

05;12

Оценка разрешения РЭМ изображения доменной структуры сегнетоэлектриков в режиме теплового воздействия

© А.А. Согр, А.Г. Масловская

Амурский государственный университет,
675027 Благовещенск, Россия
e-mail: master@amursu.ru

(Поступило в Редакцию 27 ноября 2003 г. В окончательной редакции 23 марта 2004 г.)

Рассматриваются особенности контраста растрового изображения доменной структуры сегнетоэлектрика в режиме пиротока. Приведены расчеты, основанные как на учете скорости нагрева отдельных частей домена, так и на расчете диффузии тепла через границы доменов и кристалла. Диффузия тепла приводит к размытию изображения небольших доменов. Показано, что наряду с диаметром зонда скорость сканирования является существенным фактором, определяющим характер контраста растрового изображения. Уменьшение скорости сканирования может существенно снизить разрешение изображения даже при малом диаметре зонда.

Введение

Электронный луч растрового электронного микроскопа (РЭМ) является не только пассивным зондом (индикатором) геометрического или потенциального рельефа исследуемых образцов, но и источником ионизационного, электрического и теплового воздействия на образец. В [1,2] описан метод формирования изображения доменной структуры сегнетоэлектриков в специальном режиме электронно-стимулированного поляризационного тока (ЭСПТ). Видеосигналом в этом режиме являются поляризационные токи, вызванные инжекцией электронов в приповерхностные слои образца при повышенных ускоряющих напряжениях. В [1] приведен анализ локальности электрического воздействия инжектированного заряда и связанного с этим разрешения метода. Наблюдаемый в этом режиме эффект „теней“ является характерным признаком отклика доменов на тепловое воздействие зонда (пироотклик). Однако диффузия тепла должна существенно расширять зону теплового воздействия зонда, размывая изображения мелких доменов.

Сфокусированный электронный зонд как локальный источник тепла использовался ранее для формирования растрового изображения доменной структуры за счет пироэффекта [3,4]. Лэтэмом (Latham) был проведен теоретический расчет пиросигнала при воздействии на сегнетоэлектрический кристалл движущегося теплового зонда [4]. Автор рассмотрел задачу распространения тепла в плоскопараллельной пластине конечной толщины от неподвижного точечного зонда и наведенный в разомкнутой пластине пироэлектрический потенциал. Пиросигнал от зонда, сканирующего доменную структуру, вычислялся как суперпозиция сигналов от различных частей зонда на доменах разного знака. Такой подход предполагал локальный характер воздействия каждой части зонда на соответствующий домен без учета диффузии тепла в соседние домены.

Наблюдаемое изображение доменной структуры в РЭМ в режиме ЭСПТ [1] обусловлено влиянием целого

ряда факторов, как электрических, так и тепловых. Целью настоящей работы являются выделение и анализ факторов, ограничивающих разрешение изображения доменной структуры сегнетоэлектриков в РЭМ в режиме пирозонда.

Постановка задачи и методика решения

Локальное изменение поляризованности P в плоской короткозамкнутой однородной пластине толщиной d_0 приводит к появлению во внешней цепи поляризационного тока [5]

$$I = \frac{1}{d_0} \int_V \frac{\partial P}{\partial t} dV = \frac{\gamma}{d_0} \int_V \frac{\partial T}{\partial t} dV, \quad (1)$$

где $\gamma = \partial P / \partial T$ — пирокоэффициент, T — температура, V — объем образца.

Пироимпульс от точечного домена с пирокоэффициентом в виде дельта-функции определяется локальной скоростью изменения его температуры, т.е. продольной компонентой градиента температуры и скоростью движения зонда,

$$I(t) = \gamma \frac{\partial T}{\partial t} = \gamma \frac{\partial T}{\partial x} v. \quad (2)$$

Для расчетов мы использовали стационарное температурное поле точечного источника в неограниченной среде, движущегося вдоль оси x , которое в системе координат, связанной с этим источником, описывается уравнением [6]

$$T(x', R) = \frac{W}{4\pi k \sqrt{x'^2 + R^2}} \exp\left(-\frac{v(x' + \sqrt{x'^2 + R^2})}{2a^2}\right), \quad (3)$$

где R и x' — цилиндрические координаты в системе зонда, v — скорость движения зонда, k — коэффициент теплопроводности, a^2 — коэффициент тепловой диффузии, W — мощность зонда.

Это поле отличается от стационарного поля точечного источника экспоненциальным множителем, дополнительно сжимающим изотермы на переднем фронте ($x' > 0$). Параметр экспоненты $r_0 = a^2/v$ определяется безразмерным параметром Пекле в теории теплопроводности.

