

Тепловое воздействие электронного зонда при рентгеноспектральном нанонализе

А. Н. АМРАСТАНОВ¹, А. Ю. КУЗИН², В. Б. МИТЮХЛЯЕВ³, Е. В. СЕРЕГИНА⁴,
М. А. СТЕПОВИЧ¹, П. А. ТОДУА³, М. Н. ФИЛИППОВ^{3, 5}

¹ Калужский государственный университет им. К. Э. Циолковского, Калуга, Россия

² Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы, Москва, Россия

³ Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума, Москва, Россия

⁴ Калужский филиал Московского государственного технического университета им. Н.Э. Баумана, Калуга, Россия

⁵ Институт общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН, Москва, Россия, e-mail: mn@filippov.org.ru

Предложен алгоритм оценки температуры локального нагрева при электронно-зондовом низковольтном нанонализе. Использована аппроксимация функции потерь энергии электронов в твёрдом теле. Получены выражения для вычисления распределения температуры в образце, облучаемом сфокусированным электронным пучком.

Ключевые слова: низковольтный электронно-зондовый рентгеноспектральный нанонализ, тепловое воздействие, электронный зонд.

The estimation algorithm of the magnitude of local heating in the electron probe low-voltage nanoanalysis is proposed. The more accurate approximation function of the electron energy loss in a solid than in previous publications was applied. The expressions for calculation of temperature distribution in the irradiated focused by electron probe sample are obtained.

Key words: low-voltage X-ray nanoanalysis, thermal action, electron probe.

Многие методы локального анализа и диагностики наноматериалов основаны на возбуждении информативного сигнала сфокусированным пучком электронов. К таким методам относятся электронная микроскопия, спектроскопия характеристических потерь энергии электронов, электронно-зондовый рентгеноспектральный микроанализ и др. При энергиях электронов менее 80 кэВ в кристаллических неорганических материалах не происходит образования радиационных дефектов [1]. По этой причине большинство указанных методов анализа и диагностики относят к неразрушающим методам. Однако при торможении электронов средних энергий (1—30 кэВ) в твёрдом теле лишь малая часть идёт на образование информативных сигналов и до нескольких десятков процентов начальной энергии уносят обратно рассеянные электроны [2]. Остальная энергия в итоге идёт на нагрев образца. По мере развития электронно-зондовой техники стало возможным формирование сфокусированных электронных пучков с эффективным диаметром около 1 нм. Преобразование энергии происходит в области торможения электронов. Для большинства материалов размер этой зоны составляет несколько микрометров (энергия электронов 10—30 кэВ). В этом случае плотность генерации тепловой энергии в образце равна 10—1000 Вт/см³.

В традиционном электронно-зондовом рентгеноспектральном микроанализе обычно используют электроны энергией 10—30 кэВ, однако локальность определений (характерный размер области образца, из которой с принятой достоверной вероятностью, например, 95 %, выходит заданная часть, например, 99 %, характеристического рентгеновского излучения определяемого элемента) в этом случае

оказывается от единиц до десятков микрометров [3]. Для анализа и диагностики нанообъектов это неприемлемо. Решением данной проблемы является существенное снижение энергии электронов: до 2,5—5,0 кэВ. Поскольку размер области торможения приблизительно обратно пропорционален четвёртой степени начальной энергии электронов, происходит существенное увеличение объёмной плотности тепловой энергии, генерируемой в образце [4]. Единственный значимый путь охлаждения анализируемого микрообъёма (объекта) — это перенос тепловой энергии в необлучённые части образца в результате теплопроводности. При максимальной температуре нагрева химический состав объектов может измениться, метод становится разгружающим [5].

Максимальное значение температуры объекта и её контроль являются важными при низковольтном рентгеноспектральном нанонализе. Экспериментальное определение температуры нагрева сильно осложнено малым размером области генерации тепловой энергии, вследствие чего полученные результаты имеют невысокую точность. Таким образом, особую ценность в практике электронной микроскопии приобретают расчётные оценки температуры нагрева электронным зондом, основанные на решении уравнения теплопроводности [6—8]. Однако при решении этого уравнения часто используют существенные упрощения, что приводит к значительному разбросу результатов.

В работе получены решения уравнения теплопроводности на основе более строгого подхода и меньшего числа допущений. В особенности это касается функции генерации тепловой энергии в образце.

Время установления стационарного режима температуры объекта значительно меньше времени набора данных, в течение которого электронный зонд позиционируется в данной точке поверхности образца [6]. Поэтому распределение температуры в области взаимодействия электронов зонда с образцом и в прилегающих областях образца на основе решения стационарного уравнения теплопроводности можно определить как:

$$\left[\frac{\partial^2 \Delta T(x, y, z)}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \Delta T(x, y, z)}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 \Delta T(x, y, z)}{\partial z^2} \right] = -P(x, y, z)/\lambda, \quad (1)$$

где $\Delta T(x, y, z) = T(x, y, z) - T_0$; T — температура образца в точке (x, y, z) после установления стационарного режима под воздействием электронного пучка; T_0 — исходная температура образца до воздействия электронного пучка; $P(x, y, z)$ — функция потерь энергии электронами зонда в материале образца; λ — коэффициент теплопроводности.

Функция $\Delta T(x, y, z)$ должна удовлетворять следующим граничным условиям:

$$\lim_{x, y \rightarrow \pm\infty} \Delta T(x, y, z) = \lim_{z \rightarrow +\infty} \Delta T(x, y, z) = 0. \quad (2)$$

Теплообмен на поверхности определяет ещё одно граничное условие:

$$\left. \frac{\partial \Delta T(x, y, z)}{\partial z} \right|_{z=0} = 0. \quad (3)$$

Начало координат находится в точке пересечения электронного зонда с поверхностью образца, ось OZ направлена перпендикулярно поверхности в глубину образца.

Решить краевую задачу (1)–(3) можно с помощью функции Грина [9]. Распределение температуры в области взаимодействия с электронным зондом имеет вид:

$$\Delta T(x, y, z) = \int_D [G(x_0, y_0, z_0, x, y, z) P(x_0, y_0, z_0)/k] dV_Q, \quad (4)$$

где D — область распространения тепловой энергии; $G(x_0, y_0, z_0, x, y, z)$ — функция Грина; $P(x, y, z) = P(M)$ — функция потерь энергии электронами; $-\infty < x_0 < +\infty$; $-\infty < y_0 < +\infty$; $0 \leq z_0 < +\infty$; $dV_Q = dx_0 dy_0 dz_0$.

Ранее для нахождения температурного поля $\Delta T(x, y, z)$ использовали достаточно грубые приближения для функции $P(x, y, z)$ модели равномерной или гауссовой генерации теп-

ловой энергии в области торможения электронов [4, 6]. В настоящей работе для нахождения более точных оценок использована полученная ранее аналитическая аппроксимация функции потерь энергии электронов [10]:

$$P(M) = \left\{ 1,085(1-\eta)P_0 / \left[\pi^{3/2} a_1^2 z_{ms} (1-\eta + \eta z_{ss}/z_{ms}) \right] \right\} \times \\ \times \exp \left\{ - \left[(x^2 + y^2)/a_1^2 + ((z - z_{ms})/z_{ms})^2 \right] \right\} + \\ + \left(\eta a_1^2 / [(1-\eta)a_2^2] \right) \exp \left\{ - \left[(x^2 + y^2)/a_2^2 + ((z - z_{ss})/z_{ss})^2 \right] \right\},$$

где P_0 — мощность пучка первичных электронов; z_{ms} — глубина максимальных потерь энергии первичными электронами, испытавшими малоугловое рассеяние и поглощёнными мишенью; z_{ss} — глубина максимальных потерь энергии обратно рассеянными электронами; η — интегральный коэффициент обратного рассеяния электронов пучка; Z — эффективный порядковый номер материала образца; A — эффективная относительная атомная масса материала образца.

