02

Перспективы использования рентгеновских трубок с автоэмиссионным катодом и "прострельным" анодом в диапазоне мягкого рентгеновского излучения

© М.М. Барышева,^{1,2} С.Ю. Зуев,¹ А.Я. Лопатин,¹ В.И. Лучин,¹ А.Е. Пестов,¹ Н.Н. Салащенко,¹ Н.Н. Цыбин,¹ Н.И. Чхало¹

¹Институт физики микроструктур РАН, 607680 Нижний Новгород, Россия ²Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, 603950 Нижний Новгород, Россия e-mail: aepestov@ipm.sci-nnov.ru

Поступило в Редакцию 28 апреля 2020 г. В окончательной редакции 28 апреля 2020 г. Принято к публикации 28 апреля 2020 г.

Использование автоэмиссионных катодов в конструкциях рентгеновских трубок требует размещения катодного узла с малым зазором от анода, а это затрудняет вывод излучения. Наибольшие сложности возникают при генерации относительно мягкого спектра с длинами волн 1-10 nm: в этом случае ускоряющее напряжение не превышает нескольких kV, а межэлектродный зазор — нескольких сотен μ m. В работе экспериментально продемонстрированы возможности применения субмикронных пленок на основе бериллия как "прострельных" анодов для генерации линии Ве K_{α} ($\lambda = 11.4$ nm) и сопутствующего тормозного спектра. В частности, зарегистрировано характеристическое излучение трубки с автоэмиссионным лезвийным катодом и пленочным Ве-анодом, установленной в схему решеточного спектрометра скользящего падения. Определены характеристики бериллиевых пленок, необходимые при проектировании рентгеновских трубок такого типа с большей выходной мощностью.

Ключевые слова: автоэмиссия, рентгеновская трубка, тонкопленочная мишень.

DOI: 10.21883/JTF.2020.11.49966.150-20

Введение

Активное развитие оптики мягкого рентгеновского (MP) и экстремального ультрафиолетового (ЭУФ) диапазонов требует совершенствования аппаратной базы метрологического оборудования с целью повышения оперативности и качества контроля структурных и отражательных характеристик многослойных зеркал элементов, практически не имеющих альтернатив при построении светосильных оптических приборов и схем в указанной области спектра. Значительное влияние на точность измерения параметров зеркал оказывают флуктуации интенсивности источника излучения, который чаще всего является наименее стабильным во времени элементом измерительного тракта. Поэтому важной задачей является повышение стабильности источников МР и ЭУФ излучения, в том числе и рентгеновских трубок (РТ), традиционно широко используемых в недорогих лабораторных приборах для рентгенооптических измерений.

В отличие от трубок для генерации жесткого рентгеновского излучения, которые имеют герметичную конструкцию и вакуумируются при изготовлении с расчетом на весь срок эксплуатации, РТ МР и ЭУФ диапазонов не могут быть отделены по вакууму от объема измерительного прибора: поглощение МР и ЭУФ излучения в любых материалах настолько значительно, что

изготовление окна достаточной толщины оказывается невозможным. Применяются так называемые разборные РТ, которые контактируют с атмосферой при каждой загрузке образцов на измерения. Рабочая поверхность анода в таких трубках быстро загрязняется из-за декомпозиции углеводородов остаточной атмосферы под электронным пучком, а при использовании накального катода также и из-за осаждения на поверхности испарений с нити накала, что и является основной причиной нестабильности выходной мощности трубки. Например, пленка углерода толщиной около 100 nm снижает интенсивность характеристической линии Ті L_a $(\lambda = 3.14 \,\mathrm{nm})$ в два раза [1]; к такому же падению интенсивности Ті L_{α} -линии приводит осаждение пленки W толщиной 20 nm. В работе [2] приводится скорость деградации интенсивности линии Si L_{α} ($\lambda = 13.5$ nm): за время, характерное для измерения отражательных характеристик одного многослойного зеркала, падение составило 30%.

Восстановление эффективности трубки может достигаться механической шлифовкой анода либо просто его заменой, однако это требует продолжительного развакуумирования установки, что приводит к отравлению термокатода и к необходимости его последующего длительного прогрева до установления стабильного уровня эмиссии. В работе [3] предложена РТ с интегрированным ионным источником, который позволяет производить чистку мишени без вскрытия на атмосферу. К недостаткам такого решения могут быть отнесены значительные габариты и относительная конструктивная сложность источника ионов.

Успешное развитие методик изготовления тонких, толщиной 1-0.1 µm и менее, металлических и композитных пленок [4] открывает возможности для разработки оптимизированных на использование в МР и ЭУФ диапазонах разборных РТ с "прострельным" анодом. В работе [5] впервые предложено использовать чип микрофокусных рентгеновских трубок с бериллиевой мишенью "прострельного" типа и управляемой матрицей автоэмиссионных острийных катодов в качестве динамической маски работающего на длине волны $\lambda = 11.4\,\mathrm{nm}$ (на линии Ве K_{α}) стенда проекционной нанолитографии. Здесь же, на наш взгляд, необходимо отметить и перспективность использования пленочной мишени в связке с автоэмиссионным катодом как основных элементов конструкции тонкопленочного электронного эмиттера, в котором большинство испущенных с катода электронов проходят через тонкую пленку с незначительным рассеянием по углам и энергии.

Применительно к лабораторному оборудованию для измерений в МР и ЭУФ диапазонах значительный интерес представляет автоэмиссионный катод лезвийного типа, зона эмиссии которого располагается вдоль прямолинейной кромки лезвия, что соответствует линейному источнику рентгеновской флюоресценции на аноде. Такая геометрия оптимально вписывается в схему широко используемого на практике решеточного монохроматора скользящего падения [3]. Линейный источник излучения может быть установлен непосредственно на круг Роуланда и работать без входной щели, что позволит повысить интенсивность зондирующего пучка и уже за счет этого улучшить точность измерений. Еще одно преимущество РТ с автоэмиссионным катодом по сравнению со многими другими типами источников состоит в отсутствии фонового видимого излучения и связанного с ним паразитного вклада в сигнал, регистрируемый детектором.

