



Politechnika Wroclawska

ROZPRAWA DOKTORSKA

Metodyka i układy sterowania wiązkami cząstek naładowanych w mikrosystemach MEMS

mgr inż. Marcin Białas

Promotor: dr hab. inż. Tomasz Grzebyk, prof. PWr
Promotor pomocniczy: dr inż. Michał Krysztof

Słowa kluczowe: układy elektroniczne, mikrosystemy

WROCŁAW 2023

Spis treści

1.	Wprowadzenie	5
2.	Wstęp teoretyczny.....	8
2.1.	Źródła elektronów.....	8
2.1.1.	Termiczna emisja elektronów	8
2.1.2.	Polowa emisja elektronów (autoemisja, emisja autoelektronowa).....	9
2.2.	Źródła jonów	10
2.2.1.	Źródła z jonizacją elektronami	10
2.2.2.	Elektrospreje	11
2.2.3.	Źródła z jonizacją fotonami.....	12
2.3.	Ruch cząstek naładowanych w polu elektrycznym, magnetycznym i w gazie.....	12
2.3.1.	Ruch elektronu i jonu w polu elektrycznym.....	13
2.3.2.	Ruch elektronu i jonu w polu magnetycznym.....	13
2.3.3.	Średnia droga swobodna	14
2.4.	Podstawy optyki elektronowej.....	16
2.4.1.	Soczewka elektrostatyczna.....	17
2.4.2.	Elektrostatyczna soczewka unipotencjalna, pojedyncza	17
2.4.3.	Soczewki magnetyczne	18
2.5.	Systemy odchylające	19
2.5.1.	Deflektory magnetyczne.....	19
2.5.2.	Deflektory elektryczne	20
2.6.	Systemy detekcji cząstek naładowanych	20
2.7.	Układy zasilania	23
3.	Miniaturowe przyrządy elektronowięzkowe	27
4.	Układy elektroniczne	38
4.1.	Stabilizowany zasilacz wysokonapięciowy	38
4.2.	Sterownik Układu Oktopolowego (SUO).....	41
4.3.	Generator impulsów nanosekundowych.....	45
4.4.	Generator impulsów o stromym zboczu opadającym i regulowanym czasie trwania impulsu.....	46
4.5.	Półmostkowy generator impulsów o dwóch stromych zboczach i dowolnych poziomach	47
4.6.	Układ zasilania m. cz. do spektrometru kwadrupolowego	49
4.7.	Moduł Izolacji Analogowej (MIA).....	51
4.8.	Przedwzmacniacz do pomiaru szybkozmiennych prądów jonowych.....	55
4.9.	Przedwzmacniacz do pomiarów wolnozmiennych prądów jonowych	57
4.10.	Detektor elektronów z fotodiodą p-v-n.....	59
4.11.	Manipulatory próżniowe.....	61
4.11.1.	Manipulator XY	61
4.11.2.	Manipulator R.....	62
4.11.3.	Sterownik manipulatorów	63
5.	Oprogramowanie.....	66
5.1.	Sterownik Układu Oktopolowego v3.1 (SUO).....	66

5.2.	Monitor Szeregowy v2.1 (MS).....	68
5.3.	Elektroniczny System Odchylająco – Obrazujący (ESOO).....	69
5.4.	Ośmiokanałowy Zasilacz Uniwersalny (OZU).....	71
5.5.	Przeglądarka foto CSV (PCSV).....	72
5.6.	Analizator Jaskrawości (AJAS).....	73
5.7.	Analizator Liniowy (ALi).....	74
5.8.	Specjalizowany Kompilator Tekstowy (SKOT).....	74
5.9.	Rejestrator ciśnienia (CMOVE)	75
6.	Badania własne	77
6.1.	Mikroskop elektronowy MEMS	77
6.1.1.	Przygotowanie oktopolowego układu odchylającego i jego test	77
6.1.2.	Charakteryzacja mikroskopu JSM-IT100 w roli źródła elektronów	81
6.1.3.	Uruchomienie prostego systemu detekcji elektronów	82
6.1.4.	Wpływ średnicy wiązki na ostrość obrazu	85
6.1.5.	Testy detektorów elektronów. Obrazowanie bezpośrednio, transmisyjne (STEM) oraz elektronami wstecznie rozproszonymi	87
6.1.6.	Obrazowanie przez cienką membranę wykonaną z azotku krzemu (Si_3N_4).....	90
6.1.7.	Konstrukcja miniaturowego mikroskopu skaningowego z własnym źródłem elektronów	95
6.2.	Miniaturowe spektrometry mas	98
6.2.1.	Spektrometr ruchliwości jonów.....	98
6.2.2.	Spektrometr ToF	104
6.2.3.	Spektrometr kwadrupolowy	111
6.3.	Miniaturowe źródło rentgenowskie	114
6.3.1.	Badania materiałów scyntylacyjnych.....	115
6.3.2.	Charakteryzacja anod	119
6.3.3.	Charakteryzacja wiązki rentgenowskiej	124
6.3.4.	Obrazowanie próbki biologicznej	127
6.3.5.	Próba wytrzymałości termicznej	129
7.	Podsumowanie	133
8.	Literatura.....	135
	Podziękowania:	140

Spis oficjalnych akronimów występujących w rozprawie

BMP	- <i>BitMaP</i> – rodzaj pliku graficznego
CCD	- <i>Charge Coupled Device</i> – rodzaj matrycy światłoczułej
CSV	- <i>Comma Separated Value</i> – rodzaj pliku tekstowego
DC	- <i>Direct Current</i> – prąd stały
DDS	- <i>Direct Digital Synthesis</i> – bezpośrednia synteza cyfrowa, metoda generowania sygnałów
DRIE	- <i>Deep Reactive Ion Etching</i> – proces głębokiego trawienia jonowego
ENA	- <i>ENable</i> – wejście sygnału zezwalającego na pracę układu scalonego lub jego fragmentu
FR4	- <i>Flame Retardant 4</i> – oznaczenie typu laminatu stosowanego w elektronice
ITO	- <i>Indium-Tin Oxide</i> – tlenek indowo-cynowy
JFET	- <i>Junction Field Effect Transistor</i> – złączowy tranzystor polowy
LED	- <i>Light Emitting Diode</i> – dioda elektroluminescencyjna
LRF	- Lampa Rtęciowa Fluorescencyjna
m. cz.	- mała częstotliwość (w paśmie akustycznym)
MALDI	- <i>Matrix Assisted Laser Desorption/Ionization</i> – proces wytwarzania jonów
MEMS	- <i>Micro Electro Mechanical System</i> – mikrosystem elektromechaniczny
MOSFET	- <i>Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor</i> – tranzystor polowy z izolowaną bramką
NAND	- <i>Not-AND</i> – bramka logiczna realizująca funkcję negacji koniunkcji
OLED	- <i>Organic LED</i> – organiczna dioda elektroluminescencyjna
PC	- <i>Personal Computer</i> – komputer osobisty
PIMMS	- <i>Planar Integrated Micro Mass Spectrometer</i> – płaski, scalony spektrometr mas
PMK	- Płytką MikroKanalikowa – rodzaj powielacza elektronowego
PMMA	- poli(metakrylan metylu) – przezroczyste tworzywo sztuczne
PVD	- <i>Physical Vapour Deposition</i> – proces naparowywania warstw cienkich
PZT	- <i>PieZo Transformer</i> – transformator piezoelektryczny
SEM	- <i>Scanning Electron Microscope</i> – elektronowy mikroskop skaningowy
SiPM	- <i>Silicon PhotoMultiplier</i> – półprzewodnikowy fotopowielacz
SIS	- <i>Synchronous Ion Shielding</i> – rodzaj filtru masowego

SLA	- StereoLitografiA – jedna z technik druku przestrzennego
SMU	- <i>Source-Measure Unit</i> – urządzenie pomiarowe mogące zasilać badany układ
STEM	- <i>Scanning Trasmision Electron Microscope</i> – skaningowo-transmisyjny mikroskop elektronowy
TEM	- <i>Trasmision Electron Microscope</i> – elektronowy mikroskop transmisyjny
ToF	- <i>Time of Flight</i> – typ spektrometru masowego
TQFP	- <i>Thin Quad Flat Package</i> – rodzaj obudowy układu scalonego, przeznaczonej do montażu powierzchniowego
UART	- <i>Universal Asynchronous Receiver/Transmitter</i> – typ szeregowego interfejsu komunikacyjnego w systemach wbudowanych
USB	- <i>Universal Serial Bus</i> – popularny interfejs komunikacyjny w komputerowych urządzeniach peryferyjnych
UV	- <i>UltraViolet</i> – światło ultrafioletowe, tj. o długości fali krótszej niż 400 nm, ale nie krótszej niż 10 nm
VFD	- <i>Vacuum Fluorescent Display</i> – wyświetlacz fluorescencyjny
Vpp	- <i>Volts peak-peak</i> – napięcie międzyszczytowe
w. cz.	- wielka częstotliwość (w paśmie radiowym)

1. Wprowadzenie

Próżniowe urządzenia elektronowe miały bardzo duży udział w rozwoju elektroniki. Przez długi okres stanowiły wręcz jej podstawę: od czasu skonstruowania pierwszej diody próżniowej (1904 r., John Fleming) musiało minąć niemal pół wieku, by powstał pierwszy tranzystor bipolarny (1947 r., John Bardeen i Walter Brattain). Współcześnie, urządzeń wykorzystujących do działania cząstki naładowane poruszające się w próżni jest w powszechnym użytku już niewiele. Postęp techniczny w zakresie elektroniki sprawił, że w gospodarstwach domowych często spotkać można już jedynie dwa rodzaje lamp elektronowych – wyświetlacze fluorescencyjne (VFD – *vacuum fluorescent display*) [1] w sprzętach radiowo–telewizyjnych oraz magnetrony w kuchenkach mikrofalowych. Te pierwsze używane są do dziś ze względu na wygląd wyświetlanych znaków, uchodzący za elegancki i wyjątkowy. Drugie są po prostu najtańszym i najprostszym sposobem na zamianę energii elektrycznej na promieniowanie mikrofalowe. Sytuacja ta może jednak wkrótce ulec zmianie za sprawą coraz popularniejszych wyświetlaczy OLED oraz rozwoju półprzewodników dużej mocy i wielkiej częstotliwości, opartych na węglu krzemu [2].

Nieco inaczej wygląda gałąź zastosowań profesjonalnych, choć część urządzeń także znalazła tu już swoje zamienniki. Przykładem mogą być lampy nadawcze wysokiej mocy, zastępowane blokami tranzystorowymi, czy liczniki Geigera-Müllera, których miejsce zajmują półprzewodnikowe fotodiody lub fotopowielacze [3] współpracujące z odpowiednimi scyntylatorami. Istnieją jednak urządzenia, w których ruch elektronów lub jonów odgrywa tak kluczową rolę dla ich działania, że o półprzewodnikowych zamiennikach nie może być mowy. Są to, przykładowo: mikroskopy elektronowe, spektrometry masowe, noktowizyjne wzmacniacze obrazu, akceleratory cząstek, urządzenia do selektywnego nanoszenia lub usuwania materiału wiązką jonów itp. Większość z nich znana jest i udoskonalana od dziesięcioleci (choćby przytoczony mikroskop elektronowy – wynalazek z 1931 r. [4]). W związku z tak długą historią rozwoju i udoskonalania, obecnie niełatwo jest wprowadzić nową, przełomową modyfikację do istniejących już konstrukcji. Podejmowane są za to próby miniaturyzowania niektórych z tych urządzeń, przy czym można wyróżnić wśród nich dwa podejścia. Pierwsze, dużo starsze, polega na zastosowaniu tradycyjnych technik wytwarzania (odlewnictwa, obróbki skrawaniem) i zmianie projektu samej konstrukcji, by była mniejsza i bardziej zwarta. Pozwala to wytworzyć niewielkie, acz niekoniecznie miniaturowe wersje urządzeń elektronoptycznych. Drugie podejście polega na zastosowaniu technik mikromechanicznych, które wywodzą się bezpośrednio z mikroelektroniki. Często wymusza

to konieczność opracowania zupełnie nowej konstrukcji przyrządu. Musi ona uwzględniać jego miniaturową wielkość oraz być dopasowana do możliwości i ograniczeń stosowanej techniki wytwarzania. Ponadto, musi uwzględniać właściwości fizyczne stosowanych w tej technice materiałów, innych niż typowe materiały konstrukcyjne – głównie krzemu i szkła. MEMS (*micro-electro-mechanical systems*) to skrót oznaczający mikrosystemy elektromechaniczne wytwarzane najczęściej właśnie w ten sposób. Choć sama idea wytwarzania krzemowo-szklanych mikrostruktur pełniących funkcje mechaniczne powstała pod koniec lat 50, to szybki rozwój i liczne wdrożenia zaczęły się dopiero w latach 80 [5]. Rozwój ten wydaje się ciągle przyspieszać, a do rodziny MEMS zaczynają być zaliczane także systemy wytwarzane technikami takimi jak druk 3D [6], który sam w sobie cieszy się dziś ogromną popularnością i jest stosowany w wielu dziedzinach nauki i techniki. To właśnie miniaturyzacja z wykorzystaniem technik MEMS pozwala obecnie najłatwiej wprowadzać istotne zmiany w konstrukcjach przyrządów elektronooptycznych.

Nieduże rozmiary takich urządzeń oraz specyfika związana z technologią MEMS wiążą się jednak z koniecznością zastosowania innych, niż w typowych konstrukcjach, zespołów wytwarzających lub sterujących wiązką elektronową. Przykładowo, trudno byłoby w mikroskali wykonać magnetyczny zespół sterujący lub skupiający, więc zastępuje się je płaskimi odpowiednikami elektrostatycznymi. Mniejsze odległości pomiędzy elektrodami mają wpływ na pojemności montażowe oraz czasy odpowiedzi przyrządów, co z kolei przekłada się na konieczność konstruowania odpowiednich, elektronicznych układów sterujących i pomiarowych. Choć część układów tego typu jest dostępna handlowo, zwykle jako uniwersalne urządzenia laboratoryjne, to pożądane jest opracowywanie rozwiązań specjalizowanych – znacznie mniejszych i jak najlepiej dostosowanych do pracy z danym mikrosystemem. Dopiero opracowanie takich specjalizowanych układów, które mogą zostać zminiaturyzowane, pozwala w pełni wykorzystać potencjał miniaturowych struktur MEMS.

Celem niniejszej pracy było opracowanie układów i urządzeń (elektronicznych, mikromechanicznych, systemów automatyki i pomiarów) oraz oprogramowania, niezbędnych do uruchomienia i badań właściwości mikrosystemów elektronowych, jonowych lub ich podzespołów. Główny aspekt naukowy rozprawy stanowiło przeprowadzenie prac badawczych mających na celu charakteryzację oraz usprawnienie działania mikrosystemów MEMS opracowywanych w Politechnice Wrocławskiej: miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego, mikroskopu elektronowego, spektrometrów mas lub ich części, a także skonstruowanych przez autora układów elektronicznych.

Rozprawa jest podzielona na osiem rozdziałów. Po wprowadzeniu, