Физическая аппаратура и её элементы

УДК 537.5

Дисперсионный магнитный спектрометр энергии электронов

А. Д. Шабрин, А. В. Ляликов, Б. Н. Васичев, В. П. Бегучев, И. Д. Бурлаков

Рассмотрены возможности электронной спектроскопии для определения элементного состава материалов. Показано, что для этого требуется разработка специального прецизионного оборудования вакуумной электроники — электронного спектрометра с дисперсионным магнитным анализатором. Предложен оригинальный вариант устройства диспергирующего магнита для спектрометра потерь энергий электронов, который можно установить на просвечивающие электронные микроскопы. Проведено приближённое математическое описание поведения электронов при взаимодействии с полем магнита, и составлен алгоритм, построенный на полученном описании. С помощью этого алгоритма проведены исследования с целью подбора оптимальных геометрических и конструктивных параметров системы, чтобы добиться наилучших результатов её работы. Предложена макетная конструкция диспергирующего магнита спектрометра.

PACS: 41.85.-p

Ключевые слова: электронная микроскопия, электронная спектроскопия, разрешающая способность по энергиям, дисперсия электронов по энергиям, поперечное магнитное поле.

Введение

Для диагностики и исследования распределения электронных состояний по энергиям в конденсированных средах необходима реализация проектов по разработке и внедрению в производство нанотехнологий и соответствующего технологического оборудования. Исследования распределения электронных состояний по энергиям в конденсированных средах можно проводить методами рентгеновской спектроскопии, электронной спектроскопии, фотоэлектронной спектроскопии и ионно-нейтрализационной спектроскопии (изучение распределения по кинетическим энергиям электронов, вырванных из образца ионами благородных газов). Наибольшие возможности заложены в методах электронной и рентгеновской спектроскопии.

При создании первых аналитических электронных микроскопов, названных «Электронные микроскопы-микроанализаторы» (ЭММА), стало ясно, что микроанализ плёнок толщиной 100—2000 Å на наличие в них лёгких элементов (Be, B, C, N, O) затруднён из-за низкой интенсивности рентгеновских аналитических линий, возбуждаемых тонко сфокусированным электронным пучком, и низкой эффективности их регистрации существующими спектрометрами [1].

Современная электронная спектроскопия является совокупностью высокочувствительных аналитических методов определения элементного и химического состава конденсированных сред. Один из методов электронной спектроскопии состоит в анализе энергий электронов, прошедших через исследуемый объект в просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ). Этот метод пре-

Шабрин Алексей Дмитриевич, инженер[1].
Ляликов Алексей Владимирович, ведущий инженер[1].
Васичев Борис Никитович, профессор[2].
Бегучев Всеволод Петрович, учёный секретарь кафедры[3].
Бурлаков Игорь Дмитриевич, зам. ген. директора по инновациям и науке[1], профессор, зам. зав. кафедрой[1,3].
[1]АО «НПО «Орион».
Россия, 111538, Москва, ул. Косинская, 9.
[2]Российский экономический университет им. Г. В. Плеханова.
Россия, 117997, Москва, Стремянный пер., 36.
[3]МГТУ МИРЭА.
Россия, 119454, Москва, проспект Вернадского, 78.
E-mail: alexey.shabrin@gmail.com

Статья поступила в редакцию 1 июля 2015 г.

© Шабрин А. Д., Ляликов А. В., Васичев Б. Н., Бегучев В. П., Бурлаков И. Д., 2015

доставляет возможность химического анализа с высоким пространственным разрешением, определяемым разрешающей способностью ПЭМ, достигающей в современной аппаратуре своего теоретического предела. Эти факторы делают данный метод, называемый методом анализа характеристических потерь энергии электронами (ХПЭЭ) [1], важнейшим инструментом для изучения наноразмерных объектов и развития нанотехнологий. На многочисленных примерах анализа методом ХПЭЭ как простых, так и сложных молекул было выявлено, что интенсивность характеристических линий электронных спектров пропорциональна количеству атомов элемента в одинаковых молекулах. Метод ХПЭЭ позволяет определять в молекулах сложных органических соединений не только число атомов, но и характер химической связи с другими молекулами. Это позволило использовать метод ХПЭЭ для исследования органических, металло-органических и гетерогенных полупроводниковых соединений.

При практической реализации этого метода основным элементом установки является энергоанализатор, разделяющий прошедшие через исследуемый объект электроны по энергиям. В настоящей работе рассматривается применение в качестве такого энергоанализатора диспергирующего магнита, который преобразует разность энергий электронов в их пространственное разделение на плоскости детектора.

