно получить рост проволок только в местах, ограниченных точечной имплантацией (рис. 40в) [300, 301]. По схожему сценарию можно селективно выращивать слои графена. В работе [302] подложки карбида кремния были имплантированы ионами Au и Si с энергией 60 кэВ, что позволило снизить температуру образования графена на 100 °С (рис. 40г).

В настоящее время промышленные ФИП-системы с источниками ионов на ионных жидкостях не выпускаются, и все ИИИЖ, о которых шла речь в разделе 5, представляют собой либо экспериментальные приборы, либо прототипы. Однако, учитывая уникальные возможности этих источников, в первую очередь большую массу и реактивную (химическую) способность генерируемых ионов, а также их биполярность, можно рассчитывать на появление в обозримом будущем узкоспециализированных промышленных систем, оснащённых ИИИЖ.

Информацию о применении ИИИЖ для наноструктурирования и технологической обработки объектов микроэлектроники можно найти в [61, 77, 224, 232, 236]. В работах [77, 224] экспериментальный источник ионов с ионной жидкостью (рис. 46) был установлен в ФИП-системе, разработанной в CNRS/LPN (Франция), и использовался для ионного травления подложки из кремния, закрытой шаблоном с отверстиями. При ускоряющем напряжении 15 кВ, токе эмиссии 10 мкА и полной дозе травления $1,125 \times 10^{17}$ ионов глубина кратера травления на подложке составила 17 нм. Коэффициент распыления, т.е. эффективность травления, оказался равным 5, а при работе с 30-кВ галлиевым ЖМИИ на той же установке коэффициент распыления не превышал 2. При этом среднеквадратичная шероховатость поверхности на дне кратера в обоих случаях была примерно одинаковой, а именно 0,33 нм для ИИИЖ и 0,32 нм для ЖМИИ, хотя обычно увеличение коэффициента распыления приводит к росту шероховатости. По мнению авторов [77], заряженные микрокапли, которые присутствуют в пучке, генерируемом ИИИЖ, обеспечивали сглаживание обрабатываемой поверхности.

При переходе ИИИЖ в режим чисто ионной эмиссии, который сопровождался уменьшением тока эмиссии до 1 мкА при том же ускоряющем напряжении и дозе $1,125 \times 10^{16}$ ионов, коэффициент распыления увеличился до 40. Такую высокую скорость травления невозможно получить только за счёт процессов физического (баллистического) распыления. Методом фотоэлектронной спектроскопии была обнаружена аморфизация облучаемой поверхности и образование химических соединений кремния с углеродом и азотом, что указывало на вклад химического (реактивного) травления кремния. Таким образом, было показано, что в режиме чисто ионной эмиссии бомбардирующие ионы стимулируют процессы разупорядочения поверхности и способствуют образованию легколетучих соединений кремния с компонентами ИЖ без дополнительного напуска в камеру активных газов типа фторидов ксенона.

ИИИЖ с игольчатым эмиттером из ксерогеля, изображённый на рис. 29, использовался в режиме эмиссии отрицательных ионов из ионной жидкости [emim][BF₄] для ионного травления подложек из стекла Ругех 7740, кремния и диоксида кремния. Было показано, что облу-

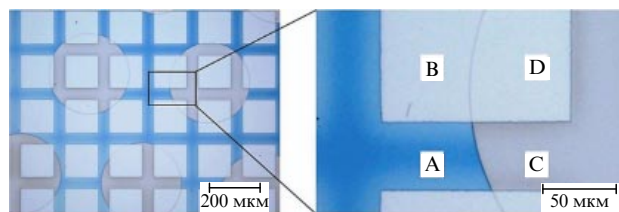


Рис. 41. Подложка с участками кремния и диоксида кремния после облучения ионным пучком: А — участок SiO₂, закрытый маской, В — участок SiO₂, подвергнутый ионному травлению, С — участок Si, закрытый маской, D — участок Si, подвергнутый ионному травлению (изображение получено с помощью оптического микроскопа) [232].

чение отрицательными ионами обеспечивает стабильный и равномерный процесс травления всех подложек, не сопровождаемый зарядкой поверхности. При использовании 10-кэВ ионного пучка скорость травления составляла 2,129 и 5,34 нм мкА⁻¹ мин⁻¹ для стекла и кремния соответственно. Селективность травления SiO₂/Si на подложке, показанной на рис. 41, была равной 2,26, что является весьма высоким показателем.

Измерения, проведённые в работе [232], подтвердили, что скорость ионного травления при использовании ИИИЖ выше, чем для традиционного галлиевого ЖМИИ, за счёт вклада интенсивного реактивного ионного травления (англ. DRIE — Deep Reactive Ion Etching). Кроме того, было установлено, что травление отрицательными ионами более эффективно, чем положительными, так как отрицательные ионы, генерируемые ИИИЖ, обладают более высокой реактивной способностью, чем положительные.

Капиллярный ИИИЖ [230] также использовался для технологических целей. Было показано [228, 230], что при облучении поверхности боросиликатного стекла и монокристаллического кремния ионами из источника, работающего с ионной жидкостью [bmim][PF₆], происходило сглаживание поверхности облучаемых образцов в результате химического травления, сопровождаемого образованием свободных радикалов (соединения Si–F), имплантации ионов фосфора и осаждения на поверхности углерода и азота, которые также взаимодействовали с кремнием.

Ещё в 1951 г. Эрвин Вильгельм Мюллер создал автоионный микроскоп на основе конструкции электронного прототипа [39], а в 1975 г. Леви-Сетти использовал автоионный источник водорода в просвечивающем сканирующем микроскопе [305]. За полувековую историю удалось настолько усовершенствовать конструкции колонн и самих ЭГД-источников, что размер ионного пучка, особенно с лёгкими ионами, стал вполне конкурентоспособен по сравнению с электронным пучком. С учётом того что коэффициент ионно-электронной эмиссии менее чувствителен к локальным неоднородностям поверхности и меньше зависит от угла падения зондирующего пучка, чем коэффициент вторично-электронной эмиссии, контраст на ионных изображениях при одном и том же пространственном разрешении в большей степени отражает реальную топографию исследуемой поверхности. Ряд других принципиальных преимуществ ионной микроскопии подробно анализируется в справочной литературе [269–272].

На рисунке 42 представлены изображения, полученные в сканирующем ионном микроскопе VELION с зон-

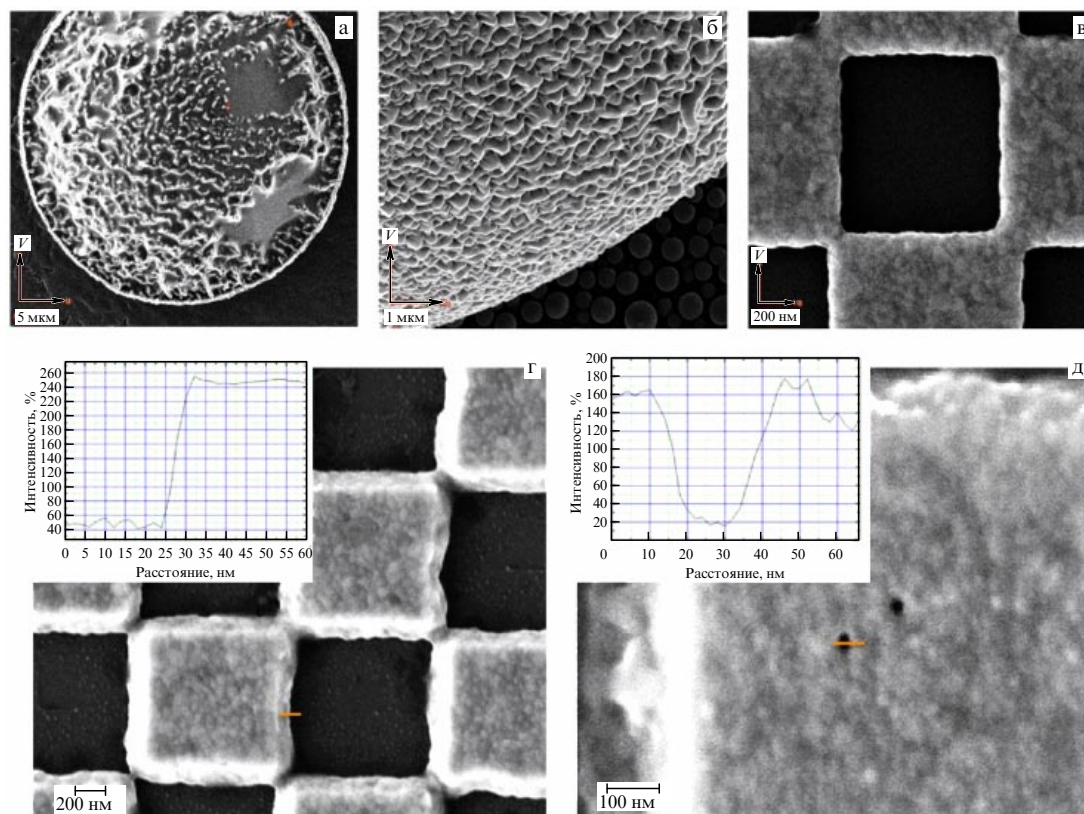


Рис. 42. Контрастные изображения с высоким пространственным разрешением, полученные в сканирующем ионном микроскопе VELION (Raith GmbH) с ионами бериллия (а–в) [247] и ионами лития (г, д) [164].

дирующими ионами бериллия (AuBeSi-ЖМИИС) с энергией 70 кэВ, с разрешением 3 нм и с ионами лития (GaBiLi-ЖМИИС) с энергией 40 кэВ, с разрешением 2 нм.

6.3. Локальная масс-спектрометрия вторичных ионов

Масс-спектрометрия вторичных ионов (МСВИ², англ. Secondary Ion Mass Spectrometry — SIMS) — аналитический метод, основанный на распылении поверхности исследуемого образца первичным ионным пучком с последующим масс-спектральным анализом распылённых вторичных ионов. По своей сути МСВИ — разрушающий (деструктивный) метод, хотя степень разрушения образца может быть разной в зависимости от режима анализа. Подробную информацию о методе МСВИ, его физических основах, аппаратном обеспечении, статическом и динамическом режимах работы и областях применения можно найти в многочисленных статьях, обзорах и монографиях (например, [11–13, 306–311]).

В статическом режиме работы можно "построить" карту (микрограмму) локального распределения интенсивностей выбранных ионов по поверхности образца, т.е. проводить элементный (химический) микроанализ (SIMS imaging или SIMS mapping), а в динамическом режиме в сочетании с послойным анализом — реконструировать

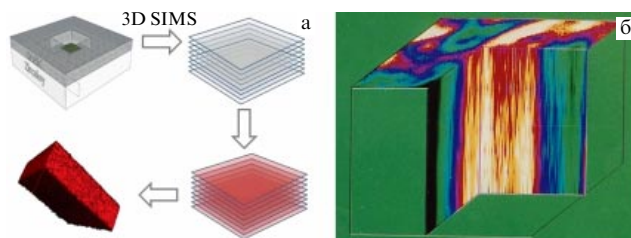


Рис. 43. (а) Схематическое изображение процесса формирования 3D SIMS-микрограммы [313]. (б) Пространственное распределение ионов $^{89}\text{Y}^+$ в микрообъёме образца сверхпроводящей керамики $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{9-y}$ (интенсивность $^{89}\text{Y}^+$ кодирована с помощью термической цветовой шкалы, измерения проведены А.Б. Толстогузовым на сканирующем квадрупольном микрозонде Atomika SIMS 4500).

пространственное распределение этих интенсивностей в распылённом объёме образца (3D SIMS). Подробную информацию о современном состоянии, аппаратном и программном обеспечении, а также о применении 3D SIMS при анализе неорганических и органических объектов можно найти в обзорной статье Вухера с соавторами [312].

На рисунке 43 схематически показан процесс формирования 3D SIMS-микрограммы, иногда именуемой "pseudo-3D visualization" [313], а также приведено объёмное распределение ионов $^{89}\text{Y}^+$ в микрообъёме сверхпроводящей керамики $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{9-y}$ толщиной 500 нм и площадью 200×200 мкм. Основные характеристики в локальном МСВИ-анализе — это пространственное разрешение (менее 50 нм) и контраст, зависящий от аналитической чувствительности (предела обнаружения), а для 3D SIMS — ещё и разрешение по глубине (послойное разрешение, менее 1 нм).

² В научной литературе на русском языке для обозначения этого метода часто используется аббревиатура ВИМС — вторично-ионная масс-спектрометрия, что является дословным переводом с англ. SIMS. Более правильно использовать название МСВИ — масс-спектрометрия вторичных ионов, которое отражает физическую суть метода.

Основные устройства, которыми укомплектована любая МСВИ-установка, — источник первичных ионов (иногда называемый ионной пушкой) и масс-анализатор, дополненный системами сбора, транспортировки, энергетического анализа и детектирования вторичных ионов. Выбор первичных ионов в современных установках очень широк: положительные (включая многозарядные) и отрицательные атомные, молекулярные и кластерные ионы разной интенсивности и энергии. В зависимости от режимов работы и требований к результатам анализа в качестве источника ионов могут использоваться газовые и плазменные источники, ЖМИИ и ЖМИИС, источники с поверхностной ионизацией, газодинамические кластерные и газовые автоионные источники, источники с ионной жидкостью и т.д. Среди масс-анализаторов выбор не так велик — это монополярные и квадрупольные датчики, магнитные масс-спектрометры с двойной фокусировкой и времяпролётные анализаторы. Сравнительные характеристики различных масс-анализаторов подробно обсуждаются в [314].

В локальном МСВИ-микроанализе возможны два способа получения элементных (химических) изображений во вторичных ионах: 1) растровый способ (режим сканирующего ионного микрозонда), при котором остросфокусированный ионный пучок сканируется по анализируемому участку поверхности, а изображение этого участка формируется на детекторе по точкам (пикселям), отражающим интенсивность сигнала вторичных ионов в данной точке, и 2) стигматический способ (режим масс-спектрального микроскопа), при котором относительно широкий ионный пучок облучает весь анализируемый участок поверхности, а изображение этого участка передаётся (проецируется) с помощью электростатических линз на детектор. У сканирующего ионного микрозонда основным фактором, влияющим на величину пространственного разрешения, является диаметр ионного пучка, хотя для корректного определения пространственного разрешения необходимо учитывать ещё функцию распределения вторичных ионов в области их образования, а у масс-спектрального микроскопа пространственное разрешение зависит от абберационных искажений электростатических линз, формирующих это изображение. Отметим, что МСВИ-приборы с магнитными масс-анализаторами могут работать в обоих режимах получения микроизображений, а приборы с квадрупольными и магнитными анализаторами — только в режиме сканирующего микрозонда.

Локальная масс-спектрометрия вторичных ионов начала интенсивно развиваться с середины 1960-х годов [315, 316] с целью преодоления ряда существенных недостатков, таких как ограниченный диапазон анализируемых элементов, большая информационная глубина и низкая чувствительность, свойственных другим локальным методам элементного анализа, в первую очередь рентгеноспектральному микроанализу с электронным зондом.

В данном обзоре мы не ставим себе целью проследить весь путь развития локального метода МСВИ, а лишь остановимся на основных сканирующих ионных микрозондах, оснащённых ЭГД-источниками, в первую очередь ЖМИИ и ЖМИИС. Почему эти источники сразу привлекли внимание разработчиков? Ответ простой: возможностью обеспечить высокое пространственное разрешение с помощью относительно простого по конструк-

ции и надёжного в эксплуатации источника остросфокусированного ионного пучка с большой яркостью.