Использование "прострельного" пленочного анода дает принципиальную возможность дополнительного увеличения интенсивности и повышения стабильности флюоресценции. В работе [6] наблюдался рост интенсивности Si L_{α} -линии ($\lambda = 13.5 \text{ nm}$) разборной РТ более чем в 5 раз при изменении угла отбора излучения с массивного анода с 10° до 80°, что объясняется многократным возрастанием оптического пути фотонов как в толще мишени, так и в загрязненном поверхностном слое при выходе под малыми углами к поверхности. В конструкции трубки с "прострельным" анодом отбор излучения осуществляется по нормали к поверхности с обратной по отношению к катоду и практически не подверженной загрязнению стороны пленки, а это может полностью снять проблему снижения интенсивности в процессе работы РТ.

Техническая реализация устройств на основе автоэмиссионных катодов и тонких металлических пленок требует изучения теплофизических и прочностных характеристик пленок-мишеней, ВАХ и предельных возможностей катодных узлов того или иного конструктива, особенностей генерации характеристического и тормозного излучения и рассеяния электронного пучка в слоях вещества субмикронных толщин. Экспериментальные результаты для наиболее изученных нами пленок на основе бериллия приведены в настоящей работе. Конечно, тестовые образцы свободновисящих пленок в том виде, в котором они были использованы в настоящей работе, не оптимальны для создания работающих прототипов "прострельных" РТ значительной мощности, поскольку не приняты меры для эффективного отвода тепла от пленки (размеры образцов не согласованы с размером области электронного воздействия, не применяется армирование пленки мелкой сеткой из материала с высокой теплопроводностью). Тем не менее полученные данные будут востребованы при проектировании таких трубок по мере развития подходов к решению проблемы охлаждения, а также, по нашему мнению, представляют и значительный фундаментальный интерес. Тонкие пленки являются уникальным объектом для исследования физики взаимодействия ускоренных электронов с твердотельной мишенью, так как позволяют не только регистрировать характеристическое и тормозное излучение, но и измерять коэффициент прохождения электронов через слой материала любой представляющей интерес толщины и их энергетическое распределение. Это важно для проверки и уточнения существующих моделей взаимодействия [7,8], выводы которых зачастую недостаточно хорошо согласуются с экспериментом [9].

Помимо экспериментальных данных по свойствам "прострельных" бериллиевых мишеней, по генерации в них характеристического и тормозного излучения и по энергетическим спектрам проходящих электронов в работе представлены также результаты тестирования образцов автоэмиссионных лезвийных катодов: приведены ВАХ образцов при различной величине промежутка "катод—анод", определены характерные величины рабочих токов, дано описание экспериментов по выравниванию плотности эмиссионного тока по длине лезвия и по установке прототипа "прострельной" РТ с лезвийным катодом в схему рентгеновского спектрометра.

1. Получение и свойства тонких пленок бериллия

Используемые нами приемы получения тонких свободновисящих металлических пленок были хорошо отработаны ранее при изготовлении пленочных элементов с высоким пропусканием на длине волны 13 nm, в частности, свободновисящих многослойных структур Mo/ZrSi₂ [10,11]. Основные этапы изготовления магнетронное напыление пленки нужного состава на кремниевую подложку с предварительно нанесенным подслоем из химически активного металла, растворение подслоя в процессе жидкостного травления в растворе кислоты и вылавливание плавающей на поверхности жидкости пленки на рамку. В более сложных вариантах методики могут использоваться дополнительные технологические операции: повышение прочности материала при изготовлении удаляемым впоследствии полимерным слоем, натяжение пленок на рамке, приклейка нескольких оправ к пленочной заготовке значительного (соответствующего диаметру подложки) размера. Для получения тонких пленок из таких металлов, как алюминий или бериллий, которые сами обладают значительной химической активностью, было предложено использовать магниевый подслой и раствор уксусной кислоты в качестве травителя [12]. Сообщалось об изготовлении образцов пленок из бериллия субмикронной толщины и синхротронном измерении их оптических свойств [13].

В настоящей работе изготовлены тонкопленочные бериллиевые мишени толщиной 100 и 200 nm в виде натянутых мембран на кольцах с внутренним диаметром 10 mm. Также изготавливались Ве-пленки большего диаметра толщиной 300 и 400 nm с целью характеризации механических свойств и теплопроводности образцов. Поскольку механическая прочность материала оказалась недостаточно высокой, в большинстве случаев применялась методика с упрочнением пленок полимерным слоем.

Механические свойства пленок бериллия были определены из анализа зависимостей прогиба мембран от приложенного перепада давления (ранее мы использовали данный подход для изучения образцов из ряда других материалов [11,12]). Созданием перепада давления между сторонами пленки образцы толщиной 300 nm и диаметром 25 и 10 mm доводились до разрыва, попутно снимались упомянутые выше зависимости. Табл. 1 дает представление о разбросе величин предельного давления, которое способны выдерживать образцы. Для пленки диаметром 25 mm, выдержавшей наибольший перепад давления, на рис. 1 приведен график зависимости прогиба от нагрузки, представленный в координатах "напряжение-относительное удлинение"; такой же график для мембраны из Al приведен в целях сравнения. Наклоны графиков в используемой модели определяют так называемый биаксиальный модуль упругости материала пленки Y, определяемый как Y = E/(1 - v), где E - vмодуль Юнга, v — коэффициент Пуассона. Полученное значение модуля упругости бериллиевой пленки состав-

Таблица 1. Величины предельного перепада давлений, измеренные при тестировании ряда образцов на разрыв

№ образца	1	2	3	4
Ø пленки, mm	25	25	10	10
$P_{\rm max}$, kPa	0.20	0.62	1.1	6.7



Рис. 1. Зависимость механического напряжения от относительного удлинения для пленочных образцов из бериллия толщиной 300 nm (•) и из алюминия толщиной 150 nm (■). Диаметр образцов 25 mm; конечные точки графиков соответствуют разрыву пленок.

ляет Y = 280 GPa, что хорошо согласуется с литературными данными: приведенные в [14] значения для модуля Юнга поликристаллического материала находятся в диапазоне 294–318 GPa, а для модуля Пуассона — в диапазоне 0.03–0.12. Прочность образца $\Sigma_{max} = 0.19$ GPa — по этому параметру материал уступает поликристаллическим монолитным образцам бериллия (а также, как видно из рис. 1, несколько уступает даже тонкой пленке из алюминия). Тем не менее прочность достаточна для изготовления экспериментальных образцов и изучения их свойств.

Важной с точки зрения использования в качестве "прострельного" анода характеристикой тонкой пленки является ее теплопроводность. В вакууме охлаждение зоны воздейтвия электронного пучка на тонкопленочную мишень возможно только за счет отвода тепла по пленке к ее периферии. Охлаждение за счет теплового излучения пленки не может вносить сопоставимого вклада при любых представляющих практический интерес интенсивностях падающего пучка электронов. Действительно, простые оценки по соотношению Стефана-Больцмана показывают, что уже при поглощаемой на единицу площади мощности источника нагрева в 1 W/mm² температура любой металлической пленки в отсутствие теплопроводности превысила бы 2000°С, а это, конечно, привело бы к быстрому разрушению образца.

Для массивных образцов многих металлов коэффициент теплопроводности может быть с хорошей точностью оценен по удельному электрическому сопротивлению с использованием закона Видемана—Франца. Однако изначально этот закон применим к металлам в кристаллической фазе. Напыленные же пленки металла получаются мелкодисперсными и могут сильно отличаться от объемного материала по электрическим свойствам. В частности, для них характерно аномально низкое значение температурного коэффициента сопротивления в области температур вблизи комнатной, что связано с преобладающей ролью рассеяния электронов на границах кристаллических зерен по сравнению с электрон-фононным рассеянием. Поэтому представляет интерес непосредственное определение коэффициента теплопроводности бериллиевых пленок, основанное на измерении распределения температур по поверхности образца и знании баланса тепловых потоков.

В основе использованной нами методики лежит уравнение теплопроводности с радиально-симметричным распределением температуры и учетом теплового излучения пленки:

$$\kappa h\left(\frac{d^2T}{dr^2}+\frac{1}{r}\frac{dT}{dr}\right)=2\varepsilon\sigma T^4-2\varepsilon\sigma T_s^4.$$

Здесь h — толщина круглого пленочного образца, κ и ε — соответственно коэффициент теплопроводности и излучательная способность материала, T_s — окружающая температура. Если подогревать оправу, на которой смонтирована пленка, то в отсутствие теплопроводности центральная часть образца будет иметь температуру окружающих предметов, а в отсутствие излучательного теплообмена — температуру оправы. В действительности при правильном выборе толщины, диаметра образца и температуры нагрева оправы между центром и краем пленки устанавливается некоторая разница температур, которую удобно измерять пирометрическим методом и величина которой зависит от значений κ и ε .

В эксперименте изготовленная из меди оправа внутреннего диаметра 12 mm с выловленной на нее бериллиевой пленкой толщиной 400 nm приводилась в тепловой контакт с электронагревателем. Температура оправы измерялась термопарой, а пленочного образца — с помощью ИК-пирометра (использовался пирометр диапазона $2-5\,\mu$ m Metis MB35 с паспортным разрешением 1.6 mm, который юстировался на образец через прозрачное в ИК-области окно вакуумной камеры). На рис. 2 показано экспериментально снятое распределение температуры по диаметру образца, а также семейство расчетных зависимостей для различных значений параметра к. Видно, что наилучшее соответствие между модельной и экспериментальной зависимостями достигается, если принять $\kappa = 1.0$ W/cmK. Таким образом, найденное значение коэффициента теплопроводности бериллиевой пленки оказывается в 1.5-2 раза меньше значений, приводимых в литературе для массивных образцов бериллия [15].

Независимо определялось значение излучательной способности пленки — оно должно задаваться, чтобы найти коэффициент теплопроводности. Покрытия из бериллия наносились магнетронным способом на отполированную теплораспределительную пластину, являющуюся конструктивной частью компактного электронагревателя. Нагреватель размещался в вакуумной камере, и после подачи питания одновременно измерялись температура запыленной бериллием поверхности



Рис. 2. Экспериментальное (■) распределение температуры по диаметру образца и семейство расчетных зависимостей для различных значений параметра *к*: --- 0.8; синяя прямая линия — 1.0; розовая точечная линия — 1.2.

(термопарой) и поток теплового излучения по близкому к нормали направлению (пирометром Metis MB35). Выходной величиной в данной модели пирометра является температура, значение которой зависит от задаваемого пользователем значения излучательной способности поверхности. За излучательную способность бериллиевого покрытия, а также и свободновисящих пленок бериллия, принималось то значение ε , при котором достигалось совпадение результатов измерения температуры термопарным и пирометрическим способом. Найденное значение излучательной способности составило $\varepsilon = 0.13$.

2. Взаимодействие тонкопленочной Ве-мишени с электронным пучком

Экспериментальные исследования преобразования энергии электронного пучка в энергию характеристического излучения бериллиевой пленки в "прострельной" геометрии уже выполнялись нами ранее. Была измерена эффективность генерации характеристической линии в пленочных мишенях толщиной 200 и 400 nm, а также приводились результаты численного моделирования эксперимента для пленок различной толщины [9]. Подробное описание стенда, на котором проводились измерения, можно найти в работе [16], там же приведены энергетические спектры электронов, проходящих через пленки Ве толщиной 100 и 300 nm — как расчетные, так и снятые экспериментально.

В настоящей работе будут представлены данные, полученные на усовершенствованном экспериментальном стенде. Наиболее существенное отличие новых измерений от выполненных ранее состоит в появившейся возможности одновременной загрузки в вакуумную камеру до трех пленочных мишеней, их поочередной установки в электронный пучок и непосредственного сравнения



Рис. З. Внешний вид модуля мишеней и размещаемой в нем оснастки.

друг с другом. В цитируемых же работах конструкция стенда допускала установку в камеру только одной мишени и сравнение результатов достигалось за счет измерения тока электронного пучка в каждом отдельном эксперименте. Достоверность данных при таком подходе может быть поставлена под сомнение, поскольку при измерениях тока со стороны катода трудно учесть утечки в электронной пушке, а при измерениях со стороны анода — эффекты вторичной электронной эмиссии и прохождения электронов через пленку.

Фотография модуля размещения пленочных мишеней приведена на рис. 3. Модуль монтируется между электронной пушкой, присоединяемой к переднему по фото фланцу, и основной камерой, в которой может располагаться либо детектор излучения с набором сменных фильтров, либо спектрометр энергии электронов. Кассета с мишенями закреплена на сильфонном узле качания, выведенном на верхний фланец. Для контроля положения и фокусировки электронного пучка на мишени в корпусе модуля также размещается компактная видеокамера и зеркало, с помощью которых можно наблюдать кассету с мишенями, а на обращенную к пучку поверхность кассеты нанесен электронный люминофор. Еще одна конструктивная особенность нового стенда состоит в том, что на входном фланце камеры детектора располагается изолированная от корпуса сетка, на которую можно подавать запирающий для электронов потенциал. Это необходимо для того, чтобы не допустить попадания на фотодетектор электронов,

прошедших через пленочную мишень при высоких энергиях падающего пучка и дающих ложный вклад в сигнал.

2.1. Энергетическое распределение прошедших электронов

Относительное количество проходящих через пленку электронов может быть оценено из зависимости регистрируемого на пленке тока от энергии падающего пучка (т.е. от ускоряющего напряжения, определяемого отрицательным потенциалом на катоде электронной пушки). Для мишени из бериллия толщиной 100 nm ток на пленку падает до половины своего значения при напряжении моделиоколо 2.1 kV, а для пленки толщиной 200 nm — около 3.3 kV. Энергетический спектр прошедших электронов определялся из зависимости тока на металлический коллектор от тормозящего электроны потенциала расположенной перед коллектором сетки. Устройство располагалось в основной камере стенда и обеспечивало сбор электронов с направлений, близких к нормали к мишени в телесном угле 0.05. Результаты измерений для пленок Ве толщиной 100 и 200 nm, а также для многослойной мишени Be/Zr толщиной 200 nm с долей циркония по толщине 25% представлены на рис. 4. Зависимости построены для энергий электронов в падающем пучке 5, 4 и 3 keV за исключением случая Be/Zr мишени, для которой не удалось зарегистрировать сигнал при 3 keV. Прохождение падает с увеличением толщины пленки, еще более сильное влияние оказывает включение в состав мишени тяжелых элементов: замена 50 nm бериллия на цирконий привела к падению регистрируемого тока на порядок. Также при росте толщины пленки происходит, как видно из графиков, увеличение разброса прошедших электронов по энергиям. Калибровка зависимостей по оси ординат выполнялась сравнением токов, прошедших через мишень и через пустое отверстие в рамке. Сравнительно



Рис. 4. Энергетические спектры прошедших электронов при значениях энергии в падающем пучке 3, 4 и 5 keV, снятые для мишеней: \star — Be d = 100 nm; \Box — Be d = 200 nm; \bullet — Be/Zr d = 200 nm.

небольшие абсолютные значения тока прошедшего через пленку электронного пучка отражают, по нашему мнению, тот факт, что имеет место значительное угловое рассеяние электронов.

2.2. Измерение МР и ЭУФ излучения мишени в широком спектре

Рассеяние электронов по углам и энергиям сопровождается генерацией тормозного и характеристического спектра (последний у бериллия состоит из единственной линии). Считается, что при использовании мишеней из легких элементов и умеренных энергий электронов вклад тормозного излучения незначителен. К этому выводу приводят предпринятые нами попытки численного моделирования [9], не противоречит он и имеющимся экспериментальным данным. Так, при снятии спектра РТ с бериллиевым анодом с помощью решеточного спектрометра наблюдается характеристическая линия, превышающая окружающий фон примерно на два порядка [17]. В области более жестких длин волн в цитируемой работе были зарегистрированы лишь небольшие (на порядок уступающие по амплитуде бериллиевой линии) пики, связанные с присутствием на поверхности мишени окислов и углеродных загрязнений. Однако взаимное соотношение амплитуд пиков, расположенных в разных частях спектрограммы, может с искажением передавать реальное отношение интенсивностей, поскольку эффективность дифракции решетки падает при продвижении в коротковолновую часть рентгеновского спектра. Кроме того, направление дифрагированного луча все ближе прижимается к направлению зеркального отражения, что приводит к возрастанию фонового сигнала. В итоге запись коротковолнового края спектра, который при использовании напряжений на РТ от 2 до 6 kV может простираться до длин волн 0.6-0.2 nm, на решеточном спектрометре становится невозможна.

Мы использовали для регистрации излучения мишеней в "прострельной" геометрии p-i-n-диод [18] в качестве детектора и набор пленочных фильтров. Многослойный фильтр Be/Zr стационарно устанавливался на окно в корпусе детектора. Также имелась возможность установить до четырех фильтров на подвижке, расположенной перед детектором, и вводить тот или иной из них в пучок излучения в качестве дополнительного фильтра. Возможность регистрации достаточно слабого излучения мишени достигалась за счет использования усилителя фототока, собранного на интегральном операционном усилителе с высоким входным сопротивлением по схеме преобразователя тока в напряжение с номиналом сопротивления в цепи обратной связи 1 GΩ.

В зависимости от материала дополнительно устанавливаемый фильтр может пропускать или подавлять характеристическую линию Ве. В области же длин волн порядка 1 nm и менее все тонкопленочные фильтры **Таблица 2.** Расчетное пропускание*Т* пленок Al и Be, используемых в качестве дополнительных фильтров



Рис. 5. Сигналы для трех типов мишеней: \blacktriangle — Ве d = 100 nm; \blacksquare — Ве d = 200 nm; • — Ве/Zr d = 200 nm, зарегистрированные при установке в схему дополнительного фильтра из Ве толщиной 200 nm (верхняя часть рисунка) или из Al толщиной 150 nm (нижняя часть рисунка).

обладают высокой прозрачностью (табл. 2). Чувствительность кремниевых детекторов слабо меняется в интервале длин волн 1-10 nm. Это дает возможность принимать либо только излучение в коротковолновой части спектра, либо также и излучение линии, и оценить соотношение интенсивностей этих спектральных составляющих. На рис. 5 приведены сигналы, зарегистрированные с трех различных мишеней (Ве толщиной 100 и 200 nm и Be/Zr толщиной 200 nm с долей Zr 25%) при использовании в качестве дополнительного бериллиевого или алюминиевого фильтра. Первое, что необходимо отметить — это вытекающая из соизмеримости сигналов при использовании того или другого дополнительного фильтра сопоставимость вкладов тормозного и характеристического спектров в суммарную интенсивность излучения для всех трех мишеней. Наибольшая интенсивность тормозного спектра, как и естественно ожидать, имеет место при использовании мишени с прослойками тяжелого элемента — циркония. А максимально эффективная генерация характеристического излучения при ускоряющих напряжениях 3-3.5 kV должна наблюдаться для 200 nm бериллиевой мишени, поскольку именно для нее наблюдается наибольший прирост сигнала при переходе от дополнительного алюминиевого фильтра к бериллиевому.

2.3. Характеристическое излучение линии Ве *К_a* в "прострельной" геометрии

Количественные представления о тормозной составляющей спектра могут быть полезны для уточнения моделей взаимодействия ускоренных электронов с мишенями из легких химических элементов. Нас здесь в большей степени интересует излучение характеристической линии Ве с длиной волны $\lambda = 11.4$ nm, так как оно может быть использовано в лабораторном спектрометре скользящего падения для измерений на этой длине волны. С целью прямого сравнения эффективности генерации линии Ве К_а в трех исследуемых типах мишеней был использован двухзеркальный монохроматор, состоящий из сферического и плоского зеркал с многослойным покрытием Мо/Ве на длину волны 11.4 nm. Вогнутое зеркало диаметром 46 mm используется как коллектор излучения: необходимо скомпенсировать потери интенсивности, вызванные отражением и увеличением длины оптического тракта. Второе плоское зеркало поворотное, еще один элемент штатного оснащения двухзеркального рефлектометра [19], на базе которого был собран экспериментальный стенд.

Зарегистрированные зависимости сигналов с трех различных мишеней, снятые при использовании монохроматора, приведены на рис. 6. Для двух мишеней толщиной 200 nm наблюдается довольно резкий максимум эффективности генерации характеристической линии вблизи энергии падающих электронов 3 keV. Наиболее эффективно высвечивается мишень из чистого бериллия, но в области ускоряющих напряжений более 3 kV разница в интенсивности излучения между бериллиевой пленкой и пленкой с добавкой циркония уменьшается. Это связано с тем, что первая из них становится достаточно прозрачной для электронов. Мишень из бериллия



Рис. 6. Сигналы с фотодетектора для различных мишеней: ▲ — Ве d = 100 nm; ■ — Ве d = 200 nm; ● — Ве/Zr d = 200 nm в зависимости от напряжения на трубке, полученные с использованием зеркального монохроматора. Пунктиром с \circ изображена зависимость тока на одну из мишеней (Be/Zr) при выполнении измерений.

толщиной 100 nm начинает пропускать электроны при меньших ускоряющих напряжениях, так что при $3 \, kV$ она уступает по интенсивности генерации линии мишени 200 nm толщины, но имеет небольшое преимущество в области ускоряющих напряжений менее $2.5 \, kV$. Подъем графиков в правой части шкалы, при напряжении на трубке $6 \, kV$ — это артефакт, связанный с попаданием электронов на фильтр детектора. Выше упоминалось, что для исключения данного явления между мишенью и детектором устанавливалась сетка, на которую подавался запирающий прошедшие электроны потенциал. Однако диапазон возможных напряжений источника, используемого для установки потенциала сетки, был ограничен значением $5 \, kV$.

Пунктиром на рис. 6 изображен ток на Be/Zr мишень, регистрируемый в процессе выполнения измерений интенсивности линии. Весьма приблизительно можно считать, что он соответствует току падающего электронного пучка. Ошибка связана с игнорированием вторичной электронной эмиссии с мишени, а при высоких ускоряющих напряжениях — также и с появлением значительного количества прошедших электронов. Произведем, тем не менее, оценку эффективности преобразования электрической мощности в мощность излучения линии Ве Ка, приняв значение падающего тока 4µA; соответственно мощность пучка при ускоряющем напряжении 3 kV составляет $P_i = 12 \,\mathrm{mW}$. Приходящая на детектор мощность с учетом его чувствительности $Q_d = 0.23 \text{ A/W}$ [18], величины сопротивления обратной связи в усилителе $R = 1 \, \text{G}\Omega$ и амплитуды сигнала $S_{\text{max}} = 61 \, \text{mV}$ составляет $P_d = S_{\max}/(RQ_d) = 2.7 \cdot 10^{-10}$ W. Телесный угол, из которого зеркало-коллектор, отстоящее на расстоянии 24 cm от мишени, собирает излучение, $\Omega = 0.029$. Фактор ослабления сигнала при прохождении оптических элементов (зеркал и фильтра) складывается из произведения амплитудных коэффициентов отражения зеркал $R_1R_2 = 0.36$, коэффициента T = 0.7 пропускания фильтра на детекторе и отношения спектральной ширины кривой отражения к ширине линии, равного 0.3, и составляет, таким образом, k = 0.076. Мощность излучения мишени в телесный угол 4*π* может быть оценена как $P_{4\pi} = P_d 4\pi \Omega^{-1} k^{-1} = 1.5 \cdot 10^{-6}$ W, эффективность преобразования тогда равна $CE = P_{4\pi}/P_i = 1.2 \cdot 10^{-4}$.