Целью данной работы является разработка компьютерной модели, основанной на приближённой математической модели, для выявления оптимальных значений конструктивных параметров электронного спектрометра с дисперсионным магнитным анализатором, обеспечивающих наивысшую разрешающую способность по энергиям и максимальную дисперсию (расстояние между точками, засвеченными на плоскости детектора электронами с разностью энергий в 1 эВ, двигавшимися перпендикулярно входной границе магнитного поля), а также разработка макетной конструкции диспергирующего магнита высокого разрешения для оснащения аналитических электронных микроскопов с ускоряющим напряжением 100, 200 и 300 кВ.

Алгоритм поиска оптимальной конфигурации границ магнитного поля диспергирующего магнита

На рис. 1 показаны траектории движения электронов и конфигурация границ поперечного магнитного поля, позволяющая сфокусировать эти электроны, двигающиеся с одинаковыми энергиями, в точку в плоскости *XY*, секущей конусный пучок вдоль оси, после выхода из электронно-оптической системы электронного микроскопа.

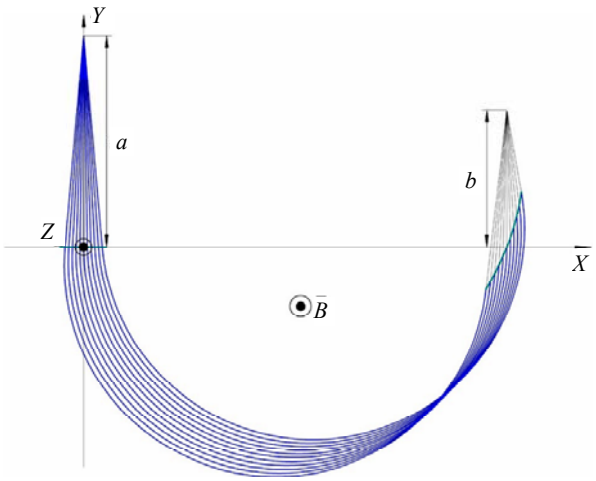

Рис. 1. Конфигурация границ магнитного поля, позволяющая сфокусировать электроны с «нулевыми» потерями в точку в плоскости XY

Из рисунка видно, что электроны, обладающие одинаковой энергией, обусловленной ускоряющим напряжением в ПЭМ, пролетают от точки фокуса, в которую их собирает электронно-оптическая система микроскопа, до входной границы магнитного поля диспергирующего магнита расстояние *a*, называемое длиной входного отрезка диспергирующего магнита. После выхода электронного пучка из магнитного поля диспергирующего магнита, пройдя расстояние *b*, называемое длиной выходного отрезка, электроны снова фокусируются в точку, достигнув плоскости детектора. Если входную границу сделать перпендикулярной оси пучка электронов, то выходная граница диспергирующего магнита должна иметь такую конфигурацию чтобы электроны пучка с «нулевыми» потерями собирались в точке на плоскости детектора электронов.

Для вычисления координат точек, образующих выходную границу магнитного поля дисперсионного магнитного анализатора ХПЭЭ, был разработан специальный алгоритм расчёта. Для математического описания формы выходной границы магнитного поля необходимо решить систему из двух уравнений:

$$(x - R_n\cos(\alpha) + a\cdot\mathrm{tg}(\alpha))^2 + (y + R_n\cdot\sin(\alpha))^2 = R_n^2, \quad (1)$$

$$\begin{aligned}(x - 2\cdot R_n)^2 + (y - b)^2 = \\ = (R_n\cdot\cos(\alpha) - a\cdot\mathrm{tg}(\alpha) - 2\cdot R_n)^2 + \\ + (-R_n\cdot\sin(\alpha) - b)^2 - R_n^2,\end{aligned} \quad (2)$$

где *a* — длина входного отрезка диспергирующего магнита; *b* — длина выходного отрезка диспергирующего магнита; R_n — радиус поворота электронов с «нулевыми» потерями в магнитном поле; α — угол относительно оси *Y*.

$$L = (\pi - \lambda) \cdot R_n, \tag{3}$$

$$D^2 = R_n \cdot \cos(\alpha) - a \cdot \mathrm{tg}(\alpha) - a \cdot R_n)^2 + \\ +(-R_n \cdot \sin(\alpha) - b)^2 - R_n^2, \tag{4}$$

где L — длина дуги, которую электроны описывают, двигаясь в магнитном поле; D — расстояние от точки выхода из магнитного поля до точки на плоскости детектора; $(\pi - \lambda)$ — угол, на который опирается дуга L.

