ПОВЕРХНОСТЬ. РЕНТГЕНОВСКИЕ, СИНХРОТРОННЫЕ И НЕЙТРОННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ, 2023, № 3, с. 5–10

УДК 539.5

ИССЛЕДОВАНИЕ МОДИФИКАЦИИ ВНУТРЕННЕЙ ПОВЕРХНОСТИ КАНАЛОВ ПОЛЫХ ПОЛИСУЛЬФОНОВЫХ ВОЛОКОН ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ИХ ПУЧКОМ ЭЛЕКТРОНОВ С ЭНЕРГИЕЙ 10 кэВ

© 2023 г. Л. В. Мышеловка^{*a*, *}, К. А. Вохмянина^{*a*}, А. Д. Пятигор^{*a*}, В. С. Сотникова^{*a*, *b*}, А. А. Кубанкина^{*a*}, В. Ю. Новиков^{*a*}, Ю. В. Григорьев^{*c*}

^аБелгородский государственный национальный исследовательский университет (НИУ БелГУ), Белгород, 308015 Россия ^bБелгородский Технологический Университет им. В.Г. Шухова (БГТУ), Белгород, 308012 Россия ^cИнститут кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ "Кристаллография и фотоника", Москва, 119333 Россия *e-mail: lareczn@gmail.com Поступила в редакцию 20.06.2022 г. После доработки 17.08.2022 г. Принята к публикации 17.08.2022 г.

В работе представлены результаты спектрального анализа поверхности полисульфонового волокна (канала) после прохождения через него пучка электронов с энергией 10 кэВ. Настоящая работа является продолжением исследования зависимости количества электронов, прошедших без потери энергии через массив, сформированный из полых полисульфоновых волокон, от угла поворота массива по вертикальной оси. Данные анализа показали существенную модификацию внутренней поверхности канала после его облучения электронами. Выявлено, что при длительном облучении пучками заряженных частиц полисульфоновых трубок образуется темный налет на поверхностном слое канала, который может оказывать существенное влияние на пропускную и управляющую способности каналов в области управления заряженными частицами. Сравнение элементного состава поверхности волокна до и после скользящего взаимодействия с ней пучка электронов с энергией 10 кэВ выявило увеличение концентрации углерода в облученном волокне на 50 вес. % и на 40 вес. % увеличилось содержание кислорода. Количество серы не изменяется, сохраняется на уровне около 10 вес. % как в облученном, так и в необлученном образце.

Ключевые слова: модификация поверхности, полисульфоновое волокно, диэлектрический канал, спектральный анализ, пучок электронов, характеристическое излучение, электронная микроскопия, энергодисперсионный анализ, углеродосодержащий слой, концентрация вещества. **DOI:** 10.31857/S1028096023030111, **EDN:** LECRBR

введение

Возможность управления пучками заряженных частиц с помощью диэлектрических каналов впервые была продемонстрирована в работе [1] и получила название "гайдинг". На сегодняшний день в данной области исследования не решен вопрос о свойствах диэлектрических поверхностей, которые используют для управления пучками заряженных частиц [2–4], а также ведут поиск наиболее эффективных управляющих структур и конфигураций [5–19]. Однако отсутствуют работы, в которых целенаправленно исследовано наличие модификации поверхности используемых каналов в результате облучения диэлектрического канала заряженными частицами. Вопрос о модификации поверхности диэлектриков после проведения гайдинга является важным, так как любое изменение поверхностных свойств каналов может повлиять на их управляющую способность.

Выполненное в настоящей работе исследование является продолжением проведенной ранее работы [20], в которой изучено прохождение быстрых электронов (с энергией 10 кэВ) через массив, сформированный из 36 полых полисульфоновых волокон с внутренним диаметром каждого канала 200—220 мкм, толщиной стенки 60 мкм, длиной 7 мм. Для предотвращения зарядки входов каналов передний торец массива был покрыт тонким (до 100 нм) слоем серебра. Было показано



Рис. 1. Результаты исследования гайдинга для 10 кэВ электронов, полученные в работе [8]: а – схема массива, сформированного из полисульфоновых волокон (слева) и вид торцевой части в масштабе (справа); б – сравнение доли электронов падающего пучка, прошедших без потери энергии через диэлектрический (экспериментальные данные, кружки) и металлический каналы (расчет, квадраты); в – временная зависимость количества электронов, прошедших через массив каналов, без потери энергии *I*.