Граничные условия для теплового поля позволяют рассматривать задачу для полупространства как задачу для неограниченного пространства с удвоением мощности источника.

Если пиросигнал формируется точечным пиродоменом с координатой, равной x_0 , то он будет отображать производную теплового поля в точке x' (в системе зонда) в момент времени, определяемый стандартным выражением $t = (x_0 - x')/v$. Это соответствует точке x_s на экране

$$x_s = v_s t = m(x_0 - x'), \quad (4)$$

где v_s — скорость движения луча по экрану, $m = v_s/v$ — коэффициент увеличения изображения РЭМ.

Как следует из формулы (4), продольный градиент теплового поля отображается на экране с инверсией координат.

На рис. 1 показан поверхностный график распределения температуры (*a*) и ее производной по координате x (*b*), который и будет определять РЭМ видеосигнал от точечного пиродомена, находящегося в нейтральной матрице. На рис. 1, *c* представлено расчетное изображение точечного домена, создаваемого движущимся зондом конечного размера. Штриховая окружность указывает положение зонда в момент пересечения домена (начало координат помещено в точку нахождения домена). Изображению домена соответствует два пика противоположного контраста.

В случае пироактивной матрицы с пирокоэффициентом противоположного знака результат будет отличаться удвоением амплитуды и константой, равной пироотклику матрицы.

Экспоненциальный спад температуры перед движущимся зондом дополнительно сжимает изотермы при $r > r_0$, локализуя первый пик. Максимальный градиент температуры будет существовать вблизи границ области тепловыделения, поэтому расстояние между двумя пиками будет определяться диаметром теплового зонда $2R_p$.

За движущимся зондом вдоль строки температура спадает по закону $\sim x^{-1}$, а ее градиент — по закону $\sim x^{-2}$, поэтому уменьшение сигнала в шлейфе на порядок будет наблюдаться на расстояниях, примерно равных $3R_p$. Сжатие переднего фронта будет эффективным лишь при достаточно больших скоростях движения, соответствующих $r_0 \approx R_p$, поэтому увеличение скорости движения зонда будет сжимать первый пик, но радиус зонда все же останется конечным фактором, ограничивающим размеры изображения.

Причем для РЭМ размерами теплового источника R_p следует считать глубину проникновения электронов в образец, а не диаметр электронного зонда [7]. Для

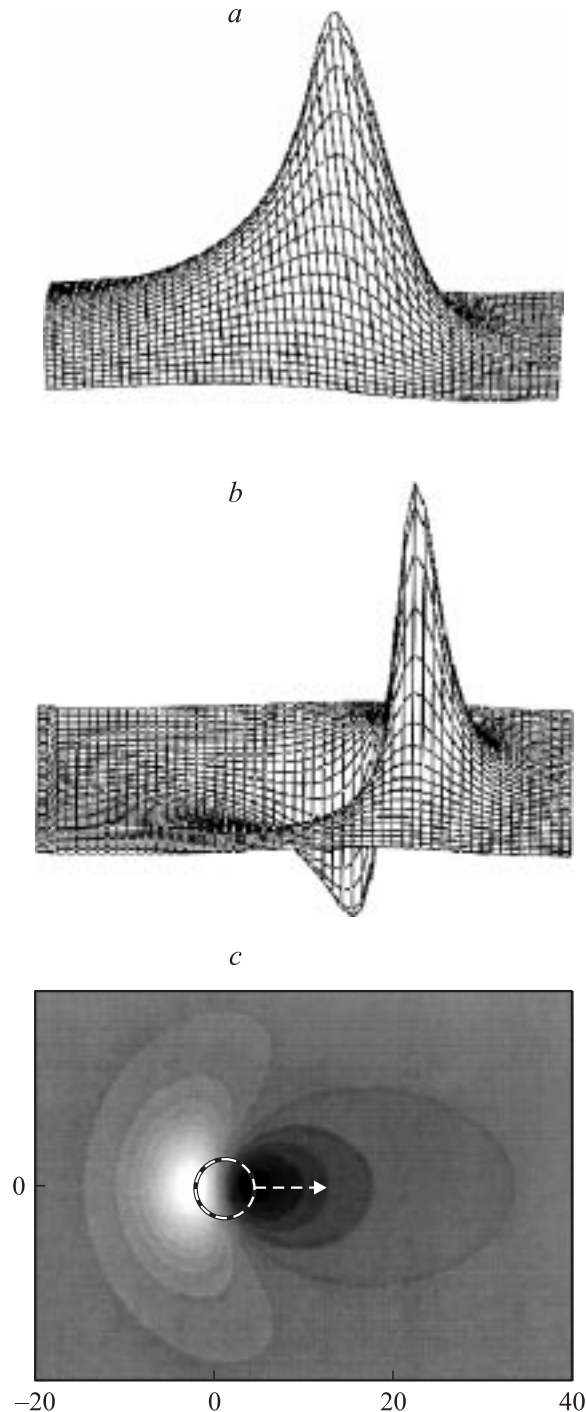


Рис. 1. Формирование видеосигнала от точечного домена: *a* — профили температуры движущегося точечного источника, *b* — профили продольного градиента температуры, *c* — расчетное изображение точечного домена. Радиус зонда $R_p = 4$ (норм. ед.). Скорость сканирования зонда $v = 0.25$ (норм. ед.).