В этих уравнениях x и y — две переменные величины, остальные же величины, а именно, α, a, b, R_n — являются константами, описывающими диспергирующую систему. Параметр α играет роль апертуры электронного пучка на выходе из электронно-оптической системы ПЭМ. Используя выражение (3), вычисляем расстояние, которое электрон пройдёт, находясь в магнитном поле. Выражение (4) описывает расстояние, которое электрон пройдёт по инерции после выхода из магнитного поля до попадания на плоскость детектора. Набор решений системы уравнений позволил определить оптимальную форму выходной границы магнитного поля. Из-за громоздкости решений системы уравнений они здесь не приводятся.

Чем больше энергии теряет электрон, тем сильнее его траектория отклоняется от траектории электронов с «нулевыми» потерями. Электроны с «нулевыми» потерями фокусируются в плоскости XY в точку. Электроны с потерями энергии, в свою очередь, засвечивают на плоскости детектора некоторые области (рис. 2).

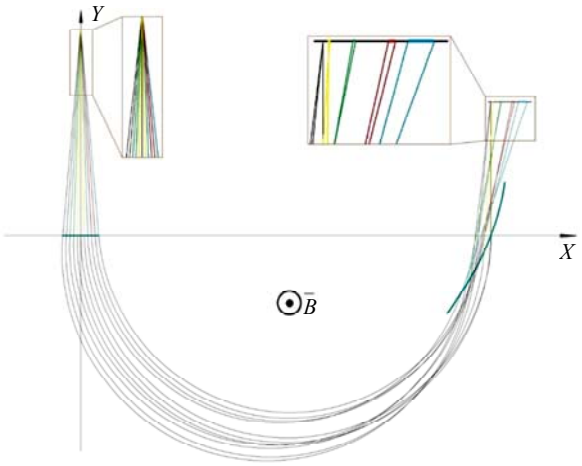

Рис. 2. Влияние конфигурации границ магнитного поля на движение электронов с различными энергиями в плоскости XY

Размеры и формы этих областей зависят от величины потерь энергий. Таким образом, диспергирующий магнит выполняет своё назначение: он разделяет электроны, обладающие различными энергиями, в пространстве. Координата x точки на плоскости детектора, куда прилетает электрон, вычисляется по формуле:

$$x = \frac{R_n^2 - (y_{вых} - y_0) \cdot (b - y_0)}{x_{вых} - x_0} + x_0, \tag{5}$$

где $y_{вых}$ — координата выхода электрона из магнитного поля по оси Y; $x_{вых}$ — координата выхода электрона из магнитного поля по оси X; x_0, y_0 — координаты центра окружности, по которой движется электрон внутри магнитного поля.

В свою очередь, выражения для координат центра окружности имеют следующий вид:

$$x_0 = R_n \cdot \cos(\alpha) - a \cdot \mathrm{tg}(\alpha), \tag{6}$$

$$y_0 = -R_n \cdot \sin(\alpha). \tag{7}$$

Расчёт времени движения электрона после входа в магнитное поле и до прилёта на плоскость детектора позволяет получить формулу для расчёта координаты z точки на плоскости детектора, куда прилетает электрон:

$$z = r_z \pm \left| \frac{V_{пар}}{V_{пер}} \right| \cdot (L + D) = \\ = r_z \pm \left| \frac{\sin(\alpha) \cdot \sin(\beta)}{\sqrt{1 - (\sin(\alpha) \cdot \sin(\beta))^2}} \right| \cdot \{[(\pi - \lambda) \cdot R_n] + \\ + \sqrt{(R_n \cdot \cos(\alpha) - a \cdot \mathrm{tg}(\alpha) - a \cdot R_n)^2 + (-R_n \cdot \sin(\alpha) - b)^2 - R_n^2}\}, \tag{8}$$

где β — угол относительно оси X; r_z — z-координата точки входа электрона в магнитное поле; $V_{пар}$ — составляющая вектора скорости электрона, параллельная силовым линиям магнитного поля; $V_{пер}$ — составляющая вектора скорости электрона, перпендикулярная силовым линиям магнитного поля. Знак «плюс-минус» использован из-за того, что r_z может быть как отрицательной величиной, так и положительной, поэтому величину отклонения нужно будет соответственно вычесть или прибавить к r_z. Координату z необходимо учитывать, так как электроны, удаляясь от точки фокуса, двигаются в коническом пучке.