Один из первых МСВИ-приборов с ЭГД-источником был создан в 1984 г. в Чикагском университете в группе Леви-Сетти [317, 318]. Сканирующий микрозонд UC-HRL SIM/SIMS был оснащён жидкометаллическим источником ионов галлия (FIB), позволяющим при максимальном ускоряющем напряжении 40 кэВ получать на образце пучок с минимальным диаметром 20 нм при ионном токе в несколько десятков пикоампер. В качестве масс-анализатора использовался квадрупольный масс-спектрометр Extranuclear 324-9.

В 1994 г. квадрупольный масс-анализатор был заменён на магнитный масс-спектрометр с двойной фокусировкой, что позволило улучшить пропускание (чувствительность) и масс-спектральное разрешение R_m вплоть до величины 2×10^3 . Многочисленные примеры использования UC-HRL SIM/SIMS для микроанализа различных объектов, включая биологические, можно найти в работах [318–321].

В научной литературе сканирующие ионные микрозонды с ЖМИИ галлия получили общее название FIB-SIMS. Помимо UC-HRL SIM/SIMS, о котором шла речь выше, можно выделить установку [322], совмещающую функции сканирующего электронного микроскопа и FIB-SIMS с магнитным масс-анализатором. В этой установке линза-объектив и система электростатического сканирования были общими для колонн формирования электронного и ионного пучков. Такая компоновка обеспечила точное совмещение на поверхности образца обоих пучков с диаметрами 20 и 70 нм соответственно, что позволило выбирать область исследования в режиме электронного микроскопа (без распыления поверхности ионным пучком) с последующим получением микрограмм во вторичных ионах. В [323] было проведено моделирование и разработана конструкция компактного магнитного масс-спектрометра с двойной фокусировкой, которым предлагалось комплектовать технологические FIB-установки, т.е. превращать их в FIB-SIMS приборы.

В 1980-е годы французская фирма Riberg выпускала небольшими сериями сканирующий ионный микрозонд MIQ-256 [311], оснащённый квадрупольным масс-анализатором и тремя различными ионными пушками, включая ЖМИИ галлия. Наилучшее пространственное разрешение с ионным пучком Ga^+ (около 60 нм) было получено при исследовании вертикальных срезов тонкослойных структур Al-LiNbO_3 , выращенных методом молекулярной эпитаксии. Измерения проводились на микрограммах в ионах $^{27}\text{Al}^+$ при перепаде интенсивности регистрируемого сигнала в диапазоне 16–84%. По нашим данным, в СССР было поставлено более 10 таких приборов, в основном на предприятия электронной промышленности. Однако найти в отечественной научной литературе информацию об использовании микрозондов MIQ-256 в режиме локального МСВИ нам не удалось.

Другим примером серийного FIB-SIMS является настольный прибор MiniSIMS [324], который в начале 2000-х годов выпускала фирма Millbrook Instruments Ltd. (Великобритания). Прибор, внешний вид которого представлен на рис. 44а, был оснащён квадрупольным масс-спектрометром и ЖМИИ галлия. Его основными достоинствами были компактность и относительно невысокая цена. Разработчики первоначально назвали свою

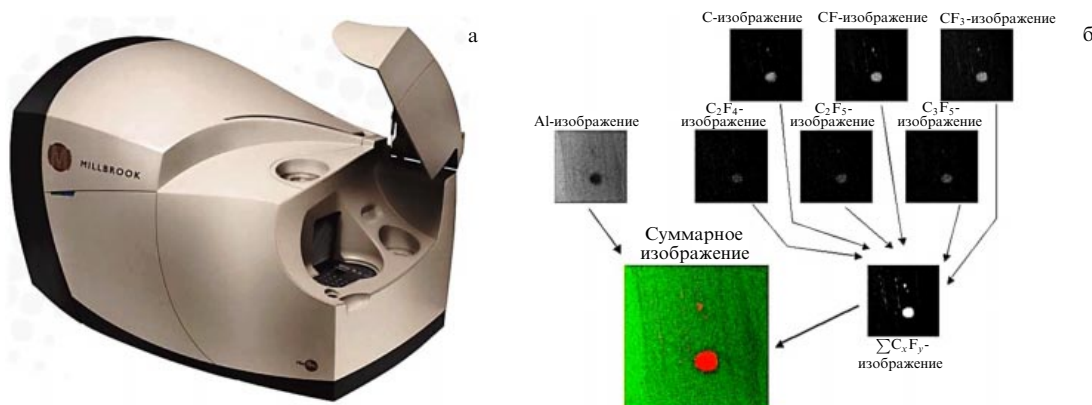


Рис. 44. (а) Внешний вид установки MiniSIMS. (б) МСВИ-изображения микропримесей на поверхности Al-подложки. Данные взяты из рекламного проспекта MiniSIMS.

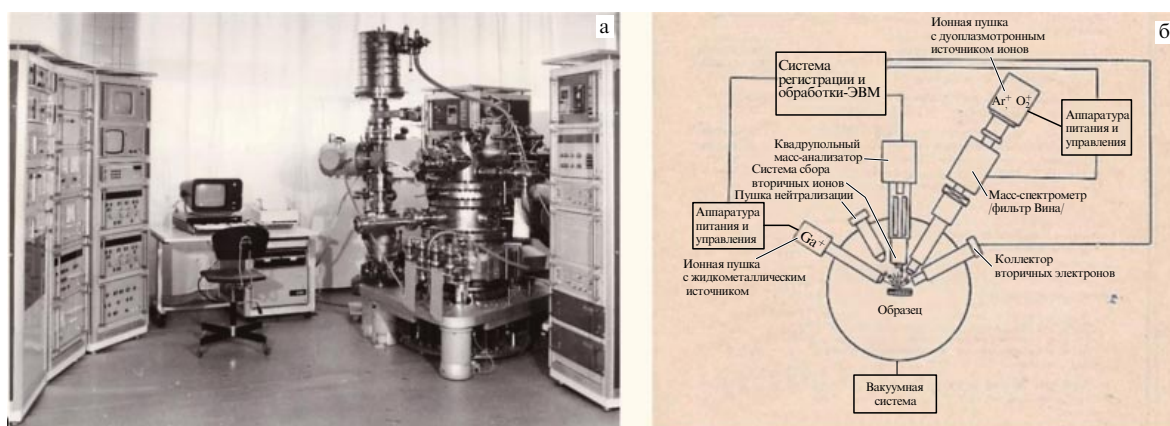


Рис. 45. Сканирующий ионный микроскоп УАЭ ОП. Э-0.0001-008 ("Шиповник"): (а) внешний вид, (б) функциональная схема [326].

установку "Химическим микроскопом", но затем, после обсуждения с одним из авторов обзора (А.Б. Толстогузовым), поменяли это название на MiniSIMS. В рекламных буклетах указывалось, что MiniSIMS может работать как в статическом, так и в динамическом режиме анализа с высокой элементной чувствительностью, хорошим послойным и пространственным разрешением. На рисунке 44б приведены МСВИ-изображения микропримесей на поверхности Al подложки (рисунок взят из рекламного проспекта, в котором размеры анализируемой области и пространственное разрешение не указаны).

MiniSIMS агрессивно продвигался на рынок аналитической аппаратуры в качестве замены дорогих и массивных SIMS-установок, в первую очередь для эксплуатации в университетских лабораториях. В [325] с помощью MiniSIMS исследовались самособирающиеся полимерные монослои (англ. Self-Assembled Monolayers — SAMs) на кремниевой подложке, но микрограмм в этой работе не приведено. В целом, приборы MiniSIMS не смогли подтвердить заявленные разработчиками аналитические характеристики, и по нашей информации в настоящее время они нигде не используются.

В СССР приборы для локального МСВИ-анализа серийно не выпускались. В 1988 г. в Научно-исследовательском технологическом институте (НИТИ, г. Рязань) был разработан и изготовлен опытный образец сканирующего ионного микроскопа УАЭ ОП. Э-0.0001-008 ("Шиповник") [326], внешний вид которого и функциональная схема приведены на рис. 45. Прибор оснащён квадра-

польным масс-спектрометром, двумя ионными источниками — дуоплазмотроном и ЖМИИ галлия, внешний вид и функциональная схема которого представлены на рис. 15 [141, 142], автоматизированным манипулятором образцов, устройством активного и пассивного гашения вибрационных колебаний и мощной вакуумной системой, включающей кольцевой ионный магнитоотрядный насос и криогенный насос, работающий с жидким азотом и гелием. Минимальный диаметр пучка Ga^+ на поверхности образца составлял 300 нм [141], что для того времени было достаточно высоким показателем. Большинство устройств и приборов, входящих в состав этой установки, было разработано и изготовлено в НИТИ, а также на предприятиях электронной промышленности СССР. Предполагалось наладить серийный выпуск сканирующих ионных микроскопов, но удалось выпустить только две установки, так как после "перестройки" и последующих за ней событий НИТИ был закрыт ³.

Несмотря на определённые успехи, достигнутые с установками FIB-SIMS, особенно в полупроводниковой технике и микроэлектронике, их широкое применение в других областях сдерживало несколько негативных факторов: 1) низкий ионный выход у большинства химических элементов при бомбардировке ионами Ga^+ , 2) плохое разрешение по глубине из-за использования первич-

³ Один из авторов данного обзора (А.Б. Толстогузов) был руководителем проекта по созданию этого сканирующего ионного микроскопа.

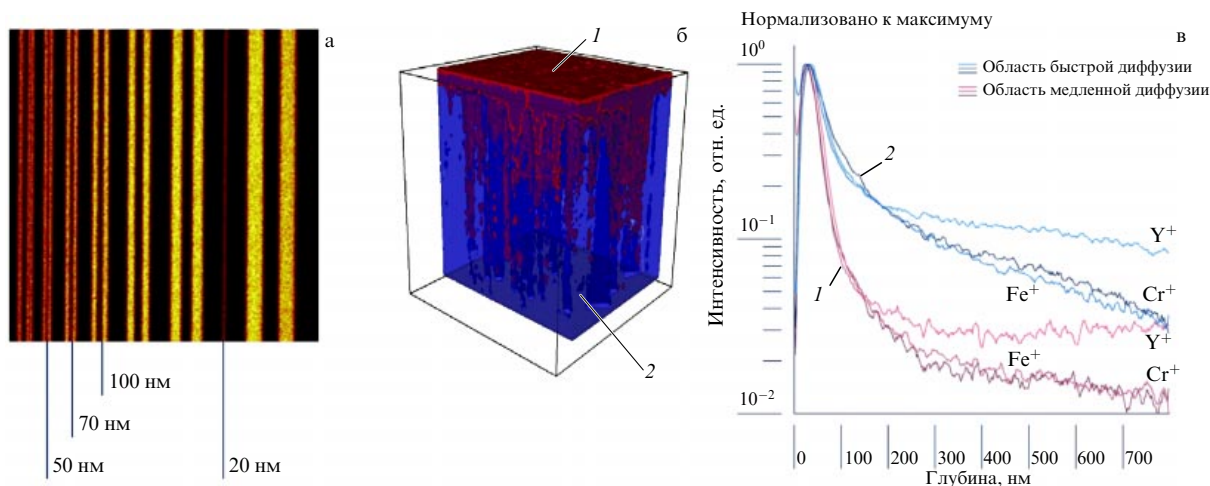


Рис. 46. (В цвете онлайн.) (а) Микрограмма тест-объекта L-200 в ионах $^{27}\text{Al}^+$ (первичные ионы Vi_3^{2+} , площадь изображения 8×8 мкм, размер пикселя 15×15 нм, под рисунком указана ширина полос алюминия); (б) 3D микрограмма поликристаллического оксида $\text{La}_{0.8}\text{Sr}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{Mg}_{0.2}\text{O}_{2.8}$ (красным цветом (1) показана диффузия хрома и железа в объём образца); (в) реконструированные графики послойного анализа этого образца в ионах Y^+ , Cr^+ и Fe^+ для разных областей диффузии (красный цвет 1 — область медленной диффузии, синий цвет 2 — область быстрой диффузии). Данные взяты из рекламного проспекта установки TOF.SIMS-5.

ных ионов с большой энергией, 3) фрагментация сложных молекулярных ионов при анализе биологических объектов. К этому можно добавить возможность образования плёнок/островков галлия и его соединений на поверхности исследуемых объектов [311]. Ситуация усугублялась плохим пропусканием, невысоким масс-спектральным разрешением и недостаточно большим диапазоном анализируемых масс у квадрупольных масс-анализаторов, которые использовались в большинстве FIB-SIMS. Замена квадрупольных на магнитные масс-анализаторы с двойной фокусировкой (см. например, [319]) позволила улучшить пропускание и разрешение, но не решила другие проблемы.

Дальнейшее развитие локальной МСВИ связано с переходом к времяпролётным масс-анализаторам и кластерным источникам первичных ионов, в том числе ЖМИИС с остророфокусированными пучками ионов золота [328] и висмута [329]. Подробную информацию об основных этапах этого развития можно найти в статье Винограда [330]. Мы лишь остановимся на результатах, полученных на установках TOF.SIMS-5 (IONTOF, Germany). Эти установки оснащены времяпролётным масс-спектрометром рефлекторного типа с разрешением $R_m \leq 10^4$ и диапазоном масс $(0,5 - 10^4)m/z$. Они работают в режиме раздельного распыления и анализа образцов (dual-beam mode): для распыления используются источники ионов O_2^+ и Cs^+ , а импульсный ЖМИИС висмута предназначен для анализа в статическом режиме с токами в пикоамперном диапазоне, причём этот источник с фильтром Вина позволяет получать пучки как атомных, так и кластерных ионов Vi_n^{m+} ($n \leq 5$, $m \leq 2$).

Примеры использования TOF.SIMS-5 в режиме локального микроанализа приведены на рис. 46: микрограмма тест-объекта с дорожками Al наноразмерной ширины (рис. 46а) демонстрирует возможность получения пространственного разрешения менее 50 нм; 3D микрограмма сложного поликристаллического оксида показана на рис. 46б, а на рис. 46в приведены графики послойного анализа различных элементов, реконструированные из этой 3D микрограммы. Другие примеры применения TOF.SIMS-5 авторами данного обзора для по-

слойного анализа герконов и многослойных рентгеновских зеркал, количественного анализа образцов $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, а также для изучения влияния размерного эффекта (fine size effect) на эмиссию вторичных ионов из кремниевых наноструктур и порошков можно найти в работах [331–334].

Улучшение пространственного разрешения локального метода МСВИ с одновременным уменьшением глубины анализируемого слоя, т.е. улучшением разрешения по глубине, приводит к снижению количества атомов в анализируемом микрообъёме и, как следствие, к ухудшению чувствительности метода (предела обнаружения) [335]. Единственный выход из этой ситуации — это улучшение коэффициентов сбора (акцептанта) и пропускания масс-анализатора и увеличение ионного выхода, т.е. отношения количества ионизированных атомов (молекул) к количеству распылённых частиц. Использование времяпролётных масс-анализаторов позволило улучшить акцептант и пропускание, а применение в качестве зондирующих пучков кластерных ионов золота и висмута увеличило ионный выход, особенно при анализе биологических объектов. Дальнейший прогресс может быть достигнут с использованием методов постиионизации распылённых частиц, т.е. с переходом от МСВИ (SIMS) к масс-спектрометрии вторичных нейтральных частиц МСВНЧ (SNMS), о которой уже упоминалось во введении. Детальное обсуждение особенностей и этапов развития МСВНЧ можно найти в статьях, обзорах и монографиях [15–18, 310, 336]. Мы остановимся на одной из последних разработок [337], в которой использовалась лазерная ионизация нейтральных распылённых частиц (Laser-SNMS или Laser Post Ionization LPI-SNMS [17]).