кристаллов ТГС при энергии электронов 15 keV она составляет около $3 \mu\text{m}$ [1].

Для протяженного домена будет иметь место суперпозиция сигналов от всех его частей. Так, для линейного домена, вытянутого вдоль оси x ($x > 0$), интегрирова-

ние приведет к восстановлению профиля температуры (рис. 1, а), т.е. сигнал будет повторять профиль температуры, а не ее градиента.

Для получения сигнала от цилиндрического домена радиусом r_d необходимо провести интегрирование градиента температуры и в поперечном направлении. На рис. 2 показаны профили пиросигнала для центральной линии цилиндрических доменов различного радиуса. Наблюдаются размытие ступеньки при подходе зонда к торцу домена и спадание заднего склона сигнала, которое уменьшается с ростом радиуса домена.

В приведенном выше подходе к расчету пироотклика роль зонда выполняет точечный домен, „сканирующий“ в соответствии с формулой (4) тепловое поле против направления развертки. Для домена конечных размеров учитывается суперпозиция сигналов от всех точек домена. Это позволяет качественно понять основные принципы формирования изображения в режиме пиротока.

Другой подход к расчету видеосигнала состоит в использовании нестационарного уравнения теплопроводности [6]. Подстановки выражения $\partial T/\partial t$ из нестационарного уравнения теплопроводности [6] в формулу (1) и применение теоремы Остроградского позволяют разделить пиросигнал на две компоненты [8]

$$I = \frac{\gamma}{\rho c d_0} \int_V w dV + \frac{a^2 \gamma}{d_0} \oint_S (\text{grad } T)_n dS, \quad (5)$$

где ρ — плотность среды, c — удельная теплоемкость, w — объемная плотность мощности источников, S — граница области V .

Первый интеграл описывает пироток, создаваемый тепловым источником в неограниченной среде. Для точечного источника ($w = \delta(\mathbf{r}_p)$, где \mathbf{r}_p — радиус-вектор положения зонда) он будет точно повторять профиль пирокоэффициента $\gamma(r)$. Диффузия тепла через границы для доменов конечных размеров, учитываемая вторым

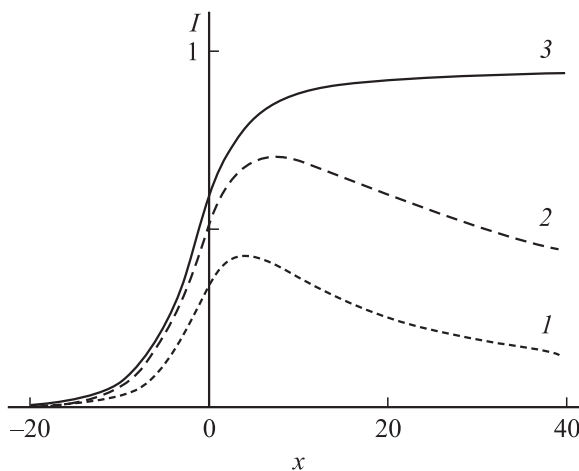


Рис. 2. Профиль видеосигнала цилиндрического домена. Радиус зонда $R_p = 4$ (норм. ед.). Радиус домена $r_d = 10$ (1); $r_d = 20$ (2), 80 (3). Скорость сканирования зонда $v = 0.25$ (норм. ед.).

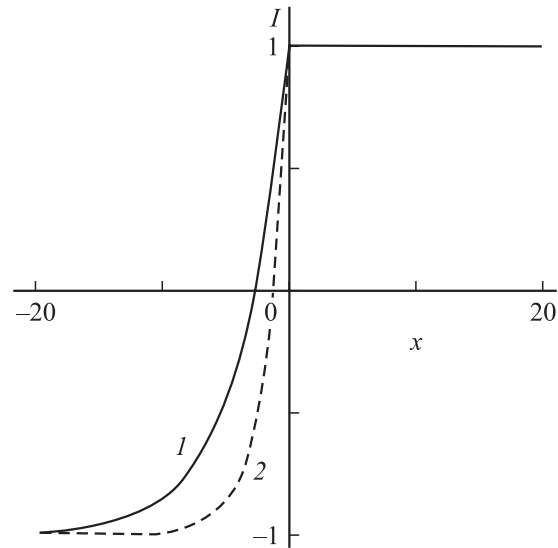


Рис. 3. Расчетный пироотклик от плоской бесконечной границы, перпендикулярной к направлению движения теплового зонда. Скорости сканирования зонда: $v_1 = 0.25$ (норм. ед.) (1), $v_2 = 0.5$ (2).