Во всех вышеприведённых формулах участвует радиус поворота электронов в магнитном поле R_n. Для него также было выведено математическое выражение:

$$R_n = R_0 \cdot \frac{1 + U_0 \cdot 1{,}967 \cdot 10^{-6}}{1 + U_n \cdot 1{,}967 \cdot 10^{-6}} \times \\ \times \sqrt{\frac{U_n \cdot (1 + U_n \cdot 0{,}983 \cdot 10^{-6})}{U_0 \cdot (1 + U_0 \cdot 0{,}983 \cdot 10^{-6})} \cdot (1 - (\sin(\alpha) \cdot \sin(\beta))^2)}, \tag{9}$$

где R_0 — радиус поворота в магнитном поле электронов, не испытавших потерь энергии; U_0 — ускоряющее напряжение; U_n — энергия электронов, провзамодействовавших с образцом. В формуле (9) учитывается релятивистская поправка [3], так

как масса электрона, двигающегося со скоростью, близкой к скорости света, не является постоянной величиной.

Итоговая форма пучка, которой он будет обладать, попадая на детектор, изображена на рис. 3, *б*. Для сравнения, на рис. 3, *а* приведена форма пучка на входе в магнитное поле. Масштабы выбраны разными для наглядности.

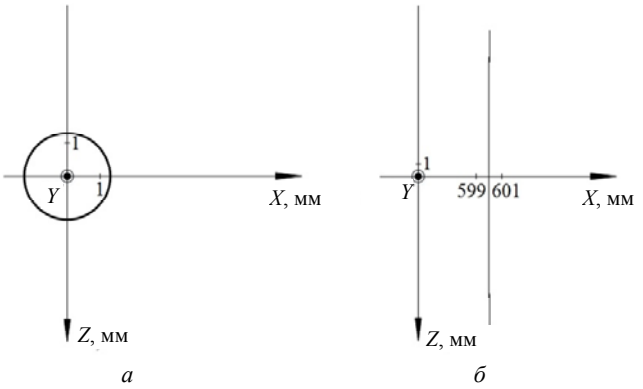

Рис. 3. а — вид сверху конического пучка электронов, не потерявших энергии, на входе в магнитное поле; б — вид сверху следа этого же пучка электронов на плоскости детектора

Исследование системы диспергирующего магнита

Приведённые выше формулы были использованы для создания алгоритма, позволяющего рассчитать конфигурацию магнитного поля и траектории движения электронов в нём.

На рис. 4, *а*, *б*, *в* показано распределение следов электронов, полученное с помощью этого алгоритма, на плоскости детектора в том случае, когда длина входного отрезка и радиус поворота электронов равны 300 мм, а длина выходного отрезка изменялась с целью найти оптимальную её величину. На рис. 4, *а* изображён случай для b = = 1400 мм, 4, *б* — для b = 1600 мм, 4, *в* — для b = = 2500 мм. На рисунках хорошо видно, что чем больше длина выходного отрезка, тем больше дисперсия системы, но вместе с тем форма области засвечивания электронами поверхности детектора также изменяется в зависимости от величины выходного отрезка, ухудшая разрешающую способность системы. В этом и заключается процесс подбора оптимальных геометрических параметров спектрометра. Из рис. 4 следует вывод, что длина выходного отрезка b = 1600 мм является оптимальной длиной для системы с $a = R$ = 300 мм.

На всех нижеприведенных графиках отображены результаты расчетов для ускоряющего напряжения в 300 кВ.

На рис. 5 представлен график изменения разрешающей способности спектрометра в зависимости от величины выходного отрезка b для системы с $a = R$ = 300 мм.

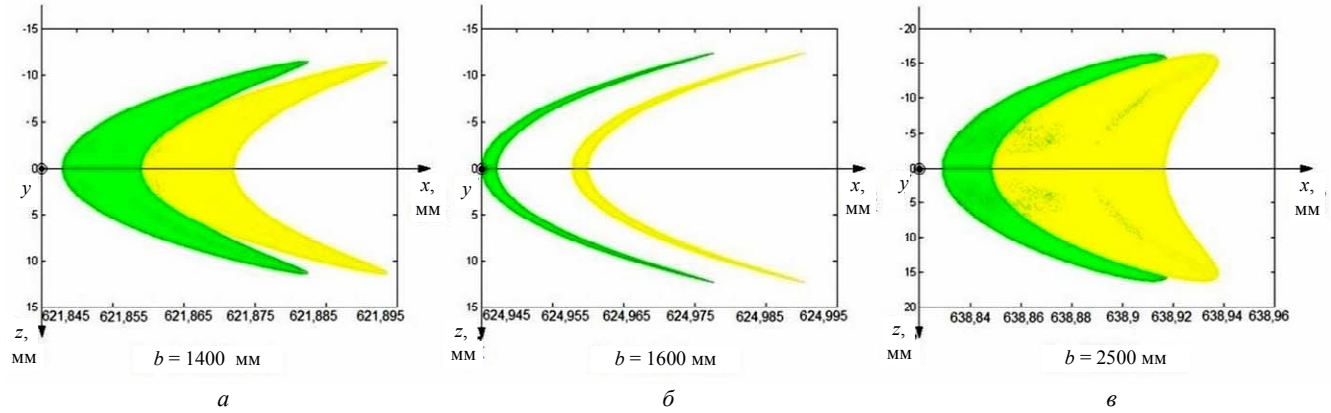

Рис. 4. Изменение дисперсии и толщины следов, засвечивания электронами на плоскости детектора. Зелёным (тёмным) цветом показан след электронов, потерявших 2000 эВ, жёлтым (светлым) — потерявших 2001 эВ