В работе [337] проведено сравнение результатов локального микроанализа сложных полимерных соединений методами TOF-SIMS и Laser-SNMS. Измерения были сделаны на коммерческой установке TOF-SIMS.5, дополнительно оснащённой эксимерным лазером Lambda Physik AG (Germany), генерирующим излучение с длиной волны 157 нм и плотностью мощности $5,5 \times 10^6$ Вт см^{-2} . На рисунке 47 приведены микрограммы кремниевой пластины со сферическими частицами полиэтилентере-

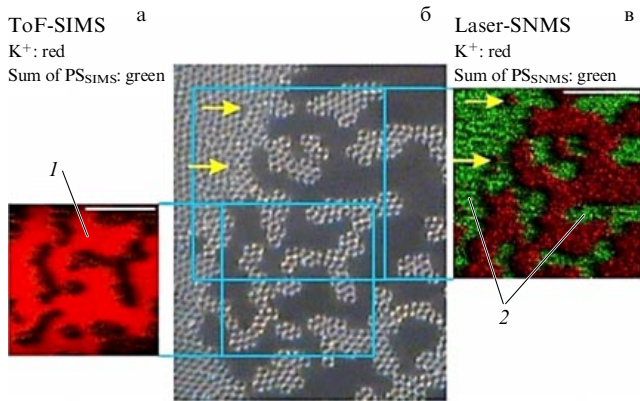


Рис. 47. (В цвете онлайн.) Изображения кремниевой пластины с плёнок из сферических частиц полиэтилентерефталата. (а) Микрограмма во вторичных ионах (SIMS), (б) изображение, полученное с помощью оптического микроскопа (Light microscope image), (в) микрограмма в ионизированных нейтральных частицах (Laser-SNMS). Детальное описание приведено в тексте. (Из работы [337].)

фталата (PET ES301445, диаметр частиц примерно 1 мкм, молекулярный вес ~ 25000 а.е.м.). На рисунке 47а показана микрограмма участка поверхности размером 22×22 мкм, полученная методом МСВИ (TOF-SIMS) при дозе облучения ионами Bi_3^+ около 2×10^{13} см $^{-2}$. Красным цветом (1) кодирована интенсивность вторичных ионов калия (K^+ : red), который является поверхностной примесью на Si-пластине и служит её маркером, так как выход положительных ионов у щелочных металлов выше, чем у кремния. Зелёным цветом (2) кодирована суммарная интенсивность масс-пиков вторичных ионов углеводов C_7H_7^+ , C_8H_7^+ , C_8H_9^+ , C_8H_7^+ , C_9H_9^+ , $\text{C}_{10}\text{H}_8^+$, $\text{C}_{13}\text{H}_9^+$, $\text{C}_{15}\text{H}_7^+$, $\text{C}_{15}\text{H}_9^+$ и $\text{C}_{15}\text{H}_{13}^+$, которые были выбраны в качестве маркера для полимерного соединения и обозначены на рисунке как "Sum of PS_{SIMS} ". Суммирование интенсивностей повышало динамический диапазон и улучшало отношение сигнал/шум. На рисунке 47б показаны изображения анализируемых участков Si-пластины, зарегистрированные с помощью оптического микроскопа, а на рис. 47в представлена микрограмма, полученная методом МСВНЧ (Laser-SNMS), причём в качестве маркера для полимера были выбраны масс-пики ионов C_6H_5^+ , C_7H_7^+ , C_8H_7^+ , C_8H_9^+ , C_9H_7^+ , C_9H_9^+ и $\text{C}_{15}\text{H}_9^+$ (зелёный цвет, Sum of PS_{SNMS}). Площадь участка поверхности в этом случае была 25×25 мкм, а доза облучения ионами Bi_3^+ составляла 7×10^{11} см $^{-2}$, что примерно в 30 раз меньше, чем при МСВИ-анализе. В обоих случаях диаметр первичного пучка Bi_3^+ (пространственное разрешение) был порядка 200 нм. Микрограммы, представленные на рис. 47, наглядно демонстрируют превосходство метода МСВНЧ с лазерной постиионизацией распылённых нейтральных атомов и молекул над "обычным" методом МСВИ, при котором регистрируются только вторичные ионы. На рисунке 47в отчётливо видны дефекты в распределении микросферических частиц полиэтилентерефталата (обозначены жёлтыми стрелками), которые невозможно различить на "размытой" микрограмме, представленной на рис. 47а.

Неоходимо отметить, что любая экспериментальная микрограмма не является адекватной картой распределения концентраций химических элементов по поверхности или микрообъёму исследуемого образца. Правильнее

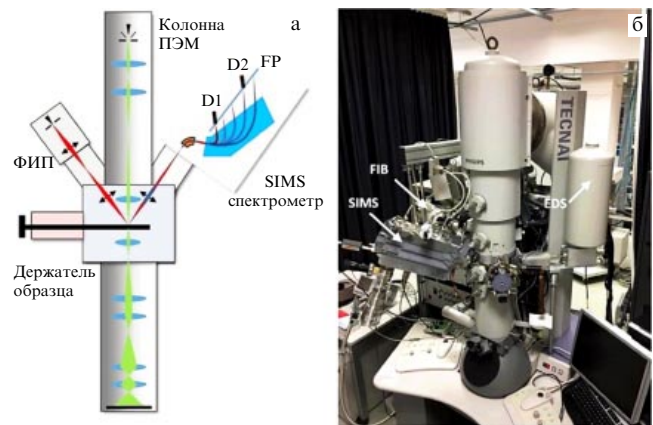


Рис. 48. Установка для параллельной ионной и электронной микроскопии PIES [340]: (а) функциональная схема, (б) внешний вид. FP — плоскость фокусировки, D1 и D2 — детекторы вторичных ионов.

рассматривать её как суперпозицию четырёх основных контрастов (см., например, [311, 335]): концентрационного, топографического, хроматического и матричного, а также некоторых дополнительных контрастов, связанных с особенностями образцов и методом получения микрограмм. Топографический контраст обусловлен разной эффективностью вытягивания и сбора вторичных ионов с микронеровностей на поверхности образцов, и корректный учёт этого контраста является одной из основных задач локальной МСВИ. В нашем обзоре мы остановимся на методе корреляционной микроскопии (correlative microscopy) [338], который заключается в параллельном получении (*in situ*) микрограмм во вторичных ионах и электронах, причём электронная микрограмма формируется с помощью просвечивающего (трансмиссионного) электронного микроскопа с высоким разрешением (ПЭМ/ТЭМ, англ. High-Resolution Transmission Electron Microscopy — HR-TEM). В принципе, такой подход не является новым. Мы уже упоминали в этом разделе установку [322], совмещающую функции сканирующего электронного микроскопа и FIB-SIMS с магнитным масс-анализатором. Можно также отметить сканирующий микрозонд VG Scientific SIMSLAB [339], который позволял получать микрограммы во вторичных ионах и электронах с помощью ЖМИИ с галлием (MIG100). Но комбинация SIMS-TEM позволяет получать микрограммы с более высоким пространственным разрешением и более корректно учитывать топографический контраст, ярко выраженный на электронных микрограммах.

На рисунке 48 представлена функциональная схема и внешний вид установки для параллельной ионной и электронной микроскопии (англ. Parallel Ion Electron Spectrometry — PIES) [340], разработанной в Люксембургском институте науки и технологии. Установка PIES была создана на базе ПЭМ FEI Tecnai F20 TEM, оснащённого галлиевым ЖМИИ Magnum FEI FIB и магнитным масс-анализатором с двойной фокусировкой, двумя параллельными детекторами вторичных ионов (D1 и D2) и диапазоном анализируемых масс 1–80 а.е.м. Энергия электронного пучка могла изменяться в диапазоне 80–200 кэВ, при этом максимальное пространственное разрешение составляло 0,14 нм, а энергия моноизотопного ионного пучка $^{69}\text{Ga}^+$ варьировалась в пределах 5–30 кэВ

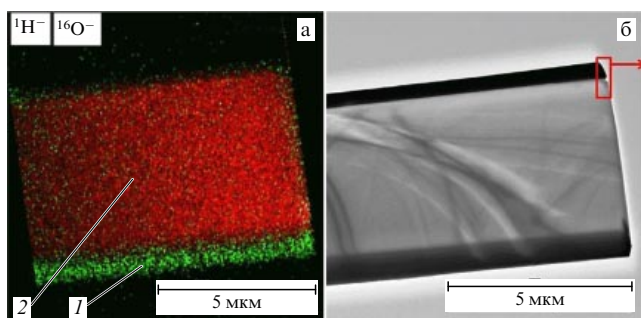


Рис. 49. (В цвете онлайн.) (а) Микрограмма поперечного среза солнечной батареи во вторичных отрицательных ионах водорода (зелёный цвет 1) и кислорода (красный цвет 2), (б) ПЭМ-изображение того же участка [340].

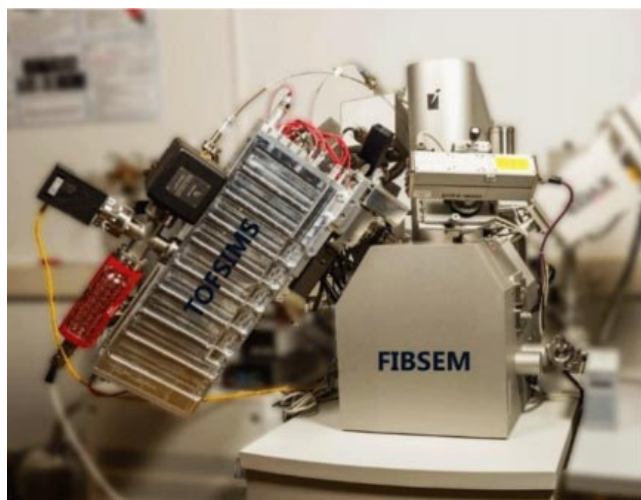


Рис. 50. Комбинированный прибор FIB-SIMS-SEM [341].

с диаметром пучка на образце менее 10 нм. Установка была дополнительно оснащена энергодисперсионным рентгеновским спектрометром (Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy — EDS).

В качестве примера применения PIES на рис. 49 представлены микрограммы поперечного среза тонкой пластинки (ламели) солнечной батареи во вторичных отрицательных ионах водорода и кислорода (рис. 49а) и в электронах (рис. 49б). На МСВИ-изображении видно, что водород, роль которого сводится к минимизации электронно-дырочной рекомбинации, в основном находится на нижнем участке ламели. Отметим, что локальное распределение водорода очень трудно измерить другими аналитическими методами, например, с помощью EDS.

Современный уровень и перспективы развития корреляционной микроскопии обсуждаются в обзоре [341]. Отмечается перспективность совмещения галлиевого FIB-SIMS с методами сканирующей электронной микроскопии, энергодисперсионного рентгеновского анализа, дифракции отражённых электронов и атомно-силовой микроскопии. В качестве примера такого аппаратного совмещения на рис. 50 представлено изображение сканирующего электронного микроскопа FIB-SEM (TESCAN, Чехия) с дополнительно установленным времяпролётным масс-анализатором ортогонального типа о-TOF (TOFWERK, Швейцария) для проведения FIB-SIMS. В

обзоре [341] приведены многочисленные примеры успешного применения комплексных микроскопических приборов для анализа тонких плёнок, различных металлов, объектов электрохимии (литиевых батарей), предметов культурного наследия и геологических образцов, в том числе для их изотопного анализа. В целом можно увидеть некий ренессанс в аналитическом приборостроении — возвращение к идеям 1980-х годов, когда для анализа поверхности в одной установке компоновалось тоже несколько методов, таких как оже-электронная микроскопия, масс-спектрометрия вторичных ионов, спектроскопия рассеянных ионов низких энергий, фотоэлектронная спектроскопия и т.д. Однако нынешний подход стал более совершенным в аппаратном и методическом плане, что позволяет решать более сложные технологические задачи с более высоким пространственным и послойным разрешением, сохраняя при этом высокую элементную и химическую чувствительность.

6.4. Электрогидродинамические источники для космонавтики

ЭГД-источники востребованы не только на Земле, им нашлось достойное место в космосе. Здесь можно выделить три основных направления: 1) контроль и нейтрализация наведённого потенциала, возникающего при воздействии на внешнюю оболочку космических аппаратов солнечного ветра и других разновидностей космического излучения, 2) источники первичных ионов для МСВИ-анализаторов, работающих на борту орбитальных и межпланетных станций, 3) электростатические ракетные двигатели для малых и сверхмалых космических аппаратов с ограниченными бортовыми ресурсами.

6.4.1. Контроль и нейтрализация потенциала на поверхности космических аппаратов. Известно (см., например, [19, 342, 343] и ссылки в этих работах), что внешняя поверхность космических аппаратов на околоземных орбитах подвергается интенсивному воздействию солнечного ветра — потока заряженных частиц, в основном гелиево-водородной плазмы из солнечной короны. Солнечный ветер, взаимодействуя с верхними слоями ионосферы Земли выше линии Кармана, способствует формированию холодной протонно-электронной плазмосферы с энергией частиц 0,1–10 эВ, которая удерживается магнитным полем Земли (магнитосферой). Электроны и ионы из плазмосферы бомбардируют поверхность космических аппаратов, на которую дополнительно воздействует солнечная радиация с широким спектром частот: от гамма- и рентгеновского излучения до излучения в ультрафиолетовой, видимой и инфракрасной областях. В результате таких воздействий (рис. 51) на поверхности изолированных в пространстве космических аппаратов накапливается электрический заряд, в основном положительной полярности. Величина электрического потенциала, обусловленного таким зарядом, по разным оценкам [342, 343] может достигать 100 В, что создаёт помехи в работе бортовой радиоэлектронной аппаратуры и измерительных приборов. Для нейтрализации наведённого потенциала было предложено использовать различные источники положительных ионов [19, 342, 343], позволяющие "отводить" положительный заряд в пространство вне космического аппарата.

Первоначально в качестве средств нейтрализации рассматривались источники с поверхностной иониза-

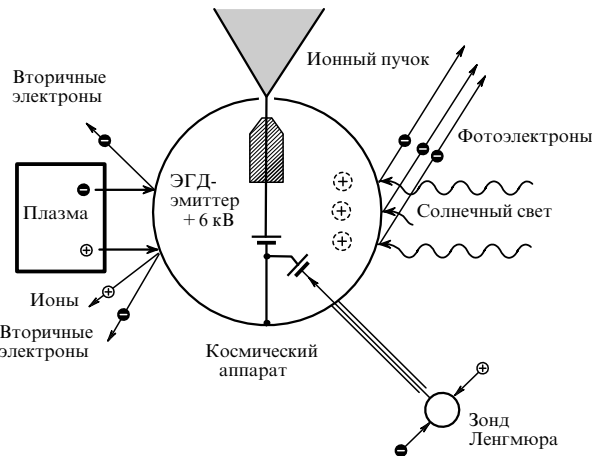


Рис. 51. Космический аппарат на околоземной орбите: воздействие на его внешнюю поверхность различных видов излучения и нейтрализация наведённого потенциала с помощью ЭГД-источника [19].