интегралом, будет существенно исказить форму исходного (идеального) видеосигнала.

В расчетах величины x , t , v нормировались с помощью критериев Фурье и Пекле в соответствии с теорией теплопроводности; физические параметры кристалла и зонда также нормировались к единичному значению пиротока. Параметр сжатия r_0 в нормированных переменных связан со скоростью движения выражением $r_0 = 1/v$.

Расчет пиросигнала по формуле (5) для теплового поля движущегося источника (2) и плоской бесконечной границы, перпендикулярной направлению движения зонда ($x = 0$), дает экспоненту с параметром Пекле r_0 , спадающую в сторону начала развертки $x < 0$ (рис. 3),

$$I(x) = (1 - \text{sign}(x)) \exp \left[\frac{x \cdot (1 - \text{sign}(x))}{2r_0} \right] + \text{sign}(x). \quad (6)$$

Концепция разделения пиросигнала на две компоненты позволяет трактовать спадание сигнала после пересечения электронным зондом торца цилиндрического домена (рис. 2) как утечку тепла через его боковые поверхности. Время спадания сигнала определяется радиусом домена через число Фурье: $t = r_d^2$ (в нормированных переменных), а соответствующая длина будет равна

$$l = vt = r_d^2/r_0. \quad (7)$$

Спадание сигнала будет усиливаться на краях домена. Это также приведет к существенному искажению контраста узких протяженных доменов.

Обсуждение результатов

Как показывает равенство (6), ширина переходной области изображения перпендикулярной стенки равна параметру сжатия r_0 , поэтому для неискаженной передачи ступеньки следует увеличивать скорость движения зонда (рис. 3). Однако при $r_0 < R_p$ ширина изображения ограничивается уже размерами зонда, а не параметром сжатия, поэтому дальнейшее увеличение скорости теряет смысл. Заметим, что для кристалла ТГС ($a^2 = 3 \cdot 10^{-7} \text{ м}^2 \cdot \text{с}^{-1}$) и типовой скорости развертки зонда РЭМ (время развертки 10 ms и длина строки 1 mm) значение параметра $r_0 = 3 \cdot 10^{-6} \text{ м}$, что примерно соответствует размерам теплового источника. Увеличение скорости зонда, как следует из формулы (7), уменьшает спадание сигнала также в узких протяженных доменах.

Использование данной модели для периодической доменной структуры с чередующимися поперечными полосами шириной h показывает, что контраст остается заметным при размерах доменов $h \geq 1.5R_p$. При уменьшении скорости сканирования (и соответствующем увеличении параметра r_0) также наблюдаются снижение и последующее исчезновение контраста. Однако контраст сохраняется различимым даже при скоростях, соответствующих $r_0 \approx 10h$, хотя в этом случае сжатие теплового фронта в пределах ширины домена оказывается крайне незначительным.

Выводы

Диффузионный характер распространения тепла существенно ограничивает разрешение РЭМ изображения в режиме пирозонда. Изображения доменов малого размера испытывают существенные искажения. Контраст протяженных доменов с малыми поперечными размерами будет падать вдоль направления движения зонда. На размытие изображения поперечных стенок кроме размеров зонда существенно влияет скорость сканирования, хотя для периодической доменной структуры роль скорости оказывается не столь велика.

Список литературы

- [1] Согр А.А. // Изв. РАН. Сер. физич. 1996. Т. 60. № 2. С. 174–179.
- [2] Согр А.А., Копылова И.В. // Ferroelectrics. 1997. Vol. 191. P. 193–198.
- [3] Clay W., Evans B.J., Latham R.V. // J. Phys. D. 1974. Vol. 7. P. 1456–1470.
- [4] Latham R.V. // J. Phys. D. 1976. Vol. 9. P. 2295–2304.
- [5] Рудяк В.М. Процессы переключения в нелинейных кристаллах. М.: Наука, 1986. 248 с.
- [6] Карслоу Г., Егер Д. Теплопроводность твердых тел. М.: Наука, 1964. 487 с.
- [7] Филиппов М.Н. // Изв. РАН. Сер. физич. 1993. Т. 57. № 8. С. 163–171.
- [8] Согр А.А., Масловская А.Г. // Изв. РАН. Сер. физич. 2003. Т. 67. № 8. С. 1197–1199.