

Метод регистрации потенциала зарядки диэлектриков при ионном облучении по сдвигу границы тормозного рентгеновского спектра

© А.А. Татаринцев,¹ Н.А. Орликовский,² Н.Г. Орликовская,¹ К.Е. Озерова,¹ Я.Э. Шахова²

¹ Физический факультет Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова, 119991 Москва, Россия

² Сколковский институт науки и технологий, AICF, 121205 Москва, Россия
e-mail: tatarintsev@physics.msu.ru

Поступило в Редакцию 1 апреля 2022 г.

В окончательной редакции 19 мая 2022 г.

Принято к публикации 21 мая 2022 г.

Предложен метод измерения высоковольтных потенциалов по сдвигу границы тормозного рентгеновского спектра при зарядке диэлектриков ионами. При облучении ионами Xe^+ для генерации мягкого тормозного рентгеновского излучения предложено использовать зондирующий пучок электронов. Для нивелирования эффекта компенсации заряда на поверхности подобрана величина тока зондирующего пучка электронов. Получены значения равновесных потенциалов зарядки типичных изоляторов (Al_2O_3 -керамика, Al_2O_3 (сапфир), SiO_2 и тефлон) при разных энергиях облучения ионами. Проведено сравнение полученных данных с результатами спектрометрических исследований.

Ключевые слова: зарядка диэлектриков, ионное облучение, ФИП-СЭМ, измерение потенциала поверхности.

DOI: 10.21883/JTF.2022.09.52940.81-22

Введение

Активные поиски новых радиационно- и температуростойких материалов [1,2] для разработок современных ядерных систем привели к росту числа работ как в области исследования самих материалов, так и в области радиационной физики диэлектриков [3,4]. Так, при исследовании диэлектрических образцов стандартными методами в двухлучевых сканирующих электронных микроскопах с фокусированным ионным пучком (ФИП-СЭМ) происходит сильная зарядка диэлектриков как при электронном, так и при ионном облучении [5,6]. Если на данный момент проблеме зарядки диэлектриков при электронном облучении посвящено значительное число работ, то проблема зарядки диэлектриков при ионном облучении не является до конца изученной. При этом подавляющее большинство немногочисленных публикаций посвящено исследованию процесса зарядки для мишеней, состоящих из тонких диэлектрических пленок [7–11] на проводящей заземленной подложке. Несмотря на то что глубина пробега облучающих ионов меньше, чем толщина исследуемых пленок, для таких образцов существенное влияние оказывают токи утечки через материалы пленочных образцов, уменьшающие поверхностный потенциал. Другим важным фактором, уменьшающим равновесное значение поверхностного потенциала, является захват вторичных электронов, сгенерированных на диафрагмах или окружающих образец деталях камеры и оборудования, положительно заряженной поверхностью. Важность учета и влияния этой проблемы продемонстрированы в работах [12,13]. Так, в

публикации [14] изучался процесс зарядки массивного (не пленочного) образца кварца при облучении ионами He^+ с энергиями от 1 до 4 keV. При этом указанный равновесный поверхностный потенциал V_S , определенный экспериментально, не превосходил нескольких десятков вольт.

Одним из методов измерения высоковольтных потенциалов зарядки в процессе эксперимента является ионно-зеркальный метод, описанный в работе [15]. Здесь равновесный поверхностный потенциал $+V_S$ рассчитывался по величине аккумулированного заряда Q_t , определяемого из эксперимента. Но такой метод дает лишь оценочные результаты (погрешность 50%). Другим методом измерения кинетики $+V_S$ диэлектрика в процессе облучения их пучками ионов является спектрометрический метод [12,13]. Но данный метод тяжело реализуем в современных коммерческих установках ФИП-СЭМ и требует дополнительного оборудования.

В настоящей работе предложен метод для оценки поверхностного потенциала зарядки при ионном облучении, который легко реализуется в установках ФИП-СЭМ, оборудованных приставкой для рентгеноспектрального микроанализа. Он также позволяет подтвердить правильность выводов, которые были сделаны в работах [12,13]: величина поверхностного потенциала для массивных диэлектриков близка к ускоряющему потенциалу ионного источника, а существенное занижение потенциала поверхности является результатом захвата положительно заряженным образцом вторичных электронов.

1. Методика эксперимента

В случае отрицательной зарядки диэлектрика при облучении его электронным пучком граница тормозного спектра рентгеновского излучения сдвигается в сторону меньших энергий на величину зарядки $-qV_S$ по причине уменьшения энергии падающего электронного пучка $E_0 - qV_S$. Данный метод также применяется для измерения высоковольтных потенциалов зарядки диэлектриков при облучении электронными пучками [16].

При облучении диэлектрических материалов ионными пучками (метод PIXE) интенсивность как характеристического, так и тормозного рентгеновского излучения значительно меньше, чем при электронном облучении [17]. В настоящей работе предложен метод исследования высоковольтной положительной зарядки диэлектриков при ионном облучении, основанный на сдвиге спектра тормозного рентгеновского излучения. При этом для генерации тормозного рентгеновского излучения используется электронный зонд с меньшим на несколько порядков по величине током, чем ток ионной зарядки. Ионный пучок большей плотности, чем зондирующий электронный ток, заряжает область исследуемого образца и обеспечивает в дальнейшем динамическое равновесное состояние зарядки. После зарядки образца включается электронный зондирующий пучок с минимально возможным для получения спектра тормозного рентгеновского излучения током. Ввиду того что образец в процессе ионного облучения заряжается до потенциала $+qV_S$, энергия падающего электронного зонда будет увеличиваться в положительном поле зарядки до величины $E_0 + qV_S$, а соответствующий тормозной спектр рентгеновского излучения будет сдвигаться в область больших энергий. И по этому сдвигу также представляется возможным определить положительный потенциал зарядки. Недостатком данного метода является частичная разрядка исследуемого образца зондирующим током. Для оценки влияния этого эффекта было проведено варьирование величины зондирующего тока, что позволило подобрать отношение падающего и зондирующего тока, дающее максимальное значение измеренного потенциала. Но при этом величина зондирующего тока не может быть слишком малой, так как выбранного времени накопления спектра может не хватить для получения достаточной для определения высокоэнергетической границы спектра тормозного рентгеновского излучения статистики.

Экспериментальное исследование процесса зарядки ионами Xe^+ проводилось на электронно-ионном сканирующем микроскопе Helios G4 PFIB, оборудованном рентгеновским детектором EDAX Elite, установленном в лаборатории Advanced Imaging Core Facility в Сколковском институте наук и технологий. При этом проводились апробация методики и исследование зарядки на следующих диэлектрических образцах: монокристаллических SiO_2 и Al_2O_3 , а также дегуссите (керамика из

Al_2O_3) и тефлоне. Вначале выбранный образец заряжался расфокусированным пучком ионов Xe^+ с энергией $E_{i0} = 8$ или 16 keV и током $I_{i0} = 5 \text{ nA}$ в течение 5 min . При этом область зарядки составляла $100 \times 100 \mu\text{m}$. После чего включался зондирующий электронный пучок с энергией $E_{e0} = 1 \text{ keV}$ и током $I_{e0} = 0.4 \text{ nA}$, и одновременно запускалось накопление рентгеновского спектра. Время накопления спектра составляло 200 s . При этом заряжающий ионный пучок Xe^+ продолжал облучение заданной области в течение всего процесса регистрации рентгеновского спектра. Для оценки величины разрядки зондирующим электронным пучком проводился эксперимент на монокристаллическом SiO_2 с токами $I_{e0} = 0.2, 0.4, 0.8$ и 1.6 nA .

2. Результаты экспериментов и их обсуждение

На рис. 1 представлены спектры тормозного рентгеновского излучения, снятые на SiO_2 , заряженном расфокусированным пучком ионов Xe^+ с $E_{i0} = 8 \text{ keV}$ и током $I_{i0} = 5 \text{ nA}$ при разных значениях тока зондирующего электронного пучка I_{e0} . Как показали наши эксперименты, граница тормозного спектра при токе $I_{e0} \leq 0.4 \text{ nA}$ практически не сдвигается, а уже при больших токах сдвиг границы существен.

Рассмотрим ошибку, возникающую за счет разрядки поверхности заряженного диэлектрика зондирующим электронным пучком. При зарядке исследуемого образца SiO_2 ионным пучком Xe^+ с энергией $E_{i0} = 8 \text{ keV}$ максимально возможный потенциал зарядки ограничивается величиной 8 kV . При этом, если облучать такую заряженную поверхность электронами с энергией $E_{e0} = 1 \text{ keV}$, то максимально допустимое значение энергии рентгеновских фотонов будет составлять $E_{i0} + E_{e0} = 9 \text{ keV}$. Из предположения, что максимально возможный потенциал зарядки будет составлять 8 kV , можно найти, что приведенная погрешность не будет превышать значение

$$\gamma = 1 - \frac{eV_{S0}}{(E_{i0} + E_{e0})}, \quad (1)$$

где V_{S0} — равновесное значение потенциала поверхности, измеренное по сдвигу спектра тормозного рентгеновского излучения. Зависимость приведенной величины поверхностного потенциала от отношения тока ионного пучка к току зондирующего пучка показана на рис. 2.