цией, способные генерировать ионы лития и других щелочных металлов. Но, как мы уже упоминали в разделе 1.1, после первых удачных экспериментов с ЭГД-источниками на российской орбитальной станции "Мир" в 1991 г. в австрийском исследовательском центре в Зайберсдорфе (ARC, Seibersdorf) была разработана коммерческая система активного контроля и нейтрализации ASPOC, которая затем с небольшими модификациями успешно применялась на различных космических аппаратах и станциях [19].

Базовая версия системы ASPOC с тремя ЖМИИ с индием представлена на рис. 52 [19]. В зависимости от целей и продолжительности космических экспедиций в каждый источник загружалось от 0,25 до 1 г индия. Рабочая температура источника была 200 °С при мощности нагревателя 0,8 Вт, максимальный ускоряющий потенциал составлял 6 кВ, что позволяло получать пучок ионов In^+ с током до 20 мкА. В экспедиции GEOTALL система ASPOC с восемью ЖМИИ проработала в течение шести лет в общей сложности более 600 ч, обеспечивая контролируемое снижение потенциала на поверхности космического аппарата до 1 В при исходных значениях в диапазоне 25–50 В [19].

Основная проблема при использовании любых ионных источников для нейтрализации наведённого потенциала в космосе — это загрязнение узлов космического

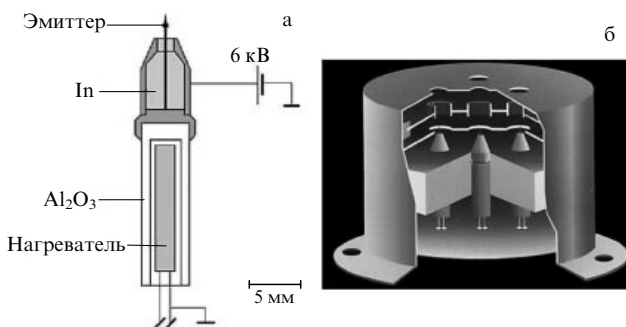


Рис. 52. Система активного контроля и нейтрализации потенциала поверхности космических аппаратов ASPOC: (а) схема одиночного ЖМИИ с индием, (б) общий вид модуля нейтрализации с тремя ЖМИИ и системой фокусировки и экстракции ионных пучков [19].

аппарата первичными ионами и нейтральными частицами из эмиттированного пучка, а также распыление элементов ионной оптики и поверхности космического аппарата этими ионами, которые могут возвращаться на поверхность космического аппарата под действием магнитосферы Земли. Оптимизация конструкции и режимов работы индиевого ЖМИИ позволила уменьшить число нейтральных частиц в пучке и свести к минимуму процессы нежелательного распыления и осаждения продуктов распыления на узлы и внешнюю поверхность космического аппарата. Другая проблема — наведённый отрицательный потенциал, который невозможно нейтрализовать за счёт эмиссии положительных ионов с борта космического аппарата. Однако эксперименты показали [343], что вероятность отрицательной зарядки на околоземной орбите весьма мала. В принципе, для её устранения можно использовать источники электронов или универсальные ЭГД-источники с ионными жидкостями, которые способны генерировать ионные пучки обеих полярностей.

6.4.2. Космическая масс-спектрометрия вторичных ионов.

Интерес к исследованию космических объектов, возникший в 1960-х годах после первых полётов в космос, послужил одним из основных локомотивов роста или, как теперь принято говорить, "драйвером" аппаратного и методического развития масс-спектрометрии вторичных ионов, о которой мы подробно говорили в разделе 6.3. Космическое применение локальной МСВИ можно разделить на лабораторные исследования объектов космического происхождения, попавших на Землю естественным путём или доставленных возвращаемыми космическими аппаратами, и на исследования, проводимые во время космических экспедиций непосредственно (*in situ*) на борту космических аппаратов и станций. По результатам наземных исследований метеоритов, космической пыли, лунного грунта и т.д. можно подготовить отдельный обзор или даже книгу, и мы не будем обсуждать эти исследования в рамках нашего обзора, адресовав читателей, например, к работам [344, 345] и ссылкам в этих публикациях.

Более интересными представляются бортовые МСВИ-исследования, хотя их гораздо меньше, чем наземных. Первый такой успешный эксперимент был проведён также на станции "Мир" в 1991 г. Бортовой сканирующий ионный микрозонд (международный проект MIGMAS) [346] был оснащён ЖМИИ с индием, разработанным в ARC и обеспечивающим фокусировку пучка до диаметра менее 5 мкм, и миниатюрным монополярным масс-анализатором, разработанным в группе Черепина [14, 238]. Основной задачей было изучение процессов коррозии различных конструкционных материалов под действием солнечного ветра и других видов космического излучения (см. рис. 51). Для этого исследуемый образец в специальном вакуумном контейнере выдвигался в открытый космос, а затем без контакта с атмосферой станции перемещался в исследовательскую камеру масс-спектрометра. Подробнее о результатах таких исследований можно узнать в работах [19, 346].

Интересно, что первая попытка провести МСВИ-исследования в открытом космосе была предпринята ещё в 1988 г. в рамках международного проекта DION [19, 347]. И хотя ЭГД-источник не был задействован в этом эксперименте, о нём стоит упомянуть в нашей

статье. На борту советской космической станции "Фобос", которая была направлена к поверхности одноимённого спутника Марса, был установлен плазменный источник ионов SIPPI [348], позволяющий получить мощный пучок ионов Kr^+ с энергией 3 кэВ и током 3 мА. Этот пучок при приближении космической станции к Фобосу с расстояния около 50 м должен был бомбардировать поверхность небесного тела, а выбитые вторичные ионы должны были собираться и анализироваться времяпролётным масс-анализатором рефлекторного типа Fortgon, разработанным в Венгерской академии наук. Помимо ионного пучка, поверхность спутника Марса должна была облучаться ещё лазерным и электронным пучками. Совокупные данные об элементном и химическом составе поверхности Фобоса должны были позволить решить вопрос о его происхождении, о том, был ли Фобос когда-то частью планеты Марс. К сожалению, экспедиция закончилась неудачей.

МСВИ-исследования были успешно проведены на борту космического аппарата, направленного к комете 67P/Чурюмова – Герасименко (группа комет планеты Юпитер) в рамках международной экспедиции ROSETTA. Аппарат стартовал в 2004 г., и его основная задача состояла в сборе и изучении космической пыли в непосредственной близости от кометы [19, 349, 350]. Для этих целей был создан сканирующий ионный микрозонд COSIMA (COmetary Secondary Ion Mass Analyzer), в состав которого входил ЖМИИ с индием [19, 350], разработанный также в ARC, но более сложной конструкции, чем те источники, которые применялись в устройствах нейтрализации потенциала поверхности космических аппаратов и ионном микрозонде MIGMAS. Этот ЖМИИ состоял из двух ионных источников, один из которых работал в режиме постоянного тока и использовался для очистки и распыления поверхности анализируемых частиц, а другой, зондирующий источник, предназначался для МСВИ-анализа этих частиц, т.е. была реализована схема "dual-beam mode", которая затем успешно использовалась в установках TOF.SIMS, описанных в разделе 6.3. Зондирующий ионный источник работал в импульсном режиме с длительностью импульса ~ 3 нс (порядка 10^3 ионов в одном импульсе с частотой повторения 1,5 кГц) и обеспечивал при энергии 8 кэВ фокусировку пучка до диаметра 10 мкм. Оба источника загружались изотопно-чистым индием ^{115}In , чтобы избежать нежелательной масс-спектральной интерференции вторичных ионов за счёт вклада изотопа ^{113}In . Частицы космической пыли, скорость которых не превышала 10 м s^{-1} , собирались в открытом космосе на поверхности мишени, покрытой слоем пористого золота. Затем получали изображение мишени в оптическом микроскопе COSISCOPE, и выбранные участки размером 35×50 мкм с частицами космической пыли анализировались с помощью времяпролётного масс-анализатора рефлекторного типа с разрешающей способностью 1400 (FWHM) для $m/z = 100$. Внешний вид бортового ионного микрозонда COSIMA представлен на рис. 53 [350].

Всего за время активной работы COSIMA (в период с 2014 по 2016 гг.) было собрано и проанализировано более 250 образцов частиц космической пыли, получивших свои индивидуальные имена. Каждый из таких образцов содержал не менее 30 отдельных частиц. Типичные масс-спектры положительных вторичных ионов для трёх различных образцов представлены на рис. 54 [350]. Файлы с

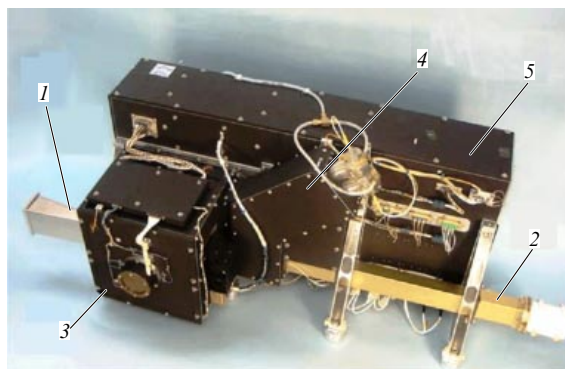


Рис. 53. Внешний вид бортового сканирующего ионного микрозонда COSIMA: 1 — устройство забора кометной пыли, 2 — манипулятор, 3 — аналитическая камера, 4 — двухканальный ЖМИИ с изотопно-чистым ^{115}In , 5 — времяпролётный масс-спектрометр вторичных ионов [350].

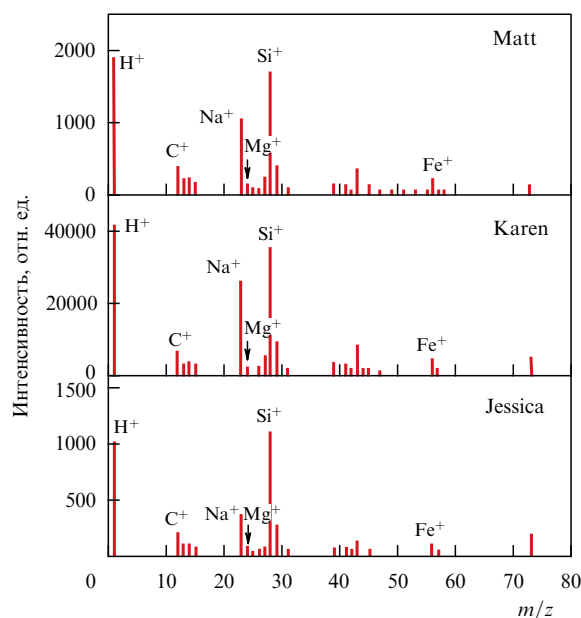


Рис. 54. Типичные масс-спектры положительных вторичных ионов, полученные для трёх различных образцов космической пыли, названия которых указаны в правом верхнем углу каждого спектра [350].

масс-спектрами передавались на Землю, где они обрабатывались с использованием коэффициентов относительной чувствительности для количественной оценки концентрации различных элементов в кометной пыли. Детальную информацию о результатах МСВИ-анализов, проведённых с использованием ионного микрозонда COSIMA в рамках экспедиции ROSETTA, можно найти, например, в работах [349, 350].

6.4.3. ЭГД-источники для электростатических ракетных двигателей (микрострастеров). Разработка ЭГД-источников была изначально ориентирована на их дальнейшее применение в составе миниатюрных электростатических ракетных двигателей, в которых под действием постоянного электрического поля ионы или заряженные капли рабочего вещества разгоняются до больших скоростей, порядка нескольких десятков километров в секунду и быстрее, и создают реактивную силу тяги (thrust) в диапазоне 1–100 мкН. В англоязычной литературе

такие двигатели относят к классу ионных микротрастеров и называют Field Emission Electric Propulsion (FEER) трастерами [351]. Помимо компактности, экономичности и простоты конструкции, основное достоинство FEER-трастеров — это возможность быстрого запуска с плавной и контролируемой регулировкой силы тяги за счёт изменения ускоряющего напряжения.

С конца 1950-х годов в США и СССР велись разработки капиллярных электроспрейных (коллоидных) ионных источников для ионных двигателей. В качестве рабочего вещества (пропеллента) в них использовался глицерин, трибутилфосфат и другие жидкости, проводящие электрический ток. В настоящее время коммерческие электроспрейные микротрастеры выпускает американская фирма BUSEK [352], но в нашей статье из-за ограниченного объёма они не рассматриваются.

В 1960-е годы Крон [40], а затем Сватик и Хендрикс [41] провели эксперименты с ЖМИИС, работающими в капельном режиме со сплавом Ga-In, и показали потенциальную пригодность таких источников для создания реактивной тяги. Однако, сравнивая капельный и чисто ионный режим работы, можно констатировать, что последний является более выгодным с энергетической точки зрения и более экономичным из-за меньшего расхода рабочего вещества, что особенно важно для автономных космических аппаратов, которые трудно или даже невозможно дозаправить в космосе. Кроме того, у острых ЭГД-источников работа в капельном режиме приводит к быстрой деградации вершины острия эмиттера, сокращая тем самым срок их службы.

Прежде чем перейти к обзору современных ЭГД-источников для FEER-трастеров, уточним их основные характеристики, такие как коэффициент использования массы рабочего вещества (mass efficiency) k_{ion} , удельный импульс (specific pulse) I_{sp} и сила тяги (thrust) T .

Коэффициент k_{ion} показывает, какая доля рабочего вещества используется для генерации ионов:

$$k_{\text{ion}} = \frac{\dot{m}_{\text{ion}}}{\dot{m}_{\text{tot}}} = \frac{\dot{m}_{\text{ion}}}{\dot{m}_{\text{ion}} + \dot{m}_{\text{drop}}}, \quad (17)$$

где $\dot{m} = dm/dt$ — скорость расхода рабочего вещества, которая (в зависимости от подстрочного индекса ion, drop или tot) связана только с генерацией ионов, заряженных капель или общего потока соответственно (для чисто ионного режима работы $k_{\text{ion}} = 1$).

Удельный импульс I_{sp} можно вычислить по формуле

$$I_{\text{sp}} = \frac{v_{\text{ion}}}{g_0} k_{\text{ion}} f, \quad (18)$$

где $v_{\text{ion}} = \sqrt{2qU/m}$ — скорость движения иона с массой m и зарядом q при ускоряющем напряжении U , приложенном к эмиттеру относительно заземлённого экстрактора, g_0 — ускорение свободного падения (гравитационная постоянная), f — геометрический фактор, учитывающий потери вследствие расхождения ионного пучка (для трастеров, оснащённых только экстрактором, его величина составляет 0,8–0,85, а при наличии фокусирующего электрода она может достигать 0,98). Удельный импульс имеет размерность времени и измеряется обычно в секундах.

Сила тяги T зависит от удельного импульса и скорости расхода рабочего вещества:

$$T = g_0 \dot{m} I_{\text{sp}}. \quad (19)$$

Важно отметить, что чем больше удельный импульс, тем меньше рабочего вещества Δm требуется для изменения скорости космического аппарата на величину Δv :

$$\Delta m = m_0 \left[1 - \exp \left(- \frac{\Delta v}{g_0 I_{\text{sp}}} \right) \right], \quad (20)$$

где m_0 — исходная масса рабочего вещества.

Формула (20) справедлива для ускорения космического аппарата в открытом космосе (без сопротивления воздуха). Очевидно, что удельный импульс важен при длительных экспедициях, когда запас рабочего вещества на борту космического аппарата ограничен. Вместе с тем, как следует из выражений (18) и (19), высокий удельный импульс ограничивает силу тяги, необходимую для выведения космического аппарата на околоземную орбиту. В этом случае преимущество имеют стартовые двигатели с химическим топливом, которые при сравнительно малом значении удельного импульса способны развивать большую силу тяги.

Основными рабочими веществами, которые используются в современных ЭГД-источниках для FEER-трастеров, являются индий и цезий. Так как эти химические элементы имеют относительно большую атомную массу (In — 114,8 а.е.м. и Cs — 133 а.е.м.) и низкие энергии ионизации (In — 5,78 эВ и Cs — 3,9 эВ), то они могут в чисто ионном режиме обеспечить высокие значения силы тяги при сравнительно небольшом отношении затрачиваемой мощности к силе тяги, причём Cs здесь выглядит предпочтительнее In. Однако цезий, в отличие от индия, токсичен и химически очень активен (бурно окисляется на воздухе), а также находится в жидком состоянии ($T_m \sim 28,4^\circ\text{C}$) в резервуаре источника, что, с одной стороны, позволяет сэкономить мощность на его разогрев и плавление, но, с другой стороны, может вызвать его утечку из резервуара из-за повышенной вибрации, возникающей при старте космического аппарата. Индий надо плавить ($T_m \sim 157^\circ\text{C}$), но он инертен и может длительное время храниться в обычном резервуаре без вакуумной откачки и/или напуска осушенного азота или инертного газа. Поэтому индий больше подходит для FEER-трастеров, чем цезий.

Более 45 лет разработкой индиевых ЖМИИ для космического применения занимаются в австрийских исследовательских центрах и университетах [19, 20]. На базе источников с игольчатыми W-эмиттерами, которые были успешно апробированы в устройствах для нейтрализации потенциала и бортовых МСВИ-приборах, в исследовательском центре FOTEC [353] были разработаны кластерные ионные источники, объединяющие от 4 до 16 отдельных ЖМИИ со стандартными игольчатыми эмиттерами, и ЖМИИ в виде короны с 28 пористыми W-эмиттерами, расположенными по периметру окружности (рис. 55) [20]. Эмиттеры с порами микрометровых размеров и относительной пористостью до 85% прессовались из вольфрамового порошка, спекались в специальной форме и заострялись химическим травлением.

Основная цель, которая ставилась при создании многоэмиттерных ЖМИИ, — увеличение суммарного ионного тока и повышение срока службы источника. Эксперименты показали [20], что при загрузке 15 г индия такие источники могут вырабатывать ионный ток до 3 мА при ускоряющем напряжении в диапазоне 3–18 кВ и сроке

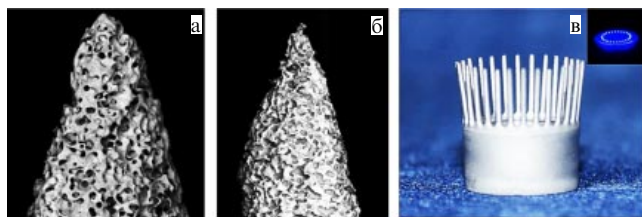


Рис. 55. Вершина пористого вольфрамового эмиттера без индия (а) и смоченная (пропитанная) индием (б); ЖМИИ в виде короны с 28 пористыми эмиттерами (в), на вставке в правом верхнем углу показан работающий источник [20].

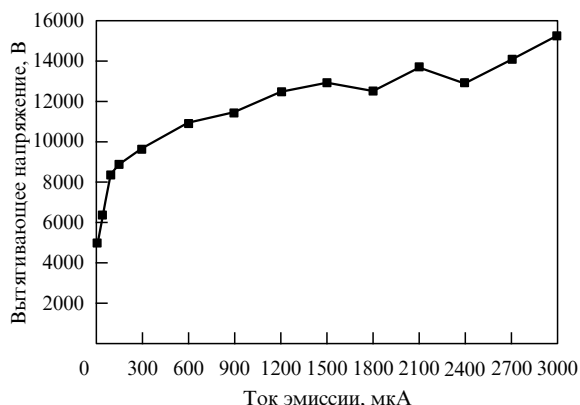


Рис. 56. Вольт-амперная характеристика индиевого ЖМИИ в виде короны с 28 эмиттерами из пористого W [20].

службы до 20 тыс. ч. Вольт-амперная характеристика ЖМИИ в виде короны представлена на рис. 56 [20].

Интерес к микротрастерам значительно возрос после появления спутников в формате CubeSat [354, 355], разработанном в 1999 г. в Калифорнийском политехническом институте (Пасадена, США) и Стэнфордском университете (Пало-Альто, США). Космический аппарат CubeSat представляет собой металлический каркас кубической формы с размерами $10 \times 10 \times 10$ см (1U — базовая ячейка CubeSat), внутри которого может разместиться несколько научных приборов с необходимой радиоэлектронной аппаратурой. Снаружи располагаются солнечные батареи, обеспечивающие спутник энергией в несколько ватт, и выдвижные антенны. Общий вес спутника не превышает 1,33 кг, а срок его службы ориентировочно оценивается в 25 лет. Несколько отдельных спутников могут быть объединены в модульную систему (nU).

Основными пользователями CubeSat являются университеты, исследовательские центры и небольшие коммерческие организации. Пока большинство таких спутников является пассивными объектами, т.е. без двигательных установок. Отметим, что на высоте 600–700 км от поверхности Земли сила сопротивления воздуха составляет примерно 0,15 мкН, поэтому для автономного маневрирования на такой орбите CubeSat должен иметь двигательную установку с силой тяги в несколько десятков микроньютон. В настоящее время проводится интенсивная разработка микротрастеров для коррекции орбит и точной ориентации спутников CubeSat в околоземном пространстве, а в будущем — для их перемещения в открытом космосе, включая полёты на Луну и, возможно, межпланетные экспедиции.

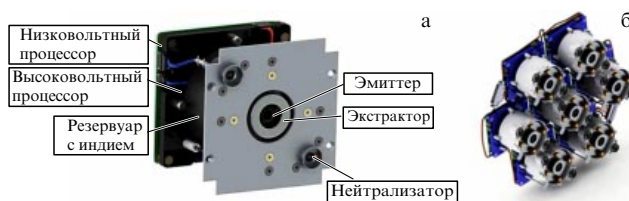


Рис. 57. (а) Коммерческий IFM Nano Thruster, (б) модульный FEER-двигатель, собранный из семи отдельных трастеров [357].

Коммерческие FEER-микротрастеры с индиевыми ЖМИИ в виде короны в настоящее время выпускает австрийская фирма ENPULSION [356]. Внешний вид такого трастера, получившего название IFM Nano Thruster, представлен на рис. 57а, а на рис. 57б показан модульный двигатель, собранный из семи отдельных трастеров [357].

В состав отдельного трастера входят резервуар с рабочим веществом (In), эмиттерный узел (ЖМИИ) в виде короны, экстрактор, нейтрализатор положительного заряда (источник электронов) и два процессора (PPU). Технические характеристики трастера приведены ниже:

- сила тяги 10–500 мкН (номинальное значение 350 мкН);
- удельный импульс $(2–5) \times 10^3$ с;
- запас рабочего вещества (индия) 250 г;
- габаритные размеры $94 \times 90 \times 78$ мм;
- вес 640 г (с рабочим веществом 890 г);
- мощность 8–40 Вт;
- срок службы более 13×10^3 ч.

Часто для микротрастеров указывают ещё полный импульс (Total impulse), показывающий ресурс трастера, т.е. сколько времени он может вырабатывать определённую силу тяги. Для IFM Nano Thruster величина полного импульса превышает 5×10^3 Н с. Отметим, что этот микротрастер стал первым FEER-трастером, который в составе спутника CubeSat на платформе 3U в 2018 г. был введён в эксплуатацию и успешно работал на низкой околоземной орбите (LEO). На начало 2020 г. в космосе побывало уже 25 спутников, оснащённых такими микротрастерами.

На рынке коммерческих FEER-трастеров для спутников CubeSat сейчас доступен галлиевый nanoFEER, разработанный в техническом университете Дрездена [358] и подготовленный к продаже (коммерциализированный) на фирме Morphus Space GmbH [359]. Этот миниатюрный трастер изготовлен по классической схеме с игольчатым W-эмиттером и пористым W-резервуаром, для того чтобы предотвратить возможную утечку жидкого галлия из-за вибраций при старте космического аппарата. Так как Ga имеет почти комнатную температуру плавления ($T_m \sim 30^\circ\text{C}$), то на его разогрев и плавление затрачивается небольшая мощность, порядка 50–150 мВт.

Схематический вид nanoFEER в разрезе и его изображение рядом с монетой в 1 евро представлены на рис. 58. Вольт-амперная характеристика nanoFEER приведена на рис. 59, а его технические характеристики перечислены ниже:

- сила тяги 1–20 мкН (максимальное значение 40 мкН);
- удельный импульс $(3–8,5) \times 10^3$ с;



Рис. 58. (а) Схематическое изображение галлиевого nanoFEEP, (б) его внешний вид рядом с монетой в 1 евро [358].

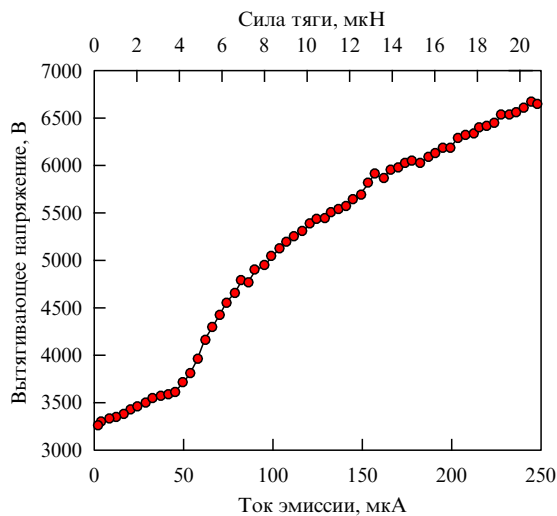


Рис. 59. Вольт-амперная характеристика галлиевого nanoFEEP [359].

- полный импульс до $3,4 \times 10^3$ Н с;
- запас рабочего вещества (галлия) 6,5–13 г;
- габаритные размеры $90 \times 25 \times 43$ мм;
- вес 160 г (без рабочего вещества);
- мощность 0,2–3 Вт.

В силу своих миниатюрных размеров и малого веса nanoFEEP вместе с нейтрализатором заряда и электронным оборудованием может быть установлен на платформе CubeSat 1U. Для модульных спутников (2–3U) предлагается кластерный двигатель multiFEEP, способный развивать силу тяги до 140 мкН при том же удельном и полном импульсе, что и nanoFEEP, но с максимальной мощностью 19 Вт. Запас рабочего вещества составляет 33–125 г, а вес самого двигателя (без рабочего вещества) — 280 г.

FEEP-трастеры с цезием и рубидием в качестве рабочих веществ разрабатывались с 1970-х годов в ESTEC (Нидерланды), а затем на итальянских фирмах CENTROSPAZIO, ALTA и SITAEL при поддержке Европейского космического агентства (ESA). Цезиевый микротрастер FT-150 [360] был создан в рамках проекта ESA Lisa Pathfinder, целью которого было получение предварительной информации о возможности регистрации гравитационных волн с последующей проверкой общей теории относительности в космической обсерватории LISA (Laser Interferometer Space Antenna). Особенностью микротрастера FT-150 было использование протяжённого щелевого эмиттера, в котором формировалось множество точечных конусов Тейлора (до сотни на

миллиметр длины) [79, 361]. Некоторые технические характеристики этого прибора приведены ниже:

- сила тяги 0,1–150 мкН;
- удельный импульс до $4,5 \times 10^3$ с;
- полный импульс более 3×10^3 Н с;
- запас рабочего вещества (цезия) 92 г;
- вес 1410 г (без рабочего вещества);
- мощность 6 Вт.

Микротрастер FT-150, вернее, двигательный модуль, оснащённый четырьмя такими микротрастерами, не принял участия в экспедиции ESA Lisa Pathfinder, стартовавшей в 2015 г. По своим характеристикам, в первую очередь из-за относительно большого веса и химически активного цезия, FT-150 не подходит для спутников CubeSat. В дальнейшем щелевая конструкция эмиттера использовалась для разработки микротрастеров с ионными жидкостями в качестве пропеллентов.

FEEP-трастеры с жидкометаллическими ионными источниками начали разрабатываться более 45 лет назад. Ионные источники с ионными жидкостями, о которых шла речь в разделе 5, тоже подходят для двигательных установок спутников CubeSat. Разработка ИИИЖ для этих целей началась сравнительно недавно, и коммерческих микротрастеров с ионными жидкостями пока нет на рынке космического оборудования. Однако уже созданы и испытаны (пока в наземных условиях) экспериментальные образцы и прототипы. Подробную информацию об их конструкции и характеристиках можно найти в обзоре [25] и оригинальных работах [362–367].

Заканчивая раздел, посвящённый ЭГД-источникам для микротрастеров, отметим, что одна из основных проблем, которую надо будет решить при широком использовании таких источников на спутниках в околоземном пространстве и в длительных космических экспедициях, — это загрязнение поверхности космического аппарата "шлейфом" из эмитированных ионов и продуктов распыления элементов и узлов самих трастеров ионными пучками. Для трастеров с жидкими металлами и сплавами эта проблема выглядит более существенной, чем для источников с ионными жидкостями. В обоих случаях необходима оптимизация систем выброса ионного пучка за пределы космического аппарата и использование в этих системах материалов с низкими значениями коэффициентов распыления.

7. Заключение, перспективы развития

В нашей статье мы постарались затронуть основные этапы развития и совершенствования электрогидродинамических источников ионов, осветить их конструктивные и аппаратные особенности, проанализировать физические принципы, лежащие в основе их работы, показать современные области применения этих источников, сделав акцент на их уникальных возможностях, выделяющих ЭГД-источники среди других типов ионных источников.

Считается, что любой современный аналитический прибор в процессе своей разработки и внедрения в различные сферы человеческой деятельности проходит несколько основных этапов, таких как: 1) формулировка научных принципов, лежащих в основе его работы, 2) экспериментальная проверка и создание прототипа, 3) создание серийного прибора, 4) более глубокое исследование механизмов работы и на основе этого совершен-

ствование прибора и методик его использования, 5) коммерциализация (выпуск приборов на рынок), 6) расширение и углубление областей применения, наконец, 7) рутинизация (стандартизация разработки). Если придерживаться этой схемы, то ЭГД-источники находятся на седьмой стадии, но это совсем не означает, что их потенциал уже исчерпан. Появление всё более новых и эффективных ЖМИИС, разработка источников с низкотемпературными ионными жидкостями (с "жидкой плазмой"), успешное освоение космического пространства с ФЕЕР-микрострастерами и многое другое показывает, что процесс развития ЭГД далёк от завершения.

К нашему сожалению, ЭГД-источники ионов, относящиеся к классу высокотехнологичного и инновационного оборудования, в настоящее время практически не разрабатываются и не производятся в России, хотя в СССР имелся успешный опыт их создания. Поэтому одной из основных задач нашего обзора было стремление привлечь внимание и, по возможности, возродить интерес российских исследователей к разработке и применению этих источников в микро- и нанотехнологиях, в космических исследованиях, для решения фундаментальных и прикладных задач.