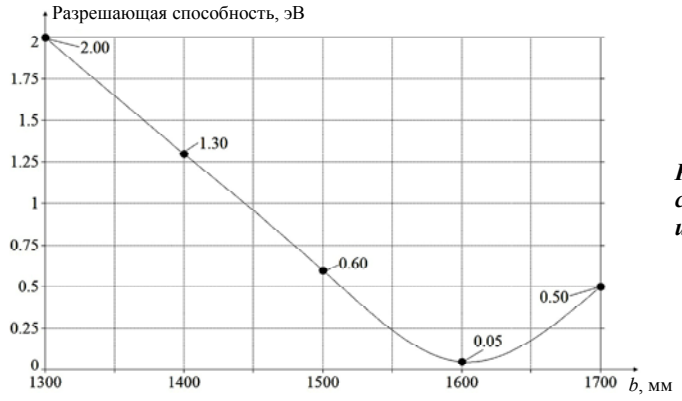

Рис. 5. График зависимости разрешающей способности системы от b при потерях энергии электронами 2000 эВ и a = R = 300 мм

На рис. 6 и 7 приведены графики зависимости разрешающей способности диспергирующего магнита от величины параметров a и R соответственно при b = 1600 мм.

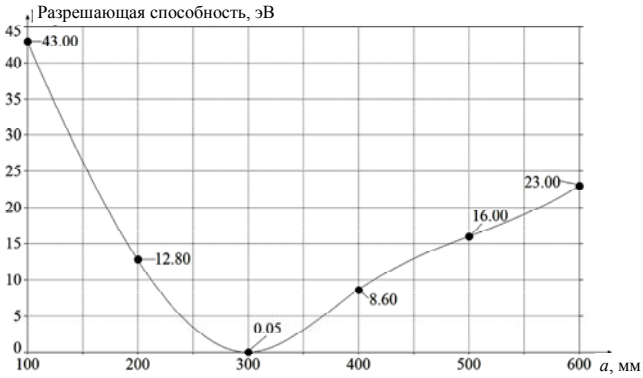

Рис. 6. График зависимости разрешающей способности при потерях в 2000 эВ от a для системы с R = 300 мм, b = 1600 мм

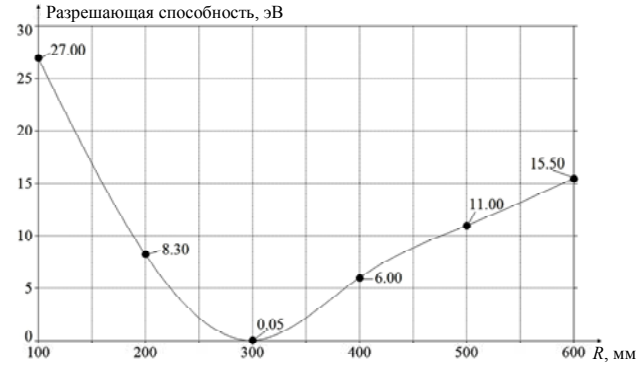

Рис. 7. График зависимости разрешающей способности при потерях в 2000 эВ от R для системы с a = 300 мм, b = 1600 мм

Из графиков, приведённых на рис. 6 и 7, можно сделать вывод, что разрешающая способность системы будет наивысшей в том случае, когда длина входного отрезка и радиус поворота магнита совпадают по величине. Иными словами, $a = R$ является условием оптимальной геометрии диспергирующего магнита такой конструкции. Следовательно, для каждой пары $a = R$ необходимо исследовать зависимость разрешающей способности от длины выходного отрезка b, чтобы подобрать его оптимальную величину.

Из графика на рис. 8 видно, что наивысшей разрешающей способностью обладают системы с параметрами: а). $a = R$ = 300 мм, b = 1600 мм; б). $a = R$ = 500 мм, b = 2650 мм; в). $a = R$ = 600 мм, b = 3200 мм. Эти спектрометры, обладая одинаковой разрешающей способностью, отличаются друг от друга. Чтобы выявить эти отличия мы исследовали влияние конструктивных параметров на дисперсию и размер областей от следов электронов на плоскости детектора. Результаты этих исследований приведены на рис. 9 и 10 соответственно.

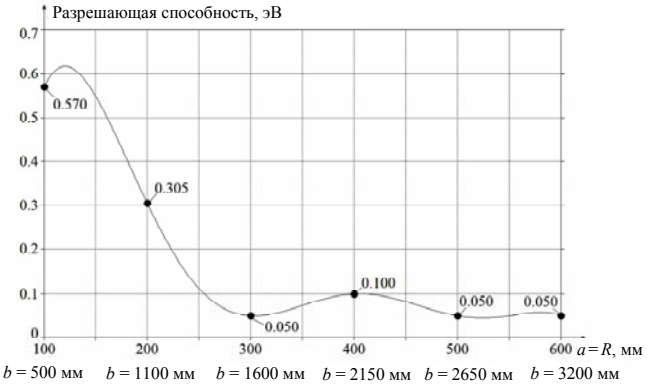

Рис. 8. График зависимости разрешающей способности системы при a = R и при потерях в 2000 эВ от величины, которой равняются a и R при оптимально подобранных b

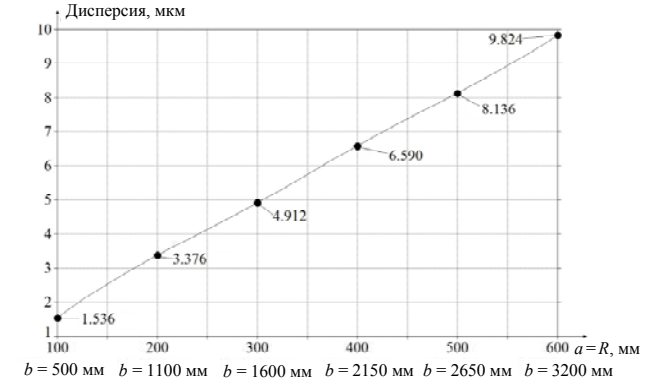

Рис. 9. График зависимости дисперсии системы от величины a = R при оптимально подобранных b относительно величины потерь энергий в 2000 эВ

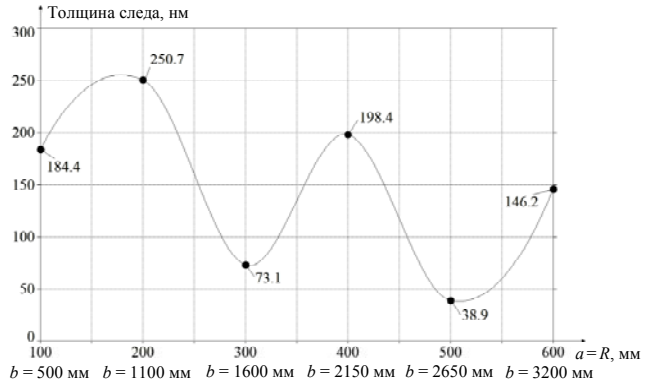

Рис. 10. График зависимости толщины области засвечивания поверхности детектора в сечении плоскостью XY электронами с потерями в 2000 эВ при a = R при оптимальной величине b

Логично, что с увеличением всех трёх геометрических параметров спектрометра увеличивается и его дисперсия. Но при этом нужно принимать во внимание, что нельзя пренебрегать ограничениями по геометрическим параметрам,

например, такими как высота потолка и расстояние от дна ПЭМ до пола. В этом случае, наоборот, предпочитаема система с наивысшей разрешающей способностью, но с меньшими габаритами. Исходя из этого, система с параметрами $a = R =$ $= 300$ мм и $b = 1600$ мм выигрывает перед другими конфигурациями.

График, приведённый на рис. 10, позволяет сделать вывод, что по величине толщины области, засвечиваемой электронами с одной энергией на плоскости детектора, все приведённые конфигурации спектрометров практически не различаются. Следовательно, выбранная на основе разрешающей способности и геометрических габаритов конструкция спектрометра (с конфигурацией $a = R =$ $= 300$ мм и $b = 1600$ мм) является оптимальной.

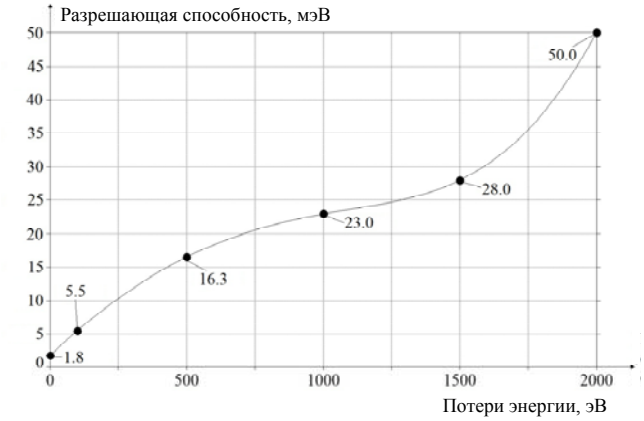

Рис. 11. График зависимости разрешающей способности системы от величины потерь энергий электронов

На графике, представленном на рис. 11, показано, как изменяется разрешающая способность выбранной системы на интервале потерь энергий от 0 до 2000 эВ. Выбор такого интервала потерь энергий обусловлен тем, что обычно энергии связи в атоме не превышают 2 кэВ [5].

Макетная конструкция диспергирующего магнита

Спектрометр проектировался для использования в электронных микроскопах с ускоряющим напряжением 100, 200 и 300 кВ, но расчёты выполнялись только для случая с 300 кВ. Скорость электронов, двигающихся под действием такого напряжения, составляет $2{,}32 \cdot 10^8$ м/с, что доказывает необходимость использования релятивистской поправки. Величина индукции магнитного поля, необходимой для поворота электронов с такой скоростью по окружности радиусом 300 мм, равняется 7,75 мТл. Напряжённость магнитного поля диспергирующего магнита 6166 А/м. При этом суммарный ток, протекающий в обмотках, равен 183,44 А. Площадь сечения витка должна составлять не меньше 0,65 мм^2, а вместе с изоляцией — приблизительно 0,8 мм^2.

Макетная конструкция диспергирующего магнита электронного спектрометра представлена на рис. 12. Материалы, из которых можно выполнить такого рода конструкцию: трубку лучепровода — из меди, в качестве изолятора — фторопласт, а всё остальное, кроме обмоток, — из пермаллоя (максимальная относительная магнитная проницаемость до 130 000, малая коэрцитивная сила [4]). Именно благодаря своим свойствам он отлично подходит для использования в конструкции диспергирующего магнита.