В заключение этой части остановимся на вопросе, почему измерения выхода излучения из пленочных мишеней проводились при микроамперных уровнях падающего тока, что повлекло необходимость устанавливать максимально высокое усиление на фотодетекторе. На самом деле этот уровень выбирался из соображений сохранения целостности мишеней в процессе измерений и является не таким уж и малым, а при попытке его существенного превышения нередко происходило повреждение пленочного образца. Мощность $P_i = 12$ mW, сосредоточенная на 1 mm² площади образца, соответствует тепловой нагрузке на пленку q = 1.2 W/cm². Из соотношения Стефана–Больцмана, описываемого выражением $q = 2\varepsilon\sigma T^4$, следует, что равновесная температура пленки при чисто радиационном сбросе тепла достигала бы 680°С. И хотя при пространственном масштабе зоны тепловыделения в 1 mm процессы теплопроводности ограничат максимальную температуру на существенно меньшем уровне, задействовать их в полной мере возможно только при равенстве размера образца размеру области тепловыделения (т.е. минимизировав расстояние до рамки, играющей роль массивного теплоотвода).

3. Автоэмиссионный катод как источник электронов в рентгеновской трубке

Применение в рентгеновских трубках катодов с полевой эмиссией обещает ряд очевидных преимуществ: компактность, отсутствие в конструкции узлов, работающих при высокой температуре, мгновенный выход на готовность и эффективность использования в импульсном режиме. С другой стороны, с такими катодами значительно сложнее, чем с накальными, обеспечить высокие значения интегрального тока электронного пучка, а необходимость установки малых межэлектродных расстояний создает свои конструктивные трудности. Примеры удачных разработок РТ диапазона жесткого рентгеновского излучения с автоэмиссионными катодными узлами приведены в публикациях [20,21]. Каждый из этих вариантов представляет собой РТ триодной конструкции, в которой значительный ток пучка достигается за счет суммирования вклада отдельных эмиссионных элементов, расположенных регулярно и управляемых общим сеточным электродом. В [20] описана отпаянная РТ, поверхность катода которой была выполнена из материала на основе углеродных нанотрубок. Сетка, размещаемая с зазором 200 µm, представляла собой регулярную систему из 112 отверстий диаметром 300µm. Авторы работы продемонстрировали возможность длительной эксплуатации такой трубки при токах до 200 µA и анодных напряжениях 20-30 kV, а также в импульсном режиме с токами до 50 mA при длительности импульсов 20 ms. Другой вариант исполнения катода [21] — на основе кремниевых острийных эмиттеров, изготавливаемых методами МЭМС-технологии. Продемонстрирована РТ с катодной матрицей кремниевых острий размерами 250 × 250 элементов (шаг расположения элементов $10\,\mu m$). Трубка способна длительно работать в режиме с током пучка 1 mA.

Для своих тестовых экспериментов по исследованию работы в качестве РТ "прострельной" пленочной мишени в паре с автоэмиссионным катодом мы использовали лезвийные катоды, которые существенно проще в изготовлении и доступнее, чем упомянутые решения на основе матриц идентичных микроэмиттеров. Были испытаны две разновидности образцов. Одна из них — кремниевые лезвия, предоставленные нам авторами работы [22] и подобные используемым ими в этой работе. Каждый такой катод представлял собой клин из монокристалла кремния, изготовленный анизотропным травлением и смонтированный на держателе. Длина лезвия, т.е. ребра образующего клин двугранного угла, составляла 2 mm. Первые опыты по тестированию эффективности автоэлектронной эмиссии с лезвий выполнялись на стенде, оснащенном плоским массивным анодом из меди и подвижкой с шаговым двигателем для контролируемого изменения зазора между анодом и лезвием. Величины зазора, необходимые для возникновения в этой системе автоэмиссионного тока при межэлектродном напряжении до 5 kV, составляют, как выяснилось, не более двух сотен микрометров. Порядок величины тока, который удавалось получить с образцов, составляет $100 \,\mu$ А.

Для сравнения подобные эксперименты были проведены также с бритвенными лезвиями. Оказалось, что токи полевой эмиссии с образцов бритвенных лезвий появляются приблизительно в той же области значений напряжений и зазоров, которая характерна для кремниевых лезвийных катодов. А максимально достижимые токи должны быть существенно больше в соответствии с высокой концентрацией электронов в металле. После появления значительного тока с лезвия (в нашем случае он был аппаратно ограничен в высоковольтном источнике на уровне 0.5 mA) происходит формирование эмиссионных центров, и ток может сохраняться уже и при несколько больших зазорах. Однако по виду отпечатка на аноде легко понять, что ток сильно неоднороден, сосредоточен в зонах, общая протяженность которых кратно меньше длины лезвия. При использовании же лезвия для построения PT с областью излучения в виде тонкой линии желательно иметь как можно более равномерное распределение погонной плотности тока автоэмиссии. Поэтому нами была проверена возможность "включения" неработающих участков с помощью локального пропускания больших токов. С этой целью стенд был оснащен второй подвижкой с минимальным шагом 0.18 mm (шаг основной подвижки составляет 4 µm), а также закрепленным на ней анодом в виде выкройки из 0.5 mm медного листа с заточенной рабочей кромкой. В качестве экспериментального образца использовалось лезвие торговой марки "Feather", кромка которого под микроскопом выглядела наиболее ровной. Однако в целом такой выбор был достаточно произволен, поскольку предварительное тестирование с массивным анодом образцов бритвенных лезвий различных марок не выявило существенных отличий в зависимостях автоэмиссионного тока от напряжения и зазора. На рис. 7 представлено поведение тока полевой эмиссии при приближении анода к лезвию со стороны больших зазоров в некотором произвольно выбранном положении анода вдоль лезвия. На вкладке указаны значения напряжений: разность потенциалов между лезвием и анодом ступенчато уменьшалась при сокращении зазора, чтобы избежать перегрузки по току. Многократное применение описанной процедуры для каждой точки лезвия на отрезке длиной около 6 mm позволило исключить области с нулевой эмиссией; протяженность областей с высокой эмиссией составила более половины длины отрезка. Результат последующего сканирования плотности тока эмиссии с обработанного участка приведен на вкладке в правой части рис. 7; точное измерение токов более 100 µА здесь не проводилось из-за опасения перегрева и повреждения анода. Изучение кромки лезвия под микроскопом выявляет четкие визуальные отличия зоны, в которой пропускались токи, от исходной кромки: наблюдается однородное по длине участка развитие микрорельефа с продольным размером ~ 10 µm и высотой до нескольких микрометров. То обстоятельство, что ток может резко меняться при смещении вдоль лезвия на один шаг (0.18 mm), указывает на гипотетическую возможность превзойти значение тока в 100 µA на каждом элементе, длина которого равна величине шага, т.е. достичь погонной плотности тока с лезвия не менее 0.5-0.6 mA/mm.

Был поставлен демонстрационный эксперимент по установке источника ЭУФ излучения на основе "прострельной" бериллиевой мишени и лезвийного автоэмиссионного катода в лабораторный решеточный спектрометр скользящего падения РСМ-500 и по регистрации сигнала в счетном режиме. Для данного опыта был взят кремниевый лезвийный катод, а также были специально изготовлены образцы бериллиевых мембран уменьшенного размера — на овальных рамках с размером окна 1.5×3 mm. Катод неподвижно фиксировался напротив центра пленки с зазором 0.1 mm. Конструкция устанавливалась перед входной щелью спектрометра и могла длительно выдерживать токи до 5μ А без разрушения пленки. Записанный спектр такого источника приведен на рис. 8, для сравнения приведен контур



Рис. 7. Семейство зависимостей тока автоэмиссии в некоторой точке бритвенного лезвия от межэлектродного зазора *d*. Ускоряющее напряжение: $\blacksquare - U_{acc} = 1.0 \text{ kV}; \circ - 2.0 \text{ kV}; \blacktriangle - 4.6 \text{ kV}$. На вкладке справа — распределение тока по длине участка, на котором проводилась процедура выравнивания эмиссионных свойств лезвия.



Рис. 8. Спектр излучения прототипа РТ с "прострельным" бериллиевым анодом и лезвийным катодом (маркеры), полученный в решеточном спектрометре РСМ-500. Для сравнения приведен контур линии Ве K_{α} (сплошная, в рабочих единицах), снятый при оснащении того же спектрометра штатной РТ.

характеристической линии бериллия, снятой на том же спектрометре в его штатном оснащении. Скорость счета составила 1-2 импульса в секунду, что на 3-4 порядка меньше, чем характерные штатные величины для этого прибора. Тем не менее мы видим возможности существенного сокращения этого разрыва за счет увеличения длины лезвия, точного позиционирования источника на входную щель и конструктивных мер, направленных на улучшение теплоотвода по пленке.

Заключение

В работе предложена новая концепция рентгеновской трубки МР и ЭУФ диапазонов длин волн — рентгеновская трубка с тонкопленочной "прострельной" мишенью и автоэмиссионным катодом. Данный прибор должен иметь ряд преимуществ перед трубками традиционной конструкции, использующимися в этой области спектра. В первую очередь, это низкая скорость деградации эмиссионных параметров в процессе работы из-за загрязнения поверхности мишени продуктами эрозии катода и декомпозиции углеводородов. В РТ "прострельного" типа все загрязнения — как от воздействия электронного пучка, так и связанные с переносом материала катода — происходят с обратной (по отношению к той, с которой отбирается излучение) стороны мишени, а следовательно, не влияют на поглощение генерируемого излучения. Широко распространенные в практике лабораторных измерений в МР и ЭУФ диапазонах решеточные спектрометры скользящего падения могут оснащаться РТ с "прострельной" мишенью и лезвийным автоэмиссионным катодом, что позволит создать источник излучения в виде узкой линии и отказаться от использования входной щели. Интенсивность такого источника будет достаточно высока при условии решения проблемы отвода тепла из области взаимодействия электронного пучка с мишенью. Пока продемонстрирован прототип с тонкопленочной бериллиевой мишенью, при установке которого в решеточный спектрометр удалось зарегистрировать излучение характеристической линии. Для автоэмиссионных катодов лезвийного типа предложена методика "включения" неработающих участков с помощью локального пропускания больших токов. Показана возможность получения погонной плотности тока с лезвия не менее 0.5–0.6 mA/mm.

Исследованы механические свойства и теплопроводность получаемых с использованием магнетронного напыления свободновисящих пленок из бериллия, который изучается в качестве материала "прострельных" мишеней. Изготовлены образцы пленок из Ве толщиной 100 и 200 nm, а также из многослойной структуры Be/Zr толщиной 200 nm с долей Zr $\beta = 0.25$. Произведено непосредственное сравнение трех изготовленных типов образцов по следующим параметрам: энергетические спектры прошедших через пленку электронов при энергиях в падающем пучке до 5 keV, суммарное по спектру излучение пленок в МР и ЭУФ диапазонах в зависимости от энергии падающих электронов, излучение характеристической линии Ве К_а. Полученные данные обозначают диапазоны толщин мишеней и энергий падающих электронов, в которых генерация характеристического излучения наиболее эффективна. Знание теплопроводности пленки будет необходимо для правильного расчета теплоотвода в мощных трубках с "прострельным" анодом. Однако для создания таких РТ потребуются существенные изменения в конструктивном исполнении мишеней, в частности, минимизация расстояния от зоны тепловыделения до массивной оправы пленки.

Испытания эмиссионных характеристик тонкопленочной бериллиевой мишени показали наличие как характеристического излучения (Ве Ка-линия с длиной волны $\lambda = 11.4 \, \text{nm}$), так и значительного фона тормозного излучения в коротковолновой области спектра. Оценена конверсионная эффективность бериллиевой мишени, которая при оптимальном выборе параметров составила около $1.2 \cdot 10^{-4}$, что кратно отличается от результатов, предсказываемых при расчетах в доступных в сети программах [23-25]. Например, программа WinXRay [25] предсказывает значение коэффициента конверсии $CE = 4 \cdot 10^{-6}$ при энергии электронов E = 3 keV. Таким образом, полученные данные по интенсивности характеристического излучения и спектрам прошедших через пленки различной толщины электронов позволят в перспективе уточнить значения сечений взаимодействия ускоренных электронов с атомами бериллия. А сам объект — тонкопленочная "прострельная" мишень — является уникальным с точки зрения исследования физики процесса генерации рентгеновского излучения.

Финансирование

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ 18-07-00633, 18-02-00173, 18-42-520007 и 19-07-00173 с использованием оборудования ЦКП "Физика и технологии микро- и наноструктур" при ИФМ РАН и программы Российской академии наук 0035-2018-0018.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] The Center for X-Ray Optics [Электронный ресурс] URL: http://cxro.lbl.gov/
- [2] Бибишкин М.С., Пестов А.Е., Лопатин А.Я., Чхало Н.И. // Тез. докл. VIII Нижегородской сессии молодых ученых. (Естественнонаучные дисциплины). Нижний Новгород, Россия, 2003. С. 22.
- [3] Бибишкин М.С., Забродин И.Г., Зуев С.Ю., Клюенков Е.Б., Пестов А.Е., Салащенко Н.Н., Чехонадских Д.П., Чхало Н.И. // Микросистемная техника. 2004. № 11. С. 34–40.
- [4] Chkhalo N.I., Drozdov M.N., Gusev S.A., Kluenkov E.B., Lopatin A.Ya., Luchin V.I., Salashchenko N.N., Shmaenok L.A., Tsybin N.N., Volodin B.A. // Proc. SPIE. 2011. Vol. 8076.
 P. 807600-1–807600-11.
- [5] Дюжев Н.А., Демин Г.Д., Филиппов Н.А., Евсиков И.Д., Глаголев П.Ю., Махиборода М.А., Чхало Н.И., Салащенко Н.Н., Филиппов С.В., Колосько А.Г., Попов Е.О., Беспалов В.А. // ЖТФ. 2019. Т. 89. Вып. 12. С. 1836.
- [6] Chkhalo N., Zabrodin I., Kas'kov I., Kluenkov E., Pestov A., Salashchenko N. // Proc. Int. Conf. "Micro- and nanoelectronics - 2007". Moscow–Zvenigorod, Russia, 2007. P. 1-03.
- [7] Casnati E., Tartari A., Baraldi C. // J. Phys. B: At. Mol. Phys. 1982. Vol. 15. N 1. P. 155.
- [8] Maihom T., Sukuba I., Janev R., Becker K., Märk T., Kaiser A., Limtrakul J., Urban J., Mach P., Probst M. // Eur. Phys. J. D. 2013. Vol. 67. N 2.
- [9] Лопатин А.Я., Парьев Д.Е., Пестов А.Е., Салащенко Н.Н., Чхало Н.И., Дёмин Г.Д., Дюжев Н.А., Махиборода М.А., Кочетков А.А. // ЖЭТФ. 2018. Т. 154. Вып. 6 (12). С. 1067–1076.
- [10] Chkhalo N.I., Drozdov M.N., Kluenkov E.B., Lopatin A.Ya., Luchin V.I., Salashchenko N.N., Tsybin N.N., Sjmaenok L.A., Banine V.E., Yakunin A.M. // J. Micro-Nanolith. Mem. 2012. Vol. 11. N 2. 021115. DOI: 10.1117/1.JMM.11.2.021115
- [11] Chkhalo N.I., Kluenkov E.B., Lopatin A.Ya., Luchin V.I., Salashchenko N.N., Sjmaenok L.A., Tsybin N.N. // Thin Solid Films. 2017. Vol. 631. P. 93–98. DOI: 10.1016/j.tsf.2017.04.015
- [12] Chkhalo N.I., Kuzin S.V., Lopatin A.Ya., Luchin V.I., Salashchenko N.N., Zuev S.Yu., Tsybin N.N. // Thin Solid Films. 2018. Vol. 653. P. 359–364.
- Svechnikov M., Chkhalo N., Lopatin A., Pleshkov R., Polkovnikov V., Salashchenko N., Schäfers F., Sertsu M.G., Sokolov A., Tsybin N. // J. Synchrotron Radiat. 2020. Vol. 27. P. 75–82. DOI: 10.1107/S1600577519014188
- [14] Migliori A., Ledbetter H., Thoma D.J., Darling T.W. // J. Appl. Phys. 2004. Vol. 95. N 5. P. 2436–2440.
 DOI: 10.1063/1.1644633

- [15] Pinto N.P. Beryllium Science and Technology / Ed. by D.R. Floyd, J.N. Lowe. NY.: Plenum, 1979. Vol. 2. P. 319–350.
- Chkhalo N.I., Lopatin A.Ya., Pestov A.E., Salashchenko N.N., Demin G.D., Dyuzhev N.A., Makhiboroda M.A. // Proc. SPIE. 2019. Vol. 11022. 110221M. DOI: 10.1117/12.2522105
- [17] Aita O., Sagawa T. // J. Phys. Soc. Jpn. 1969. Vol. 27. N 1. P. 164–175.
- [18] Аруев П.Н., Барышева М.М., Бер Б.Я., Забродская Н.В., Забродский В.В., Лопатин А.Я., Пестов А.Е., Петренко М.В., Полковников В.Н., Салащенко Н.Н., Суханов В.Л., Чхало Н.И. // Квант. электрон. 2012. Т. 42. № 10. С. 943–948.
- [19] Бибишкин М.С., Забродин И.Г., Каськов И.А., Клюенков Е.Б., Пестов А.Е., Салащенко Н.Н., Чехонадских Д.П., Чхало Н.И., Шмаенок Л.А. // Изв. РАН. Сер. физ. 2004. Т. 68. № 4. С. 560–564.
- [20] *Jin-Woo Jeong* et al. // Nanotechnology. 2013. Vol. 24. P. 085201.
- [21] Basu A., Swanwick M.E., Fomani A.A. et al. // J. Phys. D: Appl. Phys. 2015. Vol. 48. P. 225501.
- [22] Дюжев Н.А., Махиборода М.А., Преображенский Р.Ю., Демин Г.Д., Гусев Е.Э., Дедкова А.А. // Поверхность. 2017. № 4. С. 64-70.
- [23] [Электронный ресурс] URL: www.evex.com
- [24] The MA-Table software [Электронный pecypc] URL: http://microanalyst.mikroanalytik.de/software.phtml
- [25] Electron Beam Scattering Modeling [Электронный ресурс] URL: http://montecarlomodeling.mcgill.ca/