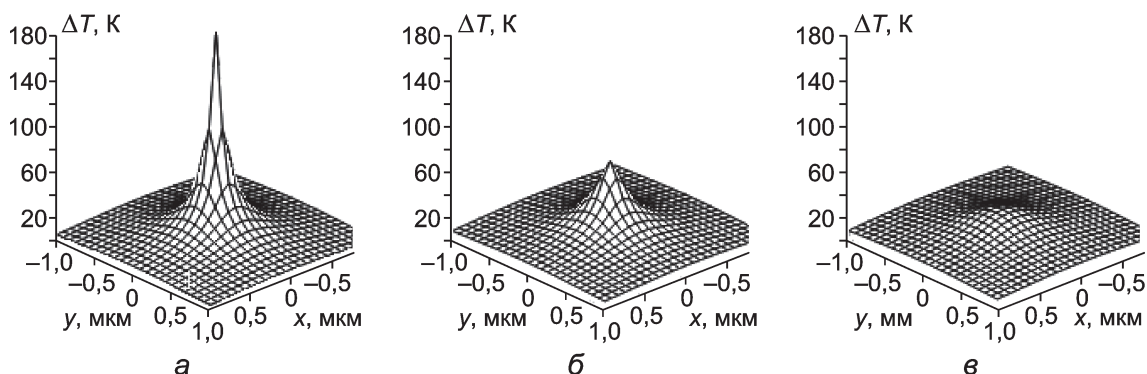
Параметры a_1, a_2 определяются из соотношений [10]:

$a_1^2 = z_{ms}^2 + 0,72d_b^2$; $a_2^2 = 0,25z_{ss}^2 + 0,72d_b^2$, где d_b — диаметр электронного зонда, при этом слагаемое $0,72d_b^2$ намного мень-

ше $0,25z_{ss}^2$, поэтому им можно пренебречь. Адекватность данной аппроксимации неоднократно проверялась при количественном электронно-зондовом рентгеноспектральном микроанализе [11].

В качестве примера использования полученных соотношений на рисунке приведены рассчитанные согласно (4) распределения $\Delta T(x, y, z)$ для теллурида кадмия. Вычисления произведены для коэффициента теплопроводности теллурида кадмия $0,75 \cdot 10^{-5}$ Вт/(мкм·К) [12]. Наибольший нагрев образцов наблюдался при энергии электронов $E_0 = 5$ кэВ. Максимальные температуры, оцениваемые предлагаемым способом, больше на 10–20 %, чем при упрощённой оценке [4].

Полученные результаты представляют интерес не только для оценки устойчивости исследуемых нанообъектов при лучевой диагностике, но также могут быть использованы в электронной литографии и при анализе органических объектов.



Распределение температуры в теллуриде кадмия. Расчёты произведены для энергий $E_0 = 5; 10; 20$ кэВ (а, б, в, соответственно) при токе зонда 10^{-7} А

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (соглашение № 14-19-01652 от 27.06.2014 г.).

Литература

1. Reimer L. Scanning electron microscopy. Physics of image formation and microanalysis. Berlin, N.Y.: Heidelberg Springer, 1998.
2. Рау Э. И., Дицман С. А., Зайцев С. В., Лермонтов Н. В., Лукьянов А. Е., Купреенко С. Ю. Анализ формул для расчёта основных характеристик отражённых электронов и сравнение с экспериментальными результатами // Известия РАН. Серия физическая. 2013. Т. 77. № 8. С. 1050—1058.
3. Боровский И. Б., Водоватов Ф. Ф., Жуков А. А., Черепин В. Т. Локальные методы анализа материалов. М.: Металлургия, 1973.
4. Кузин А. Ю., Степович М. А., Митюхляев В. Б., Тодуа П. А., Филиппов М. Н. Тепловые эффекты при низковольтном электронно-зондовом рентгеноспектральном микроанализе с нанометровой локальностью // Измерительная техника. 2016. № 10. С. 27—29.
5. Кузин А. Ю., Митюхляев В. Б., Тодуа П. А., Филиппов М. Н. Изменение химического состава анализируемого объекта при низковольтном электронно-зондовом рентгеноспектральном микроанализе // Измерительная техника. 2016. № 10. С. 27—29.

