

УДК 535.853-52

## АППАРАТУРА И ПРОГРАММНЫЕ СРЕДСТВА ДЛЯ СОЗДАНИЯ ЭЛЕКТРОННО-ЗОНДОВЫХ АНАЛИТИЧЕСКИХ ПРИБОРОВ

© Ю.А. Демин, Е.Л. Демченко, В.А. Ильин,  
В.В. Лучинин, А.А. Петров, М.Ю. Феоктистов

*Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет,*

Поступила в редакцию 14 января 1999 г.

В работе приводятся результаты разработки аппаратуры и программных средств для автоматизированных электронно-зондовых комплексов различного функционального назначения (растровой электронной микроскопии, Оже-электронной спектроскопии и рентгеноспектрального микроанализа). Рассмотрены структурные схемы, основные технические характеристики базовых модулей, возможности унифицированных программных средств по управлению прибором, сбору, обработке и интерпретации экспериментальных данных.

В последние годы значительно возросла вычислительная мощность персональных компьютеров, вследствие чего все функции по управлению прибором, контролю текущих параметров, съему, предварительной обработке и анализу экспериментальных данных можно осуществлять в режиме реального времени. Одновременно резко сокращается аппаратная часть прибора за счет реализации многих управляющих функций чисто программным путем, что, наряду с непосредственной экономией средств на разработку и изготовление прибора, значительно облегчает модификацию стратегии управления его рабочими параметрами путем изменения программного кода.

Увеличение номенклатуры и удешевление элементной базы — в первую очередь, в отношении прецизионных ЦАП и АЦП [1,2], БИС перепрограммируемых микроконтроллеров, позволяет произвести коренной пересмотр принципов построения аппаратной части измерительных комплексов, а также дает возможность существенно расширить аналитические возможности разрабатываемых приборов и модернизировать комплексы, находящиеся в эксплуатации.

В настоящей работе приводятся основные принципы построения аппаратных средств растровой электронной микроскопии, Оже-электронной спектроскопии и рентгеноспектрального микроанализа и реализации унифицированной программной оболочки для работы с ними.

### АППАРАТНАЯ РЕАЛИЗАЦИЯ ЭЛЕКТРОННО-ЗОНДОВОГО КОМПЛЕКСА

Основным требованием к разрабатываемой аппаратуре была ее полная автоматизация: управление всеми параметрами прибора осуществляется через персональный компьютер. При этом ставилась цель создать набор модулей, имеющих пара-

метры на уровне современных зарубежных аналогов, а по стоимости — значительно ниже их. В идеологию разрабатываемой аппаратуры закладывалась возможность модернизации отдельных модулей комплекса и наращивания возможностей путем введения новых блоков.

Комплекс электронно-зондовых измерений подразумевает наличие базового комплекта — для получения электронного пучка и изображения во вторичных электронах, и специализированных устройств: регистрации вторичного рентгеновского излучения, Оже-электронов, катодоллюминесценции, а также вспомогательных систем (вакуумная часть, управление столом и др.).

В основу проектной концепции были заложены следующие принципы.

- Модульность исполнения (модули выполняются в конструктиве ЕВРОПА-2 размером 232x220 мм и имеют законченное функциональное назначение).
- Применение индивидуальных импульсных источников питания.
- Сепарация потоков данных по двум магистралям: быстрой — 2Мбайт/с, и медленной — последовательной, с использованием оптронных развязок для увеличения помехозащищенности и стабильности выходных параметров.

Разработанный комплект аппаратуры включает в себя следующие технические системы:

- формирования электронного пучка (высокое напряжение, накал, смещение, линзы, юстировки);
- формирования изображения (растр и видеосигнал);
- управления вакуумной системой;
- управления столом;
- модули специального применения (рентгеноспектральный микроанализ, Оже-электронная

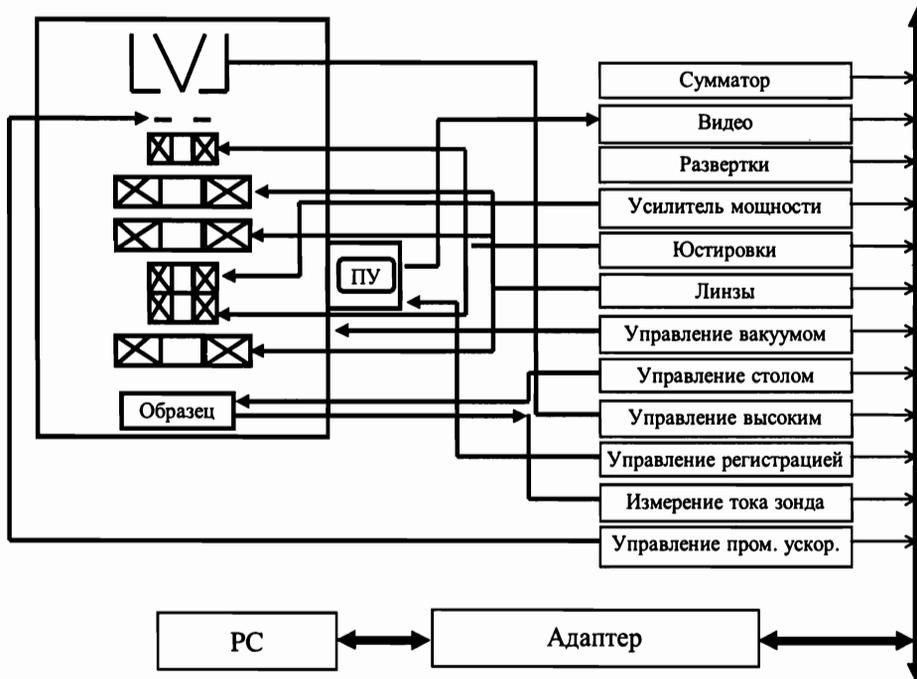


Рис. 1. Структурная схема базового комплекта

спектроскопия, измерение тока зонда и др.) источники питания для датчиков регистрации (вторичной электронной эмиссии, Оже-электронов, рентгеновского характеристического излучения и др.) Структурная схема базового комплекта приведена на рис. 1.

Рассмотрим кратко технические параметры и характеристики основных систем аппаратного комплекса.

### 1. СИСТЕМА ФОРМИРОВАНИЯ ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА

Состав и параметры системы отражены в табл. 1.

Табл. 1. Системы формирования электронного пучка.

Параметр	Величина	Разрядность	Стабильность	Примечание
<b>Электромагнитная система</b>				
Блок управления высоковольтным источником питания				
Высокое U	0,1...30 кВ	12	0,001%	Имеется контроль параметров: высокое U, накал, ток пушки 10 разр. АЦП
Накал	0...3 А	12	0,01%	
Смещение	0-1000 В	12	0,01%	
Модуль 1. Управление электромагнитными линзами				
Конденсор 1	0...1 А	12	0,001%	
Конденсор 2	0...1 А	12	0,001%	
Объектив	0...2 А	16	0,0004%	

Модуль 2. Управление юстировками				
Юстировки	+/-200 мА	12	0,004%	3 канала
Катушки	+/- 2 А	16	0,004%	X,У
Электростатическая система				
Модуль 4. Управление высоковольтным источником питания				
Высокое U	0,05...6 кВ	12	0,001%	Имеется контроль параметров: высокое U, накал, ток пушки 10 разр. АЦП
Накал	0...3 А	12	0,01%	
Смещение	0-200 В	12	0,01%	
Модуль 5. Управление юстировками				
Юстировки	+/- 100 В	12	0,004%	3 пары пластин
Модуль 6. Выходной усилитель отклоняющих пластин				
Пластины	+/- 100 В	16	0,004%	X,У

## 2. СИСТЕМА ПОЛУЧЕНИЯ РАСТРОВОГО ИЗОБРАЖЕНИЯ

Данная система включает в себя четыре основных модуля: генератор разверток, усилитель мощности, видеоусилитель, модуль цифровой обработки изображения.

Их структурные схемы приведены на рис. 2 и рис. 3.

Генератор развертки выполнен на двух модулях — модуле формирователя строчного и кадрового пилообразного напряжения и модуле выходного усилителя мощности. Генератор развертки выполнен на 16-ти разрядном АЛУ и поддерживает сле-

дующие режимы: растр, 1/2 изображения, электронная «лупа», «линия», «точка», развертка от персонального компьютера. Размер растра — от 4х4 до 65536х63536, шаг дискретизации от 1 до 16384.

Модуль выходного усилителя мощности позволяет производить вращение изображения 0...360° через 0,5°, увеличивать изображение в диапазоне 20...200000 крат, при этом максимальный выходной ток электромагнитных катушек +/- 2А (модуль 3, табл.1), а напряжение для электростатических пластин составляет +/- 100В (модуль 6, табл.1).

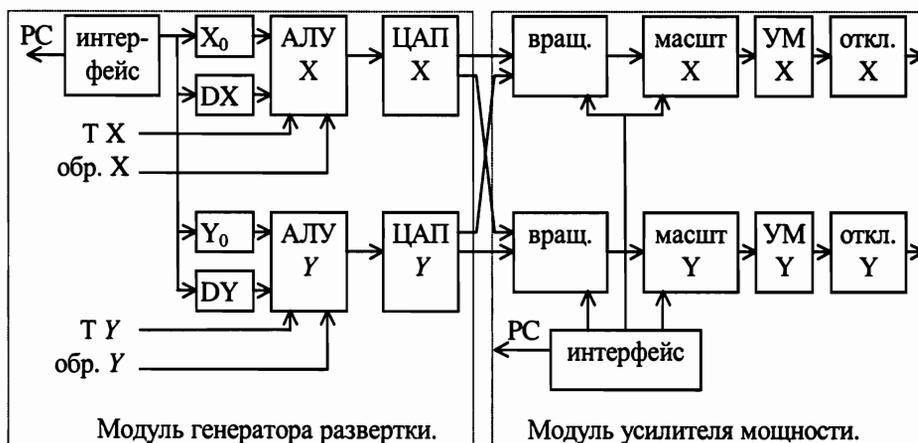


Рис. 2. Структурная схема генератора разверток и усилителя мощности

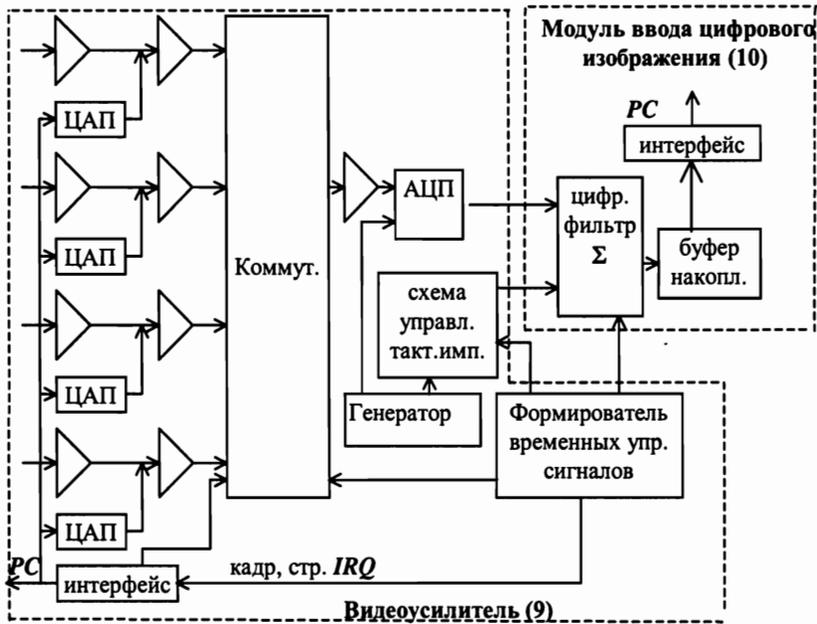


Рис. 3. Структурная схема видеоусилителя (ВУ) и модуля цифровой обработки информации



Рис. 4. Модуль обработки сигнала с рентгеновского пропорционального счетчика (модуль 11). Упрощенная схема

В модуле ВУ расположены усилители, позволяющие получать изображение с 4-х различных датчиков. Входной сигнал с датчика 100 мВ. В каждом канале регистрации предусмотрена возможность компенсации постоянной составляющей в диапазоне  $\pm 1$  В. Коммутатор позволяет производить микширование сигналов с различных усилителей. После коммутатора сигнал поступает на 8-разрядный АЦП. В модуле расположен генератор, импульсы с которого поступают на формирователь временных управляющих сигналов для отсчета времени экспозиции в точке прямого и обратного хода луча по оси X и Y и управления цифровым фильтром. В модуле цифровой обработки видеосигнала имеется 8-ми разрядный усредняющий цифровой фильтр и буферное ОЗУ, позволяющее запоминать строку с последующей передачей в компьютер. Емкость буфера составляет 65536 байт.

### 3. МОДУЛИ СПЕЦИАЛЬНОГО ПРИМЕНЕНИЯ

#### 3.1. Модуль обработки сигнала с рентгеновского пропорционального счетчика

Упрощенная структурная схема разработанного модуля показана на рис. 4.

Предварительно усиленный импульс поступает на программируемый усилитель и далее — на компаратор событий. При любом положительном перепаде взводится триггер. Схема об-

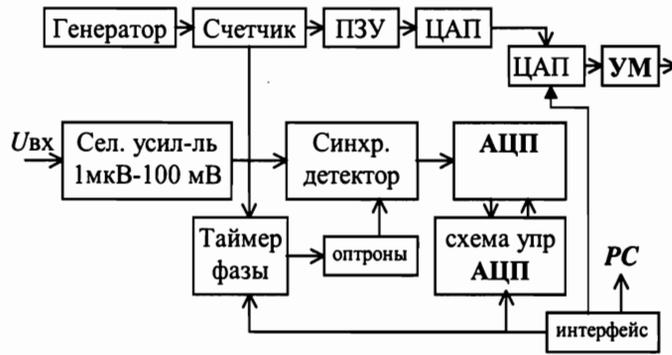


Рис. 5. Структурная схема модуля регистрации Оже-спектров (модуль 12)

работки событий формирует сигналы для управления работой интегратора и производит анализ наложения импульсов. В паузе с помощью усилителя постоянной составляющей (УПС) производится балансировка интегратора. После интегрирования сигнал поступает на буферный усилитель, и далее — на компараторы верхнего и нижнего порога. В зависимости от режима работы (дифференциальный/интегральный) производится их анализ. Постоянную времени накопления интегратора можно изменять программно в зависимости от применяемого счетчика. Таймер задает время накопления импульсов рентгеновского излучения. Сформированный импульс поступает на вход счетчика. По истечении времени экспозиции выдается сигнал «готовность» и производится ввод данных в РС.

Основные технические характеристики модуля:

режим работы	дифференциальный/ интегральный
коэффициент усиления	10...5120
постоянная времени	0,3/1,8 мкс
нижний/верхний порог	0,02...5,12 В
время накопления	0,001...10000 с
емкость счетчика	32 разряда
режекция наложенных импульсов	есть/нет

### 3.2. Модуль регистрации спектров Оже-электронов

Структурная схема модуля регистрации Оже-спектров приведена на рис.5.

## 4. ИСТОЧНИКИ ПИТАНИЯ ДАТЧИКОВ РЕГИСТРАЦИИ (ВТОРИЧНОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ ЭМИССИИ, ОЖЕ-ЭЛЕКТРОНОВ, РЕНТГЕНОВСКОГО ХАРАКТЕРИСТИЧЕСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ)

При разработке ИП основное внимание уделялось вопросам стабильности выходных параметров, минимизации взаимных электромагнитных помех и возможности непосредственного цифрового управления. Основные технические параметры ИП приведены в табл.2.

## 5. РЕАЛИЗАЦИЯ ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Как уже упоминалось, разработка абстрактной оболочки для спектроскопических исследований привела в конечном счете к созданию целой серии прикладных программно-аппаратных продуктов, предназначенных для работы в составе комплексов:

- рентгеноспектрального микроанализа,
- рентгенофлуоресцентного (в том числе энергодисперсионного) анализа,
- Оже-электронной спектроскопии.

Возможности программного комплекса позволяют автоматически выбирать оптимальные условия измерения (например, тип кристалла анализатора, пороги дискриминации, порядок отражения в РСМА и РСФА). При просмотре измеренных спектров имеется контекстная всплывающая подсказка с интерпретацией обнаруженных линий, возможно наложение на спектр штрих-диаграмм любого набора элементов, построение комбинационных спектров (сложение, вычитание, умножение). Предусмотрена возможность документирования спектров, протоколирование хода измерения, поиск спектра по дате измерения или по вхождению заданной строки в комментарии.

**Табл. 2.** Системы электропитания для различных датчиков: вторично-электронная эмиссия, Оже-электроны, рентгеновское характеристическое излучение

Параметр	Величина	Разрядность	Стабильность	Примечание
Модуль 13. Источник питания для детектора Эверхарта-Торнли				
ФЭУ	-0,15...-1,638 кВ	12	0,01%	
сцинтиллятор	0,5...16,384 кВ	12	0,01%	
коллектор	+/- 500 В	12	0,01%	
Модуль 14. Источник питания ВЭУ				
ВЭУ	0,25...5кВ	12	0,004%	2 источника
Модуль 15. Питание рентгеновского пропорционального счетчика				
Напряжение	100...4096В	12	0,004%	2 источника

В ходе разработки продуктов для рентгеновских исследований решались следующие проблемы, связанные с автоматической и полуавтоматической интерпретацией спектров. При автоматическом определении элементного состава основная сложность заключалась во взаимном наложении пиков второго и первого порядков, наложении линий разных серий или в пределах одной серии, в определении порога отсеивания шумовых выбросов, и (в энергодисперсионном анализе) в разделении линий-сателлитов.

Обычно применяемый [3] алгоритм для определения интенсивностей налагающихся спектральных линий — введение функции многих переменных вида

$$I = \sum_{i=1}^N Sp(\lambda_i, A_i),$$

где  $Sp$  — функция, описывающая форму единичного пика с максимумом в точке  $\lambda$  и амплитудой  $A$ , соответственно, при моделировании реального спектра сначала тем или иным способом (обычно — кусочной аппроксимацией полиномом второй-третьей степени) вычитался фон (в

основном рассеянное излучение трубки), а затем подбирались начальные значения положения и амплитуды пиков, затем следовало последовательное приближение расчетной зависимости к экспериментальной по критерию СКО. Интерпретация тех или иных серий пиков обычно производилась оператором установки.

В описанном продукте применен иной подход. Пусть каждому элементу из всех, по которым проводится анализ (точнее, чьи длины волн находятся в диапазоне чувствительности прибора) соответствует нормированный эталонный спектр  $Sp_i(\lambda)$ . Пусть количество анализируемых элементов равно  $N$ , а количество отсчетов спектра равно  $M$ . Тогда результирующий спектр (без учета фона) можно описать произведением матрицы размерности  $[M*N]$ , состоящей из столбцов — эталонных спектров отдельных элементов, на вектор-столбец размерности  $N$ , представляющий собой интенсивности нормированных спектров. Таким образом, приравняв расчетный суммарный спектр к экспериментальному  $ESp(\lambda)$ , получим переопределенную (при  $N \ll M$ ) систему линейных уравнений, не имеющую в общем случае корректного решения:

$$\begin{bmatrix} Sp_1(\lambda_1) & Sp_2(\lambda_1) & \dots & Sp_N(\lambda_1) \\ Sp_1(\lambda_2) & Sp_2(\lambda_2) & \dots & Sp_N(\lambda_2) \\ \dots & \dots & \dots & \dots \\ Sp_1(\lambda_M) & Sp_2(\lambda_M) & \dots & Sp_N(\lambda_M) \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} A_1 \\ A_2 \\ \dots \\ A_N \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} ESp(\lambda_1) \\ ESp(\lambda_2) \\ \dots \\ ESp(\lambda_M) \end{bmatrix},$$

Приближенное решение задач данного класса находится путем рассмотрения системы линейных уравнений более низкого порядка, полученной путем умножения правой и левой части равенства на транспонированную матрицу  $Sp(i,j)$ :

$$Sp \cdot A \cdot Sp^T = ESp \cdot Sp^T.$$

Причем, становится возможным также автоматическое удаление фоновой составляющей спектра при условии возможности описания ее неким семейством функций — например, полиномом низкого порядка, набором экспонент, рядом Фурье или функцией, специфичной для данного механизма возбуждения.

За счет наличия в снятом спектре шумов и из-за погрешностей, связанных с вычитанием фоновой составляющей, кроме реальных интенсивностей существующих линий для всех остальных элементов значения  $A_i$  будут случайно распределены в окрестности нуля.

Далее осуществляется фильтрация спектра по следующему алгоритму.

1. Система уравнений редуцируется за счет исключения элементов, для которых интенсивность линии оказалась отрицательной, затем производится перерасчет интенсивностей, процедура повторяется до исчезновения всех отрицательных значений.
2. Подсчитывается среднеквадратичная амплитуда всех исключенных амплитуд.
3. Из конечного набора положительных интенсивностей исключаются те, которые не удовлетворяют условию
 
$$A_i < 3 \cdot \bar{A}_{neg}.$$
 (то есть лежащие в пределах возможных шумовых выбросов).
4. Производится окончательный перерасчет для оставшихся элементов.

Также для исключения ошибочной интерпретации линий выводится список всех возможных наложенных линий разных серий и порядков.

Следующим алгоритмом, примененным в программном продукте, является итерационная деконволюция, позволяющая значительно улучшить энергетическое (или волновое) разрешение полученного экспериментального спектра при условии удовлетворительного соотношения сигнал/шум. Последнее достигается обычно увеличением экспозиции, в то время как разрешение прибора является фиксированной величиной (или ограничено рядом факторов — например, для энергодисперсионного рентгеновского анализа уширение линии в том числе есть функция загрузки ППД и интенсивности электромагнитных наводок).

Указанный алгоритм позволяет получить улучшение разрешения до 1,5–2 раз, причем результат критичен к правильности определения аппаратной функции и к соотношению сигнал-шум, которое в ходе деконволюции заметно ухудшается.

В модуле обработки растровых изображений возможна автоматическая коррекция яркости и контрастности изображения в реальном масштабе времени, устранение фликкер-шумов медианным фильтром, а также переход от серой шкалы к цветовому контрасту (128 градаций). Возможно построение композитного изображения «в рентгеновских лучах» по нескольким выбранным элементам с разрешением, ограниченным общим временем экспозиции. Возможно произведение коррекции трапецидальных и подушкообразных искажений раstra с целью корректной «склейки» сверхбольших изображений из отдельных фрагментов.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ.

Более чем десятилетний опыт работ в области автоматизации аналитических электронно-зондовых систем, нашедший свое воплощение в первых автоматизированных отечественных растровых и просвечивающих электронных микроскопах РЭМ-102Э, ПЭМ-100, ПЭМУ, созданных совместно с Сумским ПО «Электрон» и рентгеновском микроанализаторе MAP-5 (совместно с Красногорским механическим заводом), экспериментальной модели Оже-спектрометра (совместно с Институтом аналитического приборостроения РАН), а также последние работы по комплексной модернизации рентгеновских микроанализаторов MAP-3 и ЭМР.Э-70-005, выполненные в интересах Института химии силикатов РАН и Института электронных технологий (г. Нанкин, КНР), позволили сформировать современную концепцию построения автоматизированных электронно-зондовых приборов и реально воплотить ее в ряде конкретных аналитических комплексов, созданных на перспективной элементной базе с использованием унифицированных программных средств.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Analog Devices/Data Conversion Products data-book. – Analog Devices. Inc. 1989-1990.
2. Analog Devices Designer's CD reference manual. – Analog Devices. Inc. 1996.
3. Бардин Б.В., Белов В.Д., Мамро Н.В.//Научное приборостроение. 1997. Т.7, №1-2. С.64.

## **THE INSTRUMENTS AND SOFTWARE TOOLS FOR ELECTRON-PROBE ANALYTICAL DEVICES DEVELOPMENT**

**Yu. A. Diomin, E.L. Demchenko, V.A. Il'in,  
V.V. Luchinin, A.A. Petrov, M. Yu. Feoktistov**

*St. Petersburg State Electrotechnical University*

The results of development of instruments and software shell for the automated multipurpose electron-probe measurements (scanning electron microscopy, Auger-electron spectroscopy, X-ray microanalysis) were reported in this study. The block-schemes, main parameters of basic modules, the abilities and features of unified software tools for device control, experimental data collection, processing and interpretation were described.