Как видно из рис. 2, погрешность измерения поверхностного потенциала при отношении $I_{i0}/I_{e0} \sim 12.5$ может быть не более 2.5%, что является приемлемым для представленного метода. При этом, если уменьшать величину зондирующего электронного тока до значения $I_{i0} \leq 200 \text{ pA}$, то сильно уменьшается скорость счета спектрометра и за выбранное время накопления спектра не удастся накопить достаточную для определения высокоэнергетической границы спектра выборку.

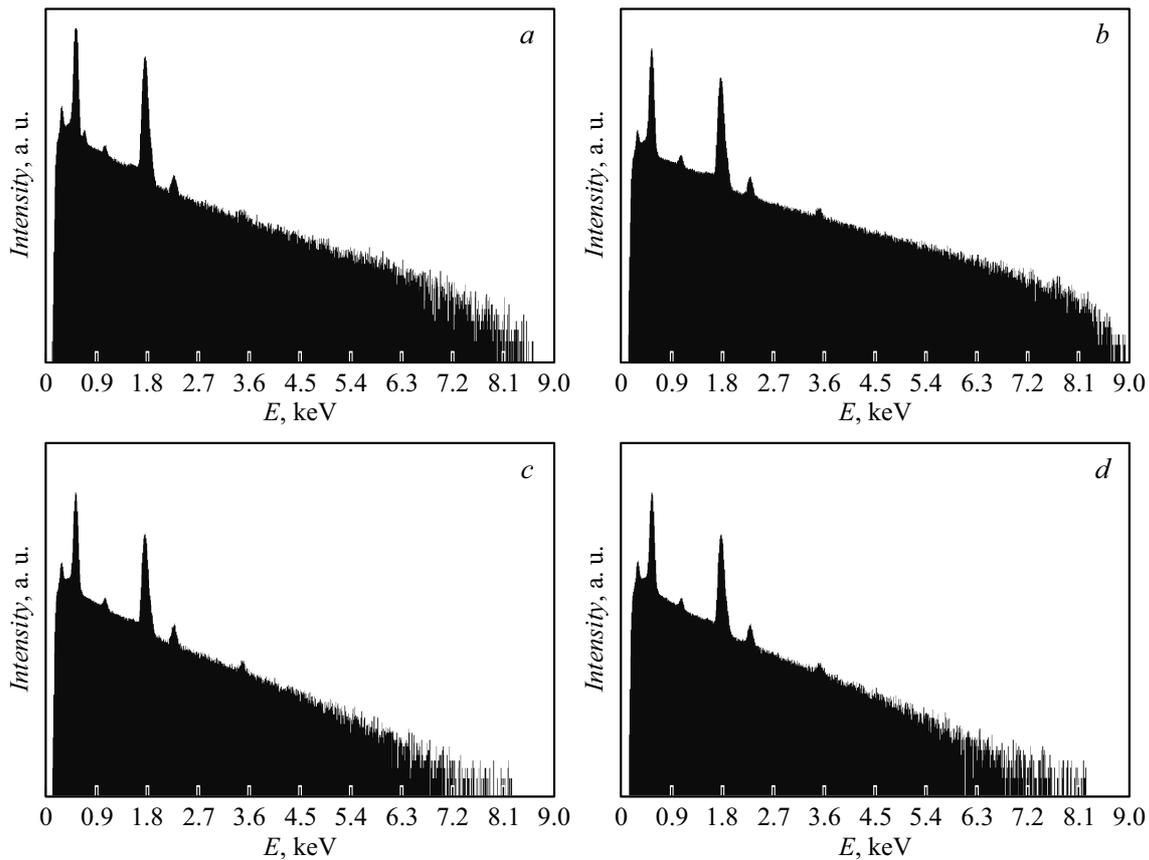


Рис. 1. Сдвиг границы спектра тормозного излучения для SiO_2 , заряженного расфокусированным пучком ионов Xe^+ с $E_{i0} = 8 \text{ keV}$ при разных значениях тока зондирующего электронного пучка I_{e0} : *a* — 200 пА, *b* — 400 пА, *c* — 800 пА, *d* — 1600 пА. Энергия зондирующего электронного пучка $E_{e0} = 1 \text{ keV}$.

Это приводит к увеличению погрешности определения этой границы спектра, а тем самым и к определению поверхностного потенциала образца. Таким образом, для оценки равновесного значения поверхностного потенциала зарядки диэлектриков при ионном облучении можно подобрать соотношение значений плотности заряжающего и зондирующего тока. И также из этой зависимости видно, что при отношении $I_{i0}/I_{e0} > 12$ (при условии, что зондирующий ток $I_{i0} > 200 \text{ пА}$) ток зонда не существенно разряжает исследуемый образец. Недостатком данного метода является относительно низкая точность определения границы спектра тормозного рентгеновского излучения ввиду малой статистики на высокоэнергетической границе спектра.

На рис. 3 приведены зависимости поверхностного потенциала $V_S(E_0)$ от энергии первичных ионов, измеренные по сдвигу спектра вторичных ионов в процессе зарядки (из работы [12]) и по представленной методике.

Ионно-спектроскопические исследования проводились для образцов SiO_2 , сапфира и тефлона при облучении их ионным пучком Ar^+ , сформированным дуоплазматроном Арденне. При определении значений поверхностного потенциала по представленному методу из измеренного значения границы тормозного спектра вычитает-

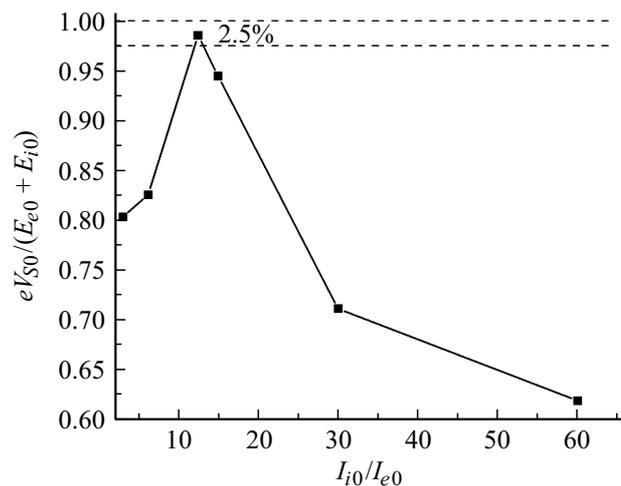


Рис. 2. Зависимость приведенной величины поверхностного потенциала $(eV_{S0})/(E_{i0} + E_{e0})$ от отношения силы тока ионного пучка к силе тока зондирующего пучка электронов I_{i0}/I_{e0} . Штриховыми линиями показан диапазон относительной погрешности 2.5%.

ся энергия зондирующего тока электронов — 1 keV. Несмотря на то что в представленном сравнении зарядка

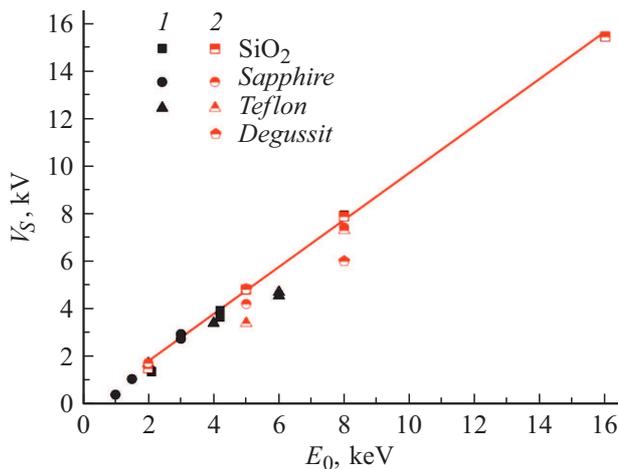


Рис. 3. Зависимость равновесного значения потенциала поверхности для разных образцов от кинетической энергии первичного пучка ионов инертных газов $V_s(E_0)$, измеренных двумя разными способами: методом спектрометрии вторичных ионов [12] при облучении образцов ионами Ag^+ (1) и по сдвигу границы спектра тормозного рентгеновского излучения при зарядке образцов ионами Xe^+ (2).

проводилась при облучении ионами разных инертных газов, результирующие значения поверхностного потенциала V_s хорошо укладываются на одну прямую, близкую по значению к потенциалу ионной пушки E_0/e . Как видно из рис. 3, при правильной подборке зондирующего тока оба метода дают схожие результаты. Но в отличие от спектрометрического метода, этот подход не дает кинетических результатов, а только значение равновесного состояния зарядки. Также можно сделать вывод, что значение равновесного потенциала зарядки для инертных газов не зависит от химического состава инертного газа, а только от энергии падающего ионного пучка.