6. Филиппов М. Н. Оценка теплового воздействия электронного зонда в растровой электронной микроскопии и рентгеноспектральном анализе / Известия РАН. Серия физическая. 1993. Т. 57. № 8. С. 163—164.

7. Бакалейников Л. А., Галактионов Е. В., Третьяков В. В., Троп Э. А. Расчёт теплового воздействия электронного зонда на образец нитрида галлия // Физика твёрдого тела. 2001. Т. 43. № 5. С. 779—785.

8. Масловская А. Г. Моделирование теплового воздействия электронного зонда в растровой электронной микроскопии // Информатика и системы управления. 2007. № 2. С. 40—51.

9. Тихонов А. Н., Самарский А. А. Уравнения математической физики. М.: МГУ, 1999.

10. Mikheev N. N., Stepovich M. A. Distribution of energy losses in interaction of an electron probe with material // Industrial Laboratory. 1996. V. 62. No. 4. P. 221—226.

11. Заблоцкий А. В., Кузин А. Ю., Михеев Н. Н., Степович М. А., Тодуа П. А., Филиппов М. Н., Широкова Е. В. Учёт матричных эффектов при измерениях методом рентгеноспектрального анализа // Измерительная техника. 2013. № 7. С. 58—61.

12. Физические величины: справочник / Под ред. И. С. Григорьева, Е. З. Мейлихова. М.: Энергоатомиздат, 1991.

Дата принятия: 22.12.2016.

ИЗМЕРЕНИЯ В ИНФОРМАЦИОННЫХ ТЕХНОЛОГИЯХ

681.32

Информационно-измерительная система для диагностики электромеханических систем

О. В. ВЕСЕЛОВ, Н. А. КОНОНЫХИНА, В. М. ПЕРЕПЁЛКИН

Владимирский государственный университет им. А. Г. и Н. Г. Столетовых, Владимир, Россия, e-mail: nadeka.trust@mail.ru

Рассмотрено построение информационно-измерительной системы на основе многофункциональной платы NI6221 и программной среды Matlab. Приведены решения аппаратной части и программного обеспечения для измерения параметров электромеханических систем и диагностирования их состояния.

Ключевые слова: программное обеспечение, диагностика, электромеханическая система.

The construction of informational-measuring complex based on the multifunctional card NI6221 and Matlab programming environment. The solutions of hardware and software for measuring variables and diagnosing the state of electromechanical systems are proposed.

Key words: software, diagnostics, electromechanical system.

Любая электромеханическая система (ЭМС), с помощью которой осуществляются технологические процессы, недолговечна и небезотказна. Для продления её жизненного цикла без поломок и аварий, нередко приводящих к большим экономическим затратам и значительным потерям времени, необходимо своевременно предопределять неисправности. С этой задачей можно справиться, если постоянно или систематически анализировать техническое состояние ЭМС с помощью оборудования, ориентированного на измерения и обработку информации.

Измерительная техника № 6, 2017

Среди множества решений проектирования информационно-измерительных систем (ИИС) и разработки программного обеспечения особый интерес представляют многофункциональная плата NI6221 и пакет прикладных программ Matlab [1, 2]. Данная плата и пакет программ являются основой для построения диагностических устройств диагностики ЭМС. Заметим, что класс ЭМС достаточно широк и представляет собой устройства, содержащие преобразователь электрической энергии в механическую, а также механизм и систему управления преобразователем энергии. К