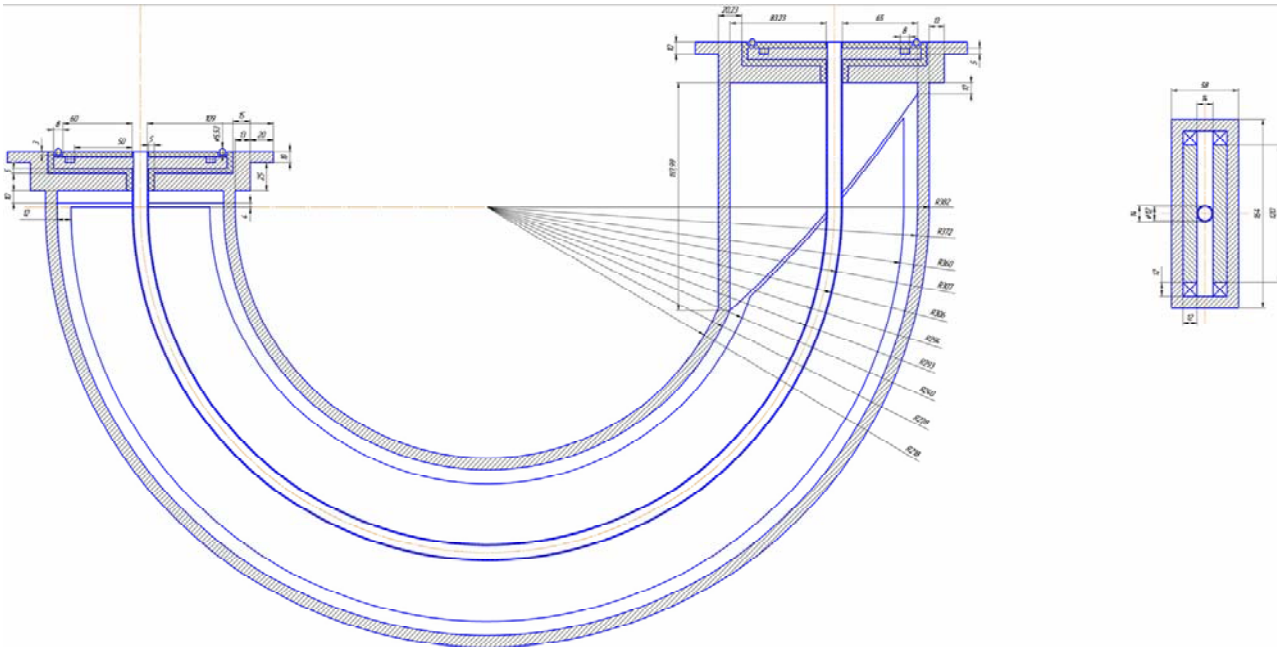

Рис. 12. Макетная конструкция диспергирующего магнита

Разрешающая способность предлагаемого спектрометра при потерях энергии на образце в 2 кэВ составляет 50 мэВ для всех трёх ускоряющих напряжений; дисперсия составляет 12,6 мкм для 100 кВ, 4,9 мкм для 200 кВ и 2,6 мкм для 300 кВ. Значение разрешающей способности в 50 мэВ достигается при разных длинах выходного отрезка. Если для 300 кВ оптимальная его длина составляет 1600 мм, то для 100 кВ она равна 1575 мм, а для 200 кВ — 1595 мм. Поэтому систему регистрации следует оснастить подвижным механизмом, регулирующим положение детектора по высоте, для работы с разными ускоряющими напряжениями.

Заключение

В работе получены математические соотношения, описывающие предложенную систему дисперсионного магнитного анализатора для спектроскопии энергии электронов. С их применением был разработан алгоритм для компьютерного моделирования системы, с помощью которого были проведены исследования, и на их основе были подобраны оптимальные геометрические параметры и эксплуатационные характеристики диспергирующего магнита.

Предложена конструкция диспергирующего магнита электронного спектрометра с разрешающей способностью, достигающей 50 мэВ при потерях энергии в 2 кэВ при ускоряющих напряжениях электронного микроскопа 100, 200 и 300 кВ.

Работа выполнена по гранту Президента Российской Федерации НШ-2787.2014.9

ЛИТЕРАТУРА

1. *Васичев Б. Н.* Электронно-зондовый микроанализ тонких плёнок. — М.: Изд. «Металлургия». 1977.
2. *Зигбан К. и др.* Электронная спектроскопия. — М.: Изд. «Мир». 1971.
3. *Глазер В.* Основы электронной оптики — М.: ГИТТЛ, 1957.
4. Таблицы физических величин: справочник. Под ред. И. К. Кикоина. — М.: Атомиздат, 1976.
5. *Синдо Д., Оикава Т.* Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия. — М.: Техносфера, 2006.
6. *Egerton R. F.* Electron Energy-Loss Spectroscopy in the Electron Microscope. — NY: Springer Science + Business Media, 2011.

Dispersal magnetic analyzer for electron energy loss spectroscopy

A. D. Shabrin[1], A. V. Lyalikov[1], B. N. Vasichev[2], V. P. Beguchev[3], and I. D. Burlakov[1,3]

[1]Orion R&P Association, Inc.
9 Kosinskaya str., Moscow, 111538, Russia

[2]Plekhanov Russian Economical University
36 Stremyannyi al., Moscow, 117997, Russia

[3]Moscow Institute of Radio Electronics and Automatics (MIREA)
78 Vernadsky av., Moscow, 119454, Russia

E-mail: alexey.shabrin@gmail.com

Received July 1, 2015

Possibilities of electronic spectroscopy for definition of element composition of materials have been observed. It is shown that it requires creating special precision equipment of vacuum electronics — an electronic spectroscope with a dispersive magnetic analyzer. An original embodiment of the dispersing magnet for electron energy loss spectrometer is suggested which can be installed on a transmitting electron microscope. Approximate mathematical description of the behavior of electrons in the field of the magnet has been held and an algorithm has been made according to this description. With this algorithm studies have been held to find out the optimal geometrical parameters of the dispersing magnet to get the best of it. A pattern of the dispersing magnet has been made.

PACS: 41.85.-p

Keywords: electronic microscopy, electronic spectroscopy, resolution on energy, dispersion of electrons on energy, cross magnetic field.

REFERENCES

1. B. N. Vasichev, *Electron-Probe Microanalyses of Thin Films* (Metallurgiya, Moscow, 1977) [in Russian].

2. K. Sigban et al., *Electronic Spectroscopy* (Mir, Moscow, 1971) [in Russian].

3. V. Glaser, *Foundations of Electron Optics* (GITTL, Moscow, 1957) [in Russian].

4. *Tables of Physical Values. Handbook.* Ed. by I. K. Kikoin (Atomizdat, Moscow, 1976) [in Russian].

5. D. Sindo and T. Oikava, *Analytical Transmission Electron Microscopy.* (Tekhnosfera, Moscow, 2006) [in Russian].

6. R. F. Egerton, *Electron Energy-Loss Spectroscopy in the Electron Microscope*. (NY: Springer Science + Business Media, 2011).