В заключение отметим, что разработка ЭГД-эмиттеров привела к созданию принципиально нового метода генерации ионных пучков с высокой яркостью. Этот метод, наряду с поверхностно-плазменным методом получения пучков отрицательных ионов [368–370], ЭЦР-генерацией многозарядных ионов [371] и электронно-лучевым методом получения многозарядных ионов [372], составляет основу новой техники получения ионных пучков, разработанной за последние 50 лет.

Благодарности. Благодарим А. Мельникова, Л. Бишофа (L. Bischoff), В. Пильца (W. Pilz), Л. Бруххауса (L. Bruchhaus), Ж. Гиерака (J. Gierak), Р. Едэ (R. Jede), А.Л. Шабалина и Д.В. Ковалевского за плодотворное сотрудничество в разработке ЭГД-эмиттеров и систем на их основе, а также Е.Я. Черняка за предоставление своих публикаций и полезное обсуждение нашей работы. Один из соавторов (А.Б. Толстогузов) выражает благодарность Министерству науки и высшего образования РФ за частичную финансовую поддержку в рамках государственного задания (FSSN-2020-0003).

Список литературы

- Bruchhaus L et al. *Appl. Phys. Rev.* **4** 011302 (2017)
- Bischoff L et al. *Appl. Phys. Rev.* **3** 021101 (2016)
- Gierak J et al. *J. Vac. Sci. Technol. B* **36** 06J101 (2018)
- Bassim N, Notte J "Focused ion beam instruments", in *Materials Characterization* (ASM Handbook, Vol. 10) (Materials Park, OH: ASM Intern., 2019) p. 635
- Machalett F, Seidel P "Focused ion beams and some selected applications", in digital *Encyclopedia of Applied Physics* (New York: Wiley-VCH Verlag, 2019)
- Жакин А И *УФН* **183** 153 (2013); Zhakin A I *Phys. Usp.* **56** 141 (2013)
- Utke I, Moshkalev S, Russell P (Eds) *Nanofabrication Using Focused Ion and Electron Beams: Principles and Applications* (Oxford: Oxford Univ. Press, 2012)
- Giannuzzi L A, Stevie F A (Eds) *Introduction to Focused Ion Beams. Instrumentation, Theory, Techniques and Practice* (New York: Springer-Verlag, 2005)
- Bassim N, Scott K, Giannuzzi L A *MRS Bull.* **39** 317 (2014)
- Габович М Д *УФН* **140** 137 (1983); Gabovich M D *Sov. Phys. Usp.* **26** 447 (1983)
- Ruedenauer F G, in *Secondary Ion Mass Spectrometry SIMS IV. Proc. of the Fourth Intern. Conf., Osaka, Japan, November 13–19, 1983* (Springer Series in Chemical Physics, Vol. 36, Eds A Benninhoven et al.) (Berlin: Springer-Verlag, 1984) p. 133
- Wuchner A, Ruedenauer F G, Werner H W *Secondary Ion Mass Spectrometry. Basic Concepts, Instrumental Aspects, Applications, and Trends* (New York: J. Wiley, 1987)
- Wilson R G, Stevie F A, Magee C W *Secondary Ion Mass Spectrometry: a Practical Handbook for Profiling and Bulk Impurity Analysis* (New York: Wiley, 1989)
- Черепин В Т *Ионный микрозондовый анализ* (Киев: Наукова думка, 1992)
- Oechsner H *Int. J. Mass Spectrom. Ion Proces.* **143** 271 (1995)
- Berthold W, Wucher A *Surf. Interface Anal.* **23** 393 (1995)
- Wucher A "Laser post-ionization — fundamentals", in *ToF-SIMS: Materials Analysis by Mass Spectrometry* (IM Publ. and Surface Spectra, Eds J C Vickerman, D Briggs) 2nd ed. (Manchester: IM Publications LLP, 2013)
- Батурин В А, Еремин С А *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования* (7) 87 (2008)
- Ruedenauer F G *Surf. Interface Anal.* **39** 116 (2007)
- Tajmar M et al. *Ultramicroscopy* **109** 442 (2009)
- Müller E W *Science* **149** 591 (1965)
- Hlawacek G, Göltzhäuser A (Eds) *Helium Ion Microscopy* (Cham: Springer Intern. Publ., 2016)
- Lozano P, Martínez-Sánchez M J. *Colloid Interface Sci.* **282** 415 (2005)
- Welton T *Chem. Rev.* **99** 2071 (1999)
- Толстогузов А Б и др. *ИТЭ* (1) 5 (2015); Tolstogousov A B et al. *Instrum. Exp. Tech.* **58** 1 (2015)
- Prewett P D, Mair G L R *Focused Ion Beams from Liquid Metal Ion Sources* (Taunton: Research Studies Press, 1991)
- Forbes R G, Mair G L R, in *Handbook of Charged Particle Optics* (Ed. J Orloff) 2nd ed. (Boca Raton, FL: CRC Press. Taylor and Francis, 2009) p. 29
- Orloff J, Utlaut M, Swanson L *High Resolution Focused Ion Beams: FIB and Its Applications: the Physics of Liquid Metal Ion Sources and Ion Optics and their Application to Focused Ion Beam Technology* (New York: Kluwer Acad. Plenum Publ., 2003)
- Wolf B (Ed.) *Handbook of Ion Sources* (Boca Raton, FL: CRC Press, 1995)
- Zhang H *Ion Sources* (New York: Science Press. Springer, 1999)
- Brown I G *The Physics and Technology of Ion Sources* (New York: Wiley, 1989); Пер. на русск. яз.: Браун Я (Ред.) *Физика и технология источников ионов* (М.: Мир, 1998)
- Mackenzie R A D, Smith G D W *Nanotechnology* **1** 163 (1990)
- Gilbert W *De Magnete* (Transl. P F Mottelay) Facsimile (New York: Dover Publ., 1958)
- Gray S *Philos. Trans. R. Soc. Lond.* **37** 227 (1732); *Philos. Trans. R. Soc. Lond.* **37** 260 (1732)
- Rayleigh Lord *Proc. R. Soc. Lond.* **29** 71 (1879)
- Zeleny J *Phys. Rev.* **3** 69 (1914)
- Zeleny J *Phys. Rev.* **10** 1 (1917)
- Zeleny J *J. Franklin Inst.* **219** 659 (1935)
- Müller E W *Z. Phys.* **131** 136 (1951)
- Krohn V E *Prog. Astronaut. Rocketry* **5** 73 (1961)
- Swatik D S, Hendricks C D *Am. Inst. Aeronautics Astronautics J.* **6** 1596 (1968); Сватик Д С, Хендрикс К Д *Ракетная техника и космонавтика* **6** (8) 195 (1968)
- Mahoney J F et al. *J. Appl. Phys.* **40** 5101 (1969)
- Gomer R *Field Emission and Field Ionization* (Harvard Monographs in Applied Science, No. 9) (Cambridge, MA: Harvard Univ. Press, 1961) p. 134
- Taylor G I *Proc. R. Soc. Lond. A* **280** 383 (1964)
- Krohn V E, Ringo G R *Appl. Phys. Lett.* **27** 479 (1975)
- Krohn V E, Ringo G R *Int. J. Mass. Spectrom. Ion Phys.* **22** 307 (1976)
- Clampitt R, Aitken K L, Jeffries D K *J. Vac. Sci. Technol.* **12** 1208 (1975)
- Seliger R L et al. *Appl. Phys. Lett.* **34** 310 (1979)
- Venkatesan T, Wagner A, Barr D *Appl. Phys. Lett* **38** 943 (1981)
- Дудников В Г, Шабалин А Л "Электрогидродинамические эмиттеры ионных пучков", Препринт 90-31 (Новосибирск: Институт ядерной физики СО РАН, 1990);

- https://inis.iaea.org/collection/NCLCollectionStore/_Public/22/057/22057152.pdf?r=1&r=1
51. Дудников В Г, Шабалин А Л *Прикладная механика и техническая физика* (2) 3 (1990)
 52. Belchenko Y I et al. *Rev. Sci. Instrum.* **61** 378 (1990)
 53. Dudnikov V G, Shabalin A L *Rev. Sci. Instrum.* **63** 2460 (1992)
 54. Дудников В Г, Шабалин А Л *Письма в ЖТФ* **11** 808 (1985)
 55. Dudnikov V, arXiv:2003.07354
 56. Bell A E et al. *Int. J. Mass Spectrom. Ion Proc.* **88** 59 (1989)
 57. Panitz J A, Pregonzer A L, Gerber R A *J. Vac. Sci. Technol. A* **7** 64 (1989)
 58. Алякринская Н В и др. *Письма в ЖТФ* **16** (19) 83 (1990)
 59. Dudnikov V G *Rev. Sci. Instrum.* **67** 915 (1996)
 60. Милованов Р А, Ерофеева Е В *Нано- и микросистемная техника* (11) 20 (2015)
 61. Zorzos A N, Lozano P C *J. Vac. Sci. Technol. B* **26** 2097 (2008)
 62. Smith N S, Notte J A, Steele A V *MRS Bull.* **39** 329 (2014)
 63. Delobbe A, Salord O, Sudraud P, "i-FIB. The ECR-FIB", in *The European Focused Ion Beam Users Group, EFUG, Annual Meeting, October 3, 2011, Bordeaux, France*; http://efug.imec.be/EFUG2011_08_Delobbe.pdf
 64. Smith N et al. *Microscopy Today* **17** (5) 18 (2009)
 65. Malherbe J et al. *Anal. Chem.* **88** 7130 (2016)
 66. Viteau M et al. *Ultramicroscopy* **164** 70 (2016)
 67. Knuffman B, Steele A V, McClelland J J *J. Appl. Phys.* **114** 044303 (2013)
 68. Xu X et al. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B* **404** 52 (2017)
 69. Xu X et al. *Microelectron. Eng.* **174** 20 (2017)
 70. Жуков В А, Калбитцер З *Микроэлектроника* **40** (1) 21 (2011)
 71. Gierak J, Septier A, Vieu C *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A* **427** 91 (1999)
 72. Orloff J (Ed.) *Handbook of Charged Particle Optics* (Boca Raton, FL: CRC Press, 1997)
 73. Reiser M *Theory and Design of Charged Particle Beams* 2nd ed. (Weinheim: Wiley-VCH, 2008)
 74. Pöpel C "Charakterisierung einer neuartigen Ionenstrahlsäule mit Geschwindigkeitsfilter (ExB) für Legierungsfilamente", Master-Thesis (Bochum: Ruhr-Univ. Bochum, 2013)
 75. Соловьев А В, Толстогузов А Б *ЖТФ* **57** 953 (1987); Solov'ev A V, Tolstoguzov A B *Sov. Phys. Tech. Phys.* **32** 580 (1987)
 76. Klingner N et al. *Bellstein J. Nanotechnol.* **11** 1742 (2020)
 77. Guilet S et al. *Microelectron. Eng.* **88** 1968 (2011)
 78. Mitterauer J *IEEE Trans. Plasma Sci.* **15** 593 (1987)
 79. Marcuccio S, Giusti N, Tolstoguzov A, in *Proc. of the 31st Intern. Electric Propulsion Conf. IEPC-2009, Sept. 20–24, 2009* (Ann Arbor, MI: Univ. of Michigan, 2009) p. 180
 80. Hren J J, Ranganathan S (Eds) *Field-Ion Microscopy* (New York: Plenum Press, 1968); Пер. на русск. яз.: Рен Дж, Ранганатан С (Ред.) *Автоионная микроскопия* (М.: Мир, 1971)
 81. Forbes R G *Surf. Sci.* **61** 221 (1976)
 82. Tsong T T *Atom-Probe Field Ion Microscopy* (Cambridge: Cambridge Univ. Press, 1990)
 83. Swanson L M, Schwind G A, Bell A E *J. Appl. Phys.* **51** 3453 (1980)
 84. Ching M et al. *J. Vac. Sci. Technol. B* **5** 1628 (1987)
 85. Schottky W *Phys. Z.* **15** 872 (1914)
 86. Kingham D R, Swanson L W *Appl. Phys. A* **34** 123 (1984)
 87. Kingham D R, Swanson L W *Appl. Phys. A* **41** 157 (1986)
 88. Владимиров В В, Горшков В Н *ДАН СССР* **297** 1107 (1987)
 89. Бадан В Е, Гасанов И С *Письма в ЖТФ* **15** (18) 49 (1989)
 90. Сихарулидзе Г Г, Бурмий Ж П *Высококачественные вещества* (2) 171 (1987)
 91. Дудников В Г, Шабалин А Л *ЖТФ* **55** 776 (1985)
 92. Дудников В Г, Шабалин А Л *ЖТФ* **57** 185 (1987)
 93. Kingham D R *Surf. Sci.* **116** 273 (1982)
 94. Ganetsos Th et al. *Surf. Interface Analysis* **39** 128 (2007)
 95. Mair G L R *J. Phys. D* **33** L86 (2000)
 96. Venkatesan T et al. *Appl. Phys. Lett.* **39** 9 (1981)
 97. Swanson L W, Bell A E, in *The Physics and Technology of Ion Sources* (Ed. I G Brown) (New York: Wiley, 1989) p. 313
 98. Суонсон Л, Белл А *Жидкометаллические ионные источники; Физика и технология ионных источников* (Под ред. Я Брауна) (М.: Мир, 1998) с. 339
 99. Hornsey R I, Marriott P *J. Phys. D* **22** 699 (1989)
 100. Fano U, Fano L *Physics of Atoms and Molecules; an Introduction to the Structure of Matter* (Chicago, IL: Univ. of Chicago Press, 1972); Пер. на русск. яз.: Фано У, Фано Л *Физика атомов и молекул* (М.: Наука, 1980)
 101. Григорьев А И *Письма в ЖТФ* **27** (7) 89 (2001); Grigor'ev A I *Tech. Phys. Lett.* **27** 305 (2001)
 102. Ширяева С О, Григорьев А И, Морозов В В *ЖТФ* **73** (7) 21 (2003); Shiryayeva S O, Grigor'ev A I, Morozov V V *Tech. Phys.* **48** 822 (2003)
 103. Dole M et al. *J. Chem. Phys.* **49** 2240 (1968)
 104. Hagena O F, Obert W *J. Chem. Phys.* **56** 1793 (1972)
 105. De la Mora J F, Loscertales I G *J. Fluid Mech.* **260** 155 (1994)
 106. Losano P *J. Phys. D* **39** 126 (2006)
 107. Coffman C S, Martinez-Sánchez M, Lozano P C *Phys. Rev. E* **99** 063108 (2019)
 108. Bischoff L et al. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B* **161–163** 1128 (2000)
 109. Forbes R G *Vacuum* **48** 85 (1997)
 110. Forbes R G, Ljepojevic N N *Surf. Sci.* **266** 170 (1992)
 111. Swanson L W *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res.* **218** 347 (1983)
 112. Gierak J, Jede R, Hawkes P, in *Nanofabrication Handbook* (Eds S Cabrini, S Kawata) (Boca Raton, FL: CRC Press, 2012) Ch. 3, p. 41
 113. Sudraud P, Colliex C, Van der Walle J J *Physics* **40** 207 (1979)
 114. Driesel W, Dietzsch C *Appl. Surf. Sci.* **93** 179 (1996)
 115. Driesel W et al. *J. Vac. Sci. Technol. B* **14** 1621 (1996)
 116. Driesel W, Dietzsch C, Möser M *J. Phys. D* **29** 2492 (1996)
 117. Hesse E et al. *Jpn. J. Appl. Phys.* **35** 5564 (1996)
 118. Бондаренко Г Г, Кабанова Т А, Рыбалко В В *Основы материаловедения* (Под ред. Г Г Бондаренко) (М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2018) с. 95
 119. Лякишев Н П *Диаграммы состояния двойных металлических систем* Справочник в 3 т. (М.: Машиностроение, 1996)
 120. Landolt-Boernstein, in Madelung O (Ed.) *Group IV, Phase Equilibria, Crystallographic and Thermodynamic Data of Binary Alloys* (Berlin: Springer, 1995)
 121. Massalski T B (Ed.) *Binary Alloy Phase Diagrams* (Materials Park, OH: ASM Intern., 1990)
 122. Honig R E, Kramer D A *RCR Rev.* **30** 285 (1969)
 123. Alcock C B, Itkin V P, Horrigan M K *Can. Metallurg. Quarterly* **23** 309 (1984)
 124. Vapor Pressure Calculator, https://www.iap.tuwien.ac.at/www/surface/vapor_pressure
 125. Григорьев И С, Мейлихов Е З (Ред.) *Физические величины. Справочник* (М.: Энергоатомиздат, 1991); Пер. на англ. яз.: Grigoriev I S, Meilikhov E Z (Eds) *Handbook of Physical Quantities* (Boca Raton, FL: CRC Press, 1997)
 126. Белашенко Д К *УФН* **183** 1281 (2013); Belashchenko D K *Phys. Usp.* **56** 1176 (2013)
 127. Bell A E, Swanson L W *Appl. Phys. A* **41** 335 (1986)
 128. Mair G L R et al. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B* **217** 347 (2004)
 129. Mair G L R, Thoms S J *J. Phys. D* **22** 975 (1989)
 130. Tegart W J *The Electrolytic and Chemical Polishing of Metals* (Oxford: Pergamon Press, 1959) p. 140
 131. Mazarov P et al., in *MRS Fall Meeting 2019, Boston, USA*
 132. Ishikawa J, Takagi T *J. Appl. Phys.* **56** 3050 (1984)
 133. Vasiljevich I et al., in *The 32nd Intern. Electric Propulsion Conf., Wiesbaden, Germany, 2011*
 134. Pilz W et al. *Rev. Sci. Instrum.* **88** 123302 (2017)
 135. Дерягин Б В, Чураев Н В *Смачивающие пленки* (М.: Наука, 1984)
 136. Wieck A D "Ionensorten", <http://www.rub.de/afp/>
 137. Kukharchyk N et al. *Appl. Phys. A* **122** 1072 (2016)
 138. Wortmann M et al. *Rev. Sci. Instrum.* **84** 093305 (2013)
 139. Barr D L *J. Vac. Sci. Technol. B* **5** 184 (1987)
 140. Rao S et al. *J. Vac. Sci. Technol. B* **7** 1787 (1989)
 141. Викулова И В и др. *Электронная промышленность* (10) 39 (1990)
 142. Жарков В В, Паршин Г Д, Черняк Е Я *ИТЭ* (1) 232 (1989)
 143. Belykh S F et al. *Surf. Coatings Technol.* **53** 289 (1992)
 144. Mazarov P et al. *Appl. Surf. Sci.* **254** 7401 (2008)
 145. Bischoff L, Pilz W, Mazarov P, Wieck A D *Appl. Phys. A* **99** 145 (2010)
 146. Kollmer F *Appl. Surf. Sci.* **231–232** 153 (2004)
 147. Wagner A *J. Vac. Sci. Technol.* **16** 1871 (1979)
 148. Gierak J et al. *Microelectron. Eng.* **87** 1386 (2010)