наличие управляющих свойств указанного массива по отношению к пучку быстрых электронов. Настоящая работа посвящена исследованию внутренней поверхности полисульфоновых волокон массива после проведения указанного эксперимента.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

На рис. 1 представлена схема массива, сформированного из полисульфоновых волокон, и результат исследования гайдинга электронов с энергией 10 кэВ, полученный в работе [20]. В данной работе были представлены экспериментальные результаты исследования прохождения электронов с энергией 10 кэВ через диэлектрические каналы, представляющие собой полые полисульфоновые волокна, собранные в единый массив. Массив каналов наклоняли относительно оси падающего пучка, и на выходе измеряли ток прошедшего пучка, а также оценивали долю электронов, которые потеряли менее 10% своей первоначальной энергии. Данные показатели необходимы для определения возможности использования каналов из исследуемого диэлектрического материала в качестве элементов оптики пучка. Следует отметить, что количество электронов, прошедших без потери энергии через канал (I), имело типичную временную зависимость, показанную на рис. 1в. Из рис. 1в видно, что прохождение электронов, которое начиналось "мгновенно" (отсчет времени начинали в момент пуска пучка), со временем уменьшалось до полного "запирания" канала.

В настоящей работе представлены результаты спектрального анализа поверхности отдельно взятого полисульфонового волокна из массива, состоящего из 30 полых волокон с внутренним диаметром канала 160 ± 60 мкм, после его облучения пучком электронов с энергией 10 кэВ. Исследования проводили методами просвечивающей растровой электронной микроскопии в режиме темного поля, энергодисперсионного анализа, просвечивающей электронной микроскопии и дифракционного анализа на микроскопе Tecnai Osiris и Tecnai G²30ST при ускоряющем напряжении 15 кВ. Для исследования образцов полисульфоновых волокон необходимо было получить тонкий срез, который выполняли с помощью ультрамикротома (Leica EM UC7). Срез поверхности волокна изучали с помощью двулучевого растрового электронно-ионного микроскопа FEI Scios.

Анализ проводили на поперечном срезе полисульфоновой трубочки (рис. 2). Результаты показали присутствие на внутренней поверхности канала покрытия, которое имеет большое число пор, а также ближе к внутренней поверхности волокна обнаружено пятно налета, толщина которого составляет 400 нм. Анализ состава налета производили на различных глубинах от 400 нм до 6 мкм (рис. 3) от поверхности канала.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В табл. 1 собраны данные соответствия толщины слоя полисульфонового образца и концентрации вещества в данном слое (для необлученного волокна). В составе слоя выявлено преобладание



Рис. 2. Изображение налета, образованного на внутренней стенке полисульфонового волокна, после облучения. Точками отмечены области измерения состава, расположенные на глубине 2 (1); 4 (2); 5 (3); 6 (4) мкм.

кислорода (56 вес. %) и углерода (30 вес. %) по всей исследуемой толщине налета по сравнению с серой и азотом (менее 10 вес. %). В табл. 2 собраны данные соответствия толщины слоя полисульфонового образца и концентрации вещества в слое для облученного волокна. На рис. 4 представлена зависимость концентрации вещества в **Рис. 3.** График зависимости концентрации кислорода (круги), углерода (квадраты), серы (треугольники), азота (звездочки) в слое налета от глубины расположения области измерения состава в облученном образше.

слое от глубины слоя в волокне (для облученного образца).

При сравнении результатов анализа состава облученного волокна с необлученным (рис. 5) была обнаружена разница в концентрации углерода в поверхностном слое (толщина около 400 нм) и в более глубоком слое (толщина 60 мкм)

Таблица 1. Данные соответствия толщины слоя и концентрации вещества в данном слое (для необлученного волокна)

Толщина слоя, мкм	Концентрация углерода, %	Концентрация кислорода, %	Концентрация серы, %
0.5	74.3	10.7	12.3
3.0	83.2	10.8	5.0
5.0	85.1	9.5	4.6
60.0	83.8	11.7	4.4

Таблица 2. Данные соответствия толщины слоя и концентрации вещества в данном слое (для облученного волокна)

Толщина слоя, мкм	Концентрация углерода, вес. %	Концентрация кислорода, %	Концентрация серы, %	Концентрация азота, %
2	30.6	56.3	5.8	7.2
4	36.3	57.2	6.5	—
5	29.9	56.6	5.0	8.5
6	38.7	54.0	7.3	_





Рис. 4. Изображение полисульфонового волокна в разрезе. Точками отмечены области измерения состава, расположенные на глубине 60 (I); 5 (2); 3 (3); 0.5 (4) мкм.

(рис. 6). Анализ проводили при ускоряющем напряжении 20 кВ.

Заметим, что в каждом слое волокна после облучения на 50% уменьшилось содержание углерода и на 40% увеличилось содержание кислорода. Количество серы не изменяется и составляет около 10 вес. % и для облученного, и для необлученного образцов.

Следует отметить, что прохождение электронов, которое начиналось "мгновенно" после облучения пучком электронов, со временем уменьшалось до полного "запирания" канала. Возможно, на "запирание" канала, показанное в эксперименте [20] и представленное на рис. 1в, повлияло



Рис. 5. График зависимости концентрации кислорода (круги), углерода (квадраты), серы (треугольники) в слое необлученного волокна от глубины расположения области измерения состава.

возникновение налета на внутренней поверхности полисульфонового волокна.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В настоящей работе представлены результаты спектрального анализа поверхности отдельно взятого полисульфонового волокна после его облучения пучком электронов с энергией 10 кэВ. Проведен сравнительный анализ состава вещества до облучения и после него на глубине от 400 нм до 6 мкм.

Выявлено, что при длительном облучении пучками заряженных частиц полисульфоновых трубок происходит модификация поверхностного слоя (образование налета), что может оказывать существенное влияние на пропускную и



Рис. 6. Изображения канала из полисульфонового волокна в разрезе.

управляющую способности каналов в области управления заряженными частицами. Поскольку эффект гайдинга присутствует лишь некоторое время (около 2 ч) [20] для каждого угла наклона волокна по отношению к оси падения пучка электронов, можно предположить, что часть электронов способствует не только формированию заряда на внутренней поверхности каналов, но и протеканию более сложных процессов в полимерном веществе.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена при финансовой поддержке конкурсной части госзадания по созданию и развитию лабораторий, проект № FZWG-2020-0032 (2019-1569), с использованием оборудования ЦКП ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" при поддержке Минобрнауки РФ (проект RFMEFI62119X0035).

Конфликт интересов: Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Stolterfoht N., Bremer J.H., Hoffmann V., Fink D., Hellhammer R., Petrov A., Sulik B. // Phys. Rev. Lett. 2002. V. 88. P. 133201. https://www.doi.org/10.1103/PhysRevLett.88.133201
- Ikeda T., Ikekame M., Hikima Y., Mori M., Kawamura S., Minowa T., Jin W.-G. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2020. V. 470. P. 42. https://www.doi.org/10.1088/1742-6596/1412/24/242007
- Milosavljevic A., Vikor G., Pesic Z., Kolarz P., Sevic D., Marinkovic B., Matefi-Tempfli S., Matefi-Tempfli M., Piraux L. // Phys. Rev. A. 2007. V. 75. P. 030901. https://www.doi.org/10.1103/PhysRevA.75.03090
- Wang W., Qi D., Yu D., Zhang M., Ruan F., Chen J., Cai X. // J. Phys.: Conf. Series. 2009. V. 163. P. 012093. https://www.doi.org/10.1088/1742-6596/163/1/012093
- Gál G.A.B., Rajta I., Szilasi S.Z., Juhász Z., Biri S., Cserháti C., Csik A., Sulik B. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2011. V. 269. P. 2322. https://www.doi.org/10.1016/j.nimb.2011.02.024
- Gruber E., Kowarik G., Ladinig F., Waclawek J.P., Schrempf D., Aumayr F. // Phys. Rev. A. 2012. V. 86. P. 062901. https://www.doi.org/10.1103/PhysRevA.86.062901
- Wickramarachchi S.J., Dassanayake B.S., Keerthisinghe D., Ikeda T., Tanis J.A. // Phys. Scr. 2013. V. 156. P. 014057. https://www.doi.org/10.1103/PhysRevA.94.022701
- Lemell Ch., Burgdörfer J., Aumayr F. // Progress Surf. Sci. 2013. V. 88. P. 237. https://www.doi.org/10.1016/j.progsurf.2013.06.001
- 9. Dassanayake B.S., Bereczky R.J., Das S., Ayyad A., Tokesi K., Tanis J.A. // Phys. Rev. A. 2011. V. 83.

P. 012707.

https://www.doi.org/10.1103/PhysRevA.83.012707

- Dassanayake B.S., Das S., Bereczky R.J., Tokesi K., Tanis J.A. // Phys. Rev. A. 2010. V. 81. P. 020701. https://www.doi.org/10.1103/PhysRevA.81.020701
- Vokhmyanina K.A., Kubankin A.S., Kishin I.A., Nazhmudinov R.M., Kubankin Yu.S., Sotnikov A.V., Sotnikova V.S., Kolesnikov D.A. // J. Nano-Electronic Phys. 2018. V. 10. № 6. P. 06036. https://www.doi.org/10.21272/jnep.10(6).06036
- Das S., Dassanayake B.S., Winkworth M., Baran J.L., Stolterfoht N., Tanis J.A. // Phys. Rev. A. 2007. V. 76. P. 042716. https://www.doi.org/10.1103/PhysRevA.76.042716
- 13. *Petukhov V.P., Petukhov M.V.* // J. Surf. Invest.: X-Ray, Synchrotron Neutron Tech. 2017. V. 11. № 5. P. 1056. https://www.doi.org/10.1134/S1027451017050330
- Nguyen H.-D., Wulfkühler J.-P., Heisig J., Tajmar M. // Sci. Rep. 2021. V. 11. P. 8345. https://www.doi.org/10.1038/s41598-021-87156-4
- Vokhmyanina K.A., Pokhil G.P., Zhukova P.N., Irribarra E., Kubankin A.S., Levina V.S., Nazhmudinov R.M., Oleinik A.N., Kishin I.A. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2015. V. 355. P. 307. https://www.doi.org/10.1016/j.nimb.2015.02.068
- Vokhmyanina K.A., Zhukova P.N., Kubankin A.S., Kishchin I.A., Klyuev A.S., Nazhmudinov R.M., Oleinik A.N., Pokhil G.P. // J. Surf. Invest.: X-ray, Synchrotron Neutron Tech. 2015. V. 9. № 2. P. 286. https://www.doi.org/10.1134/S1027451015020196
- Vokhmyanina K.A., Kubankin A.S., Myshelovka L.V., Zhang H., Kaplii A.A., Sotnikova V.S., Zhukova M.A. // J. Instrumentation. 2020. V. 15. P. C04003. https://www.doi.org/10.1088/1748-0221/15/04/C04003
- Juhász Z., Sulik B., Biri S., Tikési K., Bereczky R.J., Rácz R., Kövér Á., Pálinkás J., Stolterfoht N. // J. Phys.: Conf. Series. 2012. V. 388. P. 132007. https://www.doi.org/10.1088/1742-6596/388/13/132007
- Vokhmyanina K.A., Kubankin A.S., Kishin I.A., Nazhmudinov R.M., Kubankin Yu.S., Sotnikov A.V., Sotnikova V.S., Kolesnikov D.A. // J. Nano-Electronic Phys. 2018. V. 10. № 6. P. 06036. https://www.doi.org/10.21272/jnep.10(6).06036
- Vokhmyanina K.A., Myshelovka L.V., Kolesnikov D.A., Sotnikovaa V.S., Kaplii A.A., Kubankin A.S., Zhukova P.N., Ionidi V.Yu. // Tech. Phys. Lett. 2021. V. 47. № 1. P. 31. https://www.doi.org/10.1134/S1063785021080289

Study of Modification of the Inner Surface of the Hollow Poly-Sulphone Fiber Channels When Irradiated by a Beam of Electrons of Energy 10 keV

L. V. Myshelovka^{1, *}, K. A. Vokhmyanina¹, A. D. Pyatigor¹, V. S. Sotnikova^{1, 2}, A. A. Kubankina¹, V. Yu. Novikov¹, Yu. V. Grigoriev³

¹Belgorod State National Research University, Belgorod, 308015 Russia

²Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov, Belgorod, 308012 Russia

³IInstitute of Crystallography named after A. Shubnikov of Federal Research Center "Crystallography and Photonics" RAS,

Moscow, 119333 Russia

*e-mail: lareczn@gmail.com

This paper presents the results of a spectral microanalysis of the modified surface of a polysulfone fiber after irradiation with an electron beam with an energy of 10 keV. This work is a continuation of the study on the passage of 10 keV electrons through an array formed of hollow polysulfone fibers depending on the angle of rotation of the array along the vertical axis. The analysis data showed a significant modification of the inner surface of the channel after its irradiation with electrons. We have observed that prolonged irradiation with charged particle beams of polysulfone tubes forms a dark coating on the surface layer of the channel, which can have a significant impact on the throughput and control capabilities of the channels in the field of charged particle control. Comparison of the elemental composition of the surface before and after the irradiation with a 10 keV electron beam revealed an increase in the carbon concentration in the irradiated fiber by 50 wt % and an increase in the oxygen content by 40 wt %. The amount of sulfur in irradiated fibers does not change (about 10 wt %).

Keywords: surface modification, polysulfone fiber, dielectric channel, spectral microanalysis, electron beam, characteristic radiation, electron microscopy, energy dispersive analysis, carbon-containing layer, substance concentration.