Заключение

Предложен новый метод определения равновесного потенциала зарядки при ионном облучении, позволяющий проводить исследования в стандартных ФИП-СЭМ системах, оборудованных энергодисперсионным рентгеновским спектрометром. Данный метод при правильной подборке величины зондирующего тока позволяет получить значения равновесного потенциала зарядки с приемлемой погрешностью — не более 2.5%. Представленный метод не позволяет получать кинетические характеристики зарядки, но позволяет измерять значение равновесного потенциала поверхности диэлектрика.

Большое влияние на точность измерения указанным методом оказывает точность определения высокоэнергетической границы спектра тормозного рентгеновского излучения. В процессе апробации нового метода было показано, что величина равновесного потенциала

зарядки диэлектриков при ионном облучении близка к ускоряющему потенциалу источника ионов. Другими словами, для ионного облучения в килоэлектронвольтовом диапазоне энергий отсутствует механизм, регулирующий равновесное значение потенциала поверхности. Из сравнения метода спектрометрии вторичных ионов с предложенным методом видно, что равновесное значение поверхностного потенциала при зарядке ионами аргона и ксенона практически одинаково.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] S.J. Zinkle, G.S. Was. *Acta Mater.*, **61**, 735 (2013). DOI: 10.1016/j.actamat.2012.11.004
- [2] J. Knaster, A. Moeslang, T. Muroga. *Nature Phys.*, **12**, 424 (2016). DOI: 10.1038/NPHYS3735
- [3] F.G. Ferré, A. Mairov, M. Vanazzi, Y. Serruys, F. Leprêtre, L. Beck, L.V. Brutzel, A. Chartier, M. Beghi, K. Sridharan, F.D. Fonzo. *Acta Mater.*, **143**, 156 (2018). DOI: 10.1016/J.ACTAMAT.2017.10.011
- [4] A. Baggott, M. Mazaheri, B.J. Inkson. *J. Europ. Ceramic Soc.*, **39**, 3620 (2019). DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2019.05.012
- [5] K. Ohya, T. Yamanaka, D. Takami, K. Inai. *Proc. SPIE*, **7729**, 77290V (2010). DOI: 10.1117/12.853488
- [6] Yu.V. Petrov, A.E. Anikeva, O.F. Vyvenko. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, **425**, 11 (2018). DOI: 10.1016/j.nimb.2018.04.001
- [7] K. Ohya. *J. Vac. Sci. Technol. B*, **32**, 06FC01 (2014). DOI: 10.1116/1.4896337
- [8] J. Shi, M. Fama, B. Teolis, R.A. Baragiola. *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B*, **268** (19), 2888 (2010). DOI: 10.1016/J.NIMB.2010.04.013
- [9] T. Nagatomi, T. Kuwayama, Y. Takai, K. Yoshino, Y. Morita, M. Kitayama, M. Nishitani. *Appl. Phys. Lett.*, **92**, 084104 (2008). DOI: 10.1063/1.2888957
- [10] S. Yogeve, J. Levin, M. Molotskii, A. Schwarzman, O. Avayu, Y. Rosenwaks. *J. Appl. Phys.*, **103**, 064107 (2008). DOI: 10.1063/1.2895194
- [11] R.A. Baragiola, M. Shi, R. Vidal, C. Dukes. *Phys. Rev. B*, **58**, 13212 (1998). DOI: 10.1103/PHYSREVB.58.13212
- [12] К.Ф. Миннебаев, Э.И. Рау, А.А. Татаринцев. *ФТТ*, **61** (6), 1090 (2019). DOI: 10.21883/FTT.2019.06.47683.356 [K.F. Minnebaev, E.I. Rau, A.A. Tatarintsev. *Phys. Solid State*, **61** (6), 1013 (2019). DOI: 10.1134/S1063783419060118]
- [13] E.I. Rau, A.A. Tatarintsev, E.Yu. Zykova, K.E. Markovets, K.F. Minnebaev. *Vacuum*, **177**, 109373 (2020). DOI: 10.1016/j.vacuum.2020.109373
- [14] F. Lefebvre, J. Vigouroux, J. Perreau. *J. Appl. Phys.*, **65**, 1683 (1989). DOI: 10.1063/1.343420
- [15] F. Crocchio, C. Riccardi. *J. Microscopy*, **229**, 39 (2008). DOI: 10.1111/j.1365-2818.2007.01866.x
- [16] X. Meyza, D. Goeuriot, C. Guerret-Piecourt, D. Treheux, H.-J. Fitting. *J. Appl. Phys.*, **94** (8), 5384 (2003). DOI: 10.1063/1.1613807
- [17] M. Nastasi, J.W. Mayer, Y. Wang. *Ion Beam Analysis. Fundamentals and Applications* (CRC Press, London, 2015)