149. Ishitani T, Umemura K, Kawanami Y *J. Vac. Sci. Technol. B* **6** 931 (1988)
150. Дудников В Г, Шабалин А Л *ЛТЭ* (5) 149 (1986)
151. Шабалин А Л "Электрогидродинамические источники ионных пучков", Дисс. ... канд. физ.-мат. наук (Новосибирск: ИЯФ СО АН СССР, 1989)
152. Van de Walle J, Tarento R J, Joyes P Z. *Phys. D* **20** 17 (1991)
153. Kreissig U *J. Phys. D* **23** 959 (1990)
154. Mair G L R et al. *Appl. Phys. A* **81** 385 (2005)
155. Bischoff L et al. *Ultramicroscopy* **100** 1 (2004)
156. Aidinis C J et al. *Microelectron. Eng.* **73–74** 116 (2004)
157. Higuchi-Rusli R *Rev. Sci. Instrum.* **67** 3501 (1996)
158. Bischoff L et al. *J. Phys. Conf. Ser.* **10** 214 (2005)
159. Georgieva S et al. *Vacuum* **51** (2) 99 (1998)
160. Shpyrko O G et al. *Science* **313** 77 (2006)
161. Mazarov P et al. *J. Vac. Sci. Technol. B* **27** (6) L47 (2009)
162. Березовская В В, Ишина Е А, Озерец Н Н *Диаграммы состояния тройных систем* (М.: Флинта, 2017)
163. Melnikov A et al. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B* **195** 422 (2002)
164. Mazarov P et al. "Light and heavy ions from new non-classical liquid metal alloy ion sources for advanced nanofabrication", in *AVS 66th Intern. Symp. and Exhibition, Columbus, Ohio, October 20–25, 2019*
165. Bischoff L, Akhmadaliev Ch *J. Phys. D* **41** 052001 (2008)
166. Pilz W et al. *J. Vac. Sci. Technol. B* **37** 021802 (2019)
167. A Simple Sputter Yield Calculator, <https://www.iap.tuwien.ac.at/www/surface/sputteryield>
168. Ziegler J F, Biersack J P, Littmark U *The Stopping and Range of Ions in Solids* (New York: Pergamon Press, 1985) and version SRIM-2012.03; <http://www.srim.com>
169. Bischoff L et al. *J. Vac. Sci. Technol. B* **38** 042801 (2020)
170. Дудников В Г, Шабалин А Л, в сб. *Физика кластеров* (Под ред. А А Вострикова, А К Реброва) (Новосибирск: Институт теплофизики СО АН СССР, 1987) с. 23
171. Knapp W, Bischoff L, Teichert J *Appl. Surf. Sci.* **146** 134 (1999)
172. Thorn A et al. *Rev. Sci. Instrum.* **83** 02A511 (2012)
173. Swanson L W, Schwind G A *J. Appl. Phys.* **49** 5655 (1978)
174. Chen L W, Wang Y L *Appl. Phys. Lett.* **72** 389 (1998)
175. Rao K A et al. *J. Vac. Sci. Technol. B* **7** 1793 (1989)
176. Hata K et al. *J. Physique C* **6** 49 125 (1988)
177. Hata K et al. *J. Phys. Colloques* **48** C6-177 (1987)
178. Sheu B L, Wang Y L *Appl. Phys. Lett.* **80** 1480 (2002)
179. Mair G L R *J. Phys. D* **17** 2323 (1984)
180. Mair G L R *Vacuum* **36** 847 (1986)
181. Mair G L R *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B* **43** 240 (1989)
182. Vladimirov V V et al. *J. Vac. Sci. Technol. B* **9** 2582 (1991)
183. Forbes R G *J. Aerosol Sci.* **31** (1) 97 (2000)
184. Thompson S, Prewett D *J. Phys. D* **17** 2305 (1984)
185. Akhmadaliev Ch et al. *Microelectron. Eng.* **73–74** 120 (2004)
186. Шикин В Б *УФН* **181** 1241 (2011); Shikin V B *Phys. Usp.* **54** 1203 (2011)
187. Владимиров В В, Горшков В Н *ДАН СССР* **297** 1107 (1987)
188. Габович М Д, Гасанов И С, Проценко И М *ЖТФ* **58** 2367 (1988)
189. Шабалин А Л *Письма в ЖТФ* **15** (6) 27 (1989)
190. Коваленко В П, Шабалин А Л *Письма в ЖТФ* **15** (6) 62 (1989)
191. Beckman J C et al. *J. Vac. Sci. Technol. B* **15** 2332 (1997)
192. Alton G D, Read P M *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B* **54** 7 (1991)
193. Hagen C W, Fokkema E, Kruit P *J. Vac. Sci. Technol. B* **26** 2091 (2008)
194. Orloff J, Swanson L W *J. Vac. Sci. Technol.* **19** 1149 (1981)
195. Schwind G A, Swanson L W *J. Vac. Sci. Technol. B* **25** 2586 (2007)
196. Ward J W *J. Vac. Sci. Technol. B* **3** 207 (1985)
197. Georgieva S, Vichev R G, Drandarov N *Vacuum* **44** 1109 (1993)
198. Kamura M et al. *Appl. Phys. Lett.* **42** 908 (1983)
199. Knauer W *Optik* **59** 335 (1981)
200. Miyauchi E et al. *Jpn. J. Appl. Phys.* **26** L145 (1987)
201. Ishitani T, Kawanami Y, Shuhuri S *Jpn. J. Appl. Phys.* **26** 1777 (1987)
202. Kubena R L, Ward J W *Appl. Phys. Lett.* **51** 1960 (1987)
203. Ward J W, Utlaut M W, Kubena R L *J. Vac. Sci. Technol. B* **5** 169 (1987)
204. Ward J W, Kubena R L, Utlaut M W *J. Vac. Sci. Technol. B* **6** 2090 (1988)
205. Komuro M *Appl. Phys. Lett.* **52** 75 (1988)
206. Ishitani T et al. *Appl. Phys. A* **44** 233 (1987)
207. *Advanced Focused Ion Beam Nanofabrication Capabilities of the NanoFIBTWO Source and Column Technology*, White Paper, Raith, 2014
208. Knauer W *J. Vac. Sci. Technol.* **16** 1676 (1979)
209. Mair G L R, Mulvey T, Forbes R G *J. Physique C* **9** 179 (1984)
210. Sudraud P, Colliex C, van de Walle J J. *Physique* **40** L207 (1979)
211. Дудников В Г, Шабалин А Л *ЖТФ* **60** (4) 131 (1990)
212. Beckman J C et al. *J. Vac. Sci. Technol. B* **14** 3911 (1996)
213. Sakurai T, Culbertson R J, Robertson G H *Appl. Phys. Lett.* **34** 11 (1979)
214. Kim Y G et al. *J. Phys. D* **31** 3463 (1998)
215. Bischoff L et al. *Microelectron. Eng.* **53** 613 (2000)
216. Hornsey R *Appl. Phys. A* **49** 697 (1989)
217. Aidinis C et al. *J. Phys. D* **34** L14 (2001)
218. Bischoff L *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B* **266** 1846 (2008)
219. Marriott P *Appl. Phys. A* **44** 329 (1987)
220. Ishitani T, Umemura K, Kawanami Y *J. Appl. Phys.* **61** 748 (1987)
221. Yang P et al. *J. Chem. Phys.* **135** 034502 (2011)
222. Bundaleski N et al. *Int. J. Mass Spectrom.* **353** 19 (2013)
223. Zhang S et al. *Ionic Liquids. Physicochemical Properties* (Amsterdam: Elsevier, 2009)
224. Perez-Martinez C et al. *Microelectron. Eng.* **88** 2088 (2011)
225. Larriba C et al. *J. Appl. Phys.* **101** 084303 (2007)
226. Losano P, Martínez-Sánchez M *J. Colloid Interface Sci.* **280** (1) 149 (2004)
227. Brikner N, Losano P *Appl. Phys. Lett.* **101** 193504 (2012)
228. Takeuchi M et al. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B* **315** 234 (2013)
229. Takaoka G H et al. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B* **315** 257 (2013)
230. Takeuchi M et al. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B* **315** 345 (2013)
231. Perez-Martinez C S, Lozano P C *Appl. Phys. Lett.* **107** 043501 (2015)
232. Xu T, Tao Z, Lozano P C *J. Vac. Sci. Technol. B* **36** 052601 (2018)
233. Fujiwara Y et al. *J. Appl. Phys.* **111** 064901 (2012)
234. Fujiwara Y et al. *Surf. Interface Anal.* **45** 517 (2013)
235. Fujiwara Y, Saito N *Rapid Com. Mass Spectrom.* **31** 1859 (2017)
236. Perez-Martinez C et al. *J. Vac. Sci. Technol. B* **28** (3) L25 (2010)
237. Bischoff L *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B* **266** 1846 (2008)
238. Черепин В Т *Ионный зонд* (Киев: Наукова думка, 1981)
239. Bruchhaus L "An ion beam complement to electron beam writers", Dissertation, Lehrstuhl Experimentelle Physik I (Dortmund: Tech. Univ. Dortmund, 2012)
240. Bischoff L et al. "Nanostructures by mass-separated FIB", in *FIB Nanostructures* (Lecture Notes on Nanoscale Science and Technology, Vol. 20, Ed. Z Wang) (Berlin: Springer, 2013)
241. Bischoff L, Mair G L R *Recent Res. Developments Appl. Phys.* **6** 123 (2003)
242. Gierak J *Nanofabrication* **1** 35 (2014)
243. Sloyan K, Melkonyan H, Dahlem M S *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* **107** 4469 (2020)
244. Baglin J E E *Appl. Phys. Rev.* **7** 011601 (2020)
245. Mühle R *Rev. Sci. Instrum.* **63** 3040 (1992)
246. Joshi-Imre A, Bauerdick S *J. Nanotechnology* **2014** ID170415 (2014)
247. Bauerdick S et al. *J. Vac. Sci. Technol. B* **31** 06F404 (2013)
248. Nadzeyka A et al. *Microelectron. Eng.* **98** 198 (2012)
249. Wanzenboeck H D, Waid S "Focused ion beam lithography", in *Recent Advances in Nanofabrication Techniques and Applications* (Ed. B Cui) (Rijeka: InTech, 2011)
250. Bauerdick S *Microscopy Analysis* (January/February) 11–13 (2018)
251. Yao N, Epstein A K, in *Microscopy: Science, Technology, Applications and Education* (Badajoz: Formatex Research Center, 2010) p. 2190
252. Stanishevsky A V "Focused ion beam nanofabrication", in *Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology* Vol. 3 (Ed. H S Nalwa) (Stevenson Ranch, CA: American Scientific Publ., 2004) p. 469
253. Watt F et al. *Int. J. Nanosci.* **4** 269 (2005)
254. Matsui S et al. *J. Vac. Sci. Technol. B* **9** 2622 (1991)
255. Bischoff L *Ultramicroscopy* **103** 59 (2005)
256. Melngailis J *J. Vac. Sci. Technol. B* **5** 469 (1987)
257. Tseng A A *Nanolithography* **6** 594 (2005)
258. Евстратов А А и др. *Науч. тех. вестн. СПбУ Инф. тех. мех. онм.* (4) 59 (2010)
259. Gierak J *Semicond. Sci. Technol.* **24** 043001 (2009)
260. Gierak J et al. *Ultramicroscopy* **109** 457 (2009)
261. Seniutinas G et al. *Nanofabrication* **2** 54 (2015)

262. RAITH. Nanofabrication, <https://www.raith.com/>
263. Йеде Р *Наноиндустрия* (2) 8 (2012)
264. VELION: FIB-SEM where FIB truly comes first. *FIB and SEM for Nanofabrication, Nanoengineering and Inspection*, Technical Notes, Raith (2019)
265. Mazarov P *Lithography Meets FIB: Gallium Free Focused Ion Beam Nanofabrication*, FIB Workshop Zurich, 23.06.2014
266. Chen Y et al. *Nano Lett.* **16** 3253 (2016)
267. Nadzeyka A et al. *FIB Based Sketch and Peel with Various Ion Species for Fast and Precise Patterning of Large Structures*, EIPBN Conference (2018)
268. Levi-Setti R, Fox T R *Nucl. Instrum. Meth.* **168** 139 (1980)
269. Yao N, Wang Z L (Eds) *Handbook of Microscopy for Nanotechnology* (Dordrecht: Kluwer Acad. Publ., 2005)
270. Яо Н, Ван Ч Л (Ред.) *Справочник по микроскопии для нанотехнологии* (М.: Научный мир, 2011)
271. Volkert M A, Minor A M *MRS Bull.* **32** 389 (2007)
272. Phaneuf M W *Micron* **30** 277 (1999)
273. Nastasi M, Mayer J, Hirvonen J *Ion-Solid Interactions: Fundamentals and Applications* (Cambridge Solid State Science Series) (Cambridge: Cambridge Univ. Press, 1996)
274. Nastasi M, Mayer J W *Ion Implantation and Synthesis of Materials* (Berlin: Springer-Verlag, 2006)
275. Utke I, Hoffmann P, Melngailis J J. *Vac. Sci. Technol. B* **26** 1197 (2008)
276. Giannuzzi L A, Stevieb F A *Micron* **30** 197 (1999)
277. Mayer J et al. *MRS Bull.* **32** 400 (2007)
278. Langford E M, Rogers M *Micron* **39** 1325 (2008)
279. Кузнецова М А, Лучинин В В, Савенко А Ю *Изв. СПбГЭТУ "ЛЭТИ". Сер. Физика твёрдого тела и электроника* (2) 28 (2006)
280. Pezzagna S et al. *Small* **6** 2117 (2010)
281. Lesik M et al. *Phys. Status Solidi A* **210** 2055 (2013)
282. Kunstmann T et al. *Rev. Sci. Instrum.* **77** 086105 (2006)
283. Коноплев Б Г и др. *Микроэлектроника* **41** 47 (2012)
284. Толстогузов А Б *Масс-спектрометрия* **6** 280 (2009); Tolstoguzov A B *J. Anal. Chem.* **65** 1311 (2010)
285. Miyaki T et al. *Cell Tissue Res.* **379** 245 (2020)
286. Nastasi M, Mayer J W *Mater. Sci. Eng.* **12** (1) 1 (1994)
287. Rangelow I W et al. *J. Vac. Sci. Technol. B* **36** (6) 06J102 (2018)
288. Holz M et al. *Microscopy Today* **27** (6) 24 (2019)
289. Mykkänen E et al. *Nanomaterials* **10** 950 (2020)
290. Tilli M et al. *Handbook of Silicon Based MEMS Materials and Technologies* (Waltham: Elsevier, 2020)
291. Дубровин А Н, Дудников В Г, Ковалевский Д В, Шабалин А Л *ИТЭ* (2) 180 (1991); Препринт 89-50 (Новосибирск: Институт ядерной физики СО АН СССР, 1989); http://irbiscorp.sppl.nsc.ru/fulltext/prepr/1989/p1989_50.pdf
292. Prewett P D, Kellogg E M *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B* **6** 135 (1985)
293. Reyntjens S, Puers R *J. Micromech. Microeng.* **11** 287 (2001)
294. Лучинин В В "Наноразмерные ионно-лучевые технологии", в сб. Лучинин В В, Савенко А Ю *Нанотехнология: физика, процессы, диагностика, приборы. Монография* (Под ред. В В Лучинина, Ю М Таирова) (М.: Физматлит, 2006) с. 284
295. Yao N *Focused Ion Beam Systems — Basics and Applications* (Cambridge: Cambridge Univ. Press, 2007)
296. Smith N S, Notte J A, Steele A V *MRS Bull.* **39** 320 (2014)
297. Gila B et al. *AIP Conf. Proc.* **1336** 243 (2011)
298. Benkouider A et al. *Thin Solid Films* **543** 69 (2013)
299. Appleton B R et al. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B* **272** 153 (2011)
300. Bussone G et al. *J. Appl. Cryst.* **46** 887 (2013)
301. Scholz S et al., arXiv:1506.08989
302. Tongay S et al. *Appl. Phys. Lett.* **100** 073501 (2012)
303. Pearton S J et al. *J. Nanoeng. Nanomanuf.* **1** 35 (2011)
304. Gila B P *Microscopy Analysis* (November) 7 (2013)
305. Escovitz W H, Fox T R, Levi-Setti R *Proc. Natl. Acad. Sci. USA* **72** 1826 (1975)
306. Vickerman J C, Swift A, in *Surface Analysis — The Principal Techniques* (Ed. J C Vickerman) (Chichester: Wiley, 1997) p. 135
307. Lamberti W A, in *Handbook of Microscopy for Nanotechnology* (Eds N Yao, Z L Wang) (Boston: Kluwer Acad. Publ., 2005) p. 207
308. Волков С С, Денисов А Г, Толстогузов А Б, в сб. *Обзоры по электронной технике. Сер. 7. Технология, организация производства и оборудование* (М.: ЦНИИ "Электроника", 1987) с. 61
309. Волков С С, Толстогузов А Б *Послойный анализ полупроводниковых материалов методом вторично-ионной масс-спектрометрии. Обзоры по электронной технике. Сер. 7. Технология, организация производства и оборудование* (М.: ЦНИИ "Электроника", 1988) Вып. 4 (1338) 48 с.
310. Толстогузов А Б *Перспективные направления развития метода вторично-ионной масс-спектрометрии. Обзоры по электронной технике. Сер. Технология, организация производства и оборудование* (М.: ЦНИИ "Электроника", 1991) Вып. 5 (1604) 67 с.
311. Толстогузов А Б *Поверхность* (4) 5 (1994)
312. Wucher A, Fisher G L, Mahoney C M, in *Cluster Secondary Ion Mass Spectrometry: Principles and Applications* (Ed. C M Mahoney) (Singapore: Wiley, 2013) p. 207
313. Zhang L, Dai C, Zhang J *Surf. Interface Anal.* **52**(5) 306 (2020)
314. Галль Л Н и др. *Масс-спектрометрия* **5** 295 (2008)
315. Castaing R, Slodzian G *J. Microsc.* **1** 395 (1962)
316. Liebl H J. *Appl. Phys.* **38** 5277 (1967)
317. Levi-Setti R, Wang Y, Crow G J. *Phys. Colloq.* **45** (C9) 197 (1984)
318. Levi-Setti R, Wang Y L, Crow G *Appl. Surf. Sci.* **26** 249 (1986)
319. Chabala J M et al. *Int. J. Mass Spectrom. Ion Proc.* **143** 191 (1995)
320. Gavrilov K L et al. *J. Am. Ceram. Soc.* **82** 1001 (1999)
321. Strick R et al. *J. Cell Biology* **155** 899 (2001)
322. Nomura S et al. *Surf. Interface Anal.* **16** 105 (1990)
323. Khurshed A, Cheong K H, Hoang H Q *J. Vac. Sci. Technol. B* **28** C6F10 (2010)
324. Eccles A J, Steele T A, Robinson A W *Appl. Surf. Sci.* **144–145** 106 (1999)
325. Chérioux F et al. *Appl. Surf. Sci.* **253** 6140 (2007)
326. Волков С С и др. *Электронная промышленность* (10) 13 (1990)
327. Sun S et al. *Surf. Interface Anal.* **36** 1367 (2004)
328. Walker A V, Winograd N *Appl. Surf. Sci.* **203–204** 198 (2003)
329. Touboul D et al. *J. Am. Soc. Mass Spectrom.* **16** 1608 (2005)
330. Winograd N "The development of secondary ion mass spectrometry (SIMS) for imaging", in *The Encyclopedia of Mass Spectrometry Vol. 9 Historical Perspectives Pt. A The Development of Mass Spectrometry* (Eds K A Nier, A L Yergey, P J Gale) (Amsterdam: Elsevier, 2016) p. 103
331. Arushanov K A et al. *Appl. Surf. Sci.* **265** 642 (2013)
332. Drozdov M N et al. *Thin Solid Films* **577** 11 (2015)
333. Drozdov M N et al. *Thin Solid Films* **607** 25 (2016)
334. Tolstoguzov A et al. *Rapid Commun Mass Spectrom.* **33** 323 (2019)
335. Rüdener F G *Surf. Interface Anal.* **6** (3) 132 (1984)
336. Vryovkin I V et al. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B* **261** 508 (2007)
337. Pelster A et al. *Anal. Chem.* **88** 9638 (2016)
338. Wirtz T et al. *Nanotechnology* **26** 434001 (2015)
339. Bayly A R, Waugh A R, Anderson K *Nucl. Instrum. Meth.* **218** 375 (1983)
340. Eswara S et al. *Appl. Phys. Rev.* **6** 021312 (2019)
341. Pillatsch L, Ostlund F, Michler J *Prog. Crystal Growth Characterization Mater.* **65** (1) 1 (2019)
342. Grad R, Knott K, Pedersen A *Space Sci. Rev.* **34** 289 (1983)
343. Riedler W et al. *Space Sci. Rev.* **79** 271 (1997)
344. Stephan T *Planet. Space Sci.* **49** 859 (2001)
345. Шилюбреева С Н *Масс-спектрометрия* **14** (1) 40 (2017)
346. Riedler W et al. *ESA-ISA* **4** 127 (1992)
347. Hamelin M et al. *Adv. Space Res.* **10** (3–4) 49 (1990)
348. Pomathoid L, Michau J L, Hamelin M *Rev. Sci. Instrum.* **59** 2409 (1988)
349. Hornung K et al. *Planet. Space Sci.* **103** 309 (2014)
350. Bardyn A et al. *Mon. Not. R. Astron. Soc.* **469** S712 (2017)
351. Tajmar M *Advanced Space Propulsion Systems* (Wien: Springer, 2003)
352. Busek Co. Inc., <http://www.busek.com/index.htm> (2020)
353. FOTEC Forschungs- und Technologietransfer GmbH, <https://www.fotec.at> (2020)
354. Waydo S, Henry D, Campbell M *IEEE Aerospace Conf. Proc.* **1** 435 (2002)
355. CubeSat, <http://www.cubesat.org> (2020)
356. Enpulsion, <https://www.enpulsion.com> (2020)
357. Schönherr T et al., in *Proc. of the 36th Inter. Electric Propulsion Conf. IEPC-2019, Sept. 15–20, 2019* (Vienna: Univ. of Vienna, 2019) p. 362
358. Bock D, Tajmar M *Acta Astronautica* **144** 422 (2018)
359. Morpheus Space, <https://www.morpheus-space.com> (2020)

360. Paita L et al., in *Proc. of the 31st Inter. Electric Propulsion Conf. IEPC-2009, Sept. 20–24, 2009* (Ann Arbor, MI: Univ. of Michigan, 2009) p. 186
361. Marcuccio S, Genovese A, Andrenucci M J. *Propulsion Power* **14** 774 (1998)
362. Courtney D G, Li H Q, Losano P J. *Phys. D* **45** 485203 (2012)
363. Krpoun R et al. *Appl. Phys. Lett.* **94** 163502 (2009)
364. Krpoun R, Shea H R J. *Micromech. Microeng.* **19** 045019 (2009)
365. Dandavino S et al., in *Proc. of the 33rd Inter. Electric Propulsion Conf. IEPC-2013, Oct. 6–10, 2013* (Washington, DC: The George Washington Univ., 2013) p. 127
366. MEMS-Based Electric Micropropulsion for Small Spacecraft to Enable Robotic Space Exploration and Space Science, <http://cordis.europa.eu/projects/263035> (2020)
367. Marcuccio S, Pergola P, Giusti N "IL-FEEP: a simplified, low cost electric thruster for micro- and nano-satellites", Paper presented at the ESA-CNES Small Satellites Systems and Services (4S) Symp., Portorose, Slovenia (2012)
368. Дудников В *Источники отрицательных ионов* (Новосибирск: НГУ, 2018)
369. Dudnikov V *Development and Applications of Negative Ion Sources* (Berlin: Springer, 2019)
370. Дудников В Г *УФН* **189** 1315 (2019); Dudnikov V G *Phys. Usp.* **62** 1233 (2019)
371. Geller R *Electron Cyclotron Resonance Ion Sources and ECR Plasmas* 1st ed. (Bristol: Institute of Physics Publ., 1996)
372. Донец Е Д *ЭЧАЯ* **13** 941 (1982); Donets E D *Sov. J. Part. Nucl.* **13** 388 (1982)

Electrohydrodynamic emitters of ion beams

P. Mazarov^(1,a), V.G. Dudnikov^(2,3,b), A.B. Tolstoguzov^(4,5,6,c)

⁽¹⁾ Raith GmbH, Dortmund, Konrad-Adenauer-Allee 8, 44263 Dortmund, Germany

⁽²⁾ Novosibirsk State University, ul. Pirogova 2, 630090 Novosibirsk, Russian Federation

⁽³⁾ Budker Institute of Nuclear Physics, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, prosp. Akademika Lavrent'eva 11, 630090 Novosibirsk, Russian Federation

⁽⁴⁾ Ryazan State Radio Engineering University, ul. Gagarina 59/1, 390005 Ryazan, Russian Federation

⁽⁵⁾ Department of Physics and Key Laboratory of Artificial Micro- and Nano-structures of Ministry of Education, Hubei Nuclear Solid Physics Key Laboratory and Center for Ion Beam Application, School of Physics and Technology, Wuhan University, 430072 Wuhan, China

⁽⁶⁾ Centre for Physics and Technological Research (CeFITec), Dept. de Física da Faculdade de Ciências e Tecnologia (FCT), Universidade Nova de Lisboa, 2829-516 Caparica, Portugal

E-mail: ^(a) Paul.Mazarov@raith.de, ^(b) dv43@yahoo.com, ^(c) a.tolstoguzov@fct.unl.pt

We discuss physical processes underlying the generation of ion beams with high emission current density in electrohydrodynamic (EHD) emitters based on liquid metals and alloys and with low-temperature ion liquids. We consider EHD effects that influence the emission of ions (ion production mechanisms) and the kinetics of ion interactions in high-density beams. We analyze the factors determining the emission zone size, sustainability of emission at high and low currents, generation of clusters, increase in energy scattering, decrease in brightness, and other features of ion beams. We consider the specific design features of EHD emitters and the problems of practically ensuring their stable operation. Discussed in detail are modern application areas for ion sources with EHD emitters, including technological installations for ion-beam lithography, micro- and nanopatterning, ion microscopes and tools for local mass spectrometry of secondary ions, and systems to control and neutralize the potential of spacecraft and electrostatic rocket engines (microthrusters). We analyze prospects for further development of EHD emitters themselves and instruments based on them.

Keywords: electrodynamics, ion source, liquid metal, low-temperature ion liquid, nanopatterning, mass spectrometry of secondary ions, ion-beam lithography, liquid metals and alloys, nanotechnology

PACS numbers: 29.25.Ni, **41.75.–i**, 81.16.Nd

Bibliography — 372 references

Received 14 December 2019, revised 13 July 2020

Uspekhi Fizicheskikh Nauk **190** (12) 1293–1333 (2020)

Physics–Uspekhi **63** (12) (2020)

DOI: <https://doi.org/10.3367/UFNr.2020.09.038845>

DOI: <https://doi.org/10.3367/UFNe.2020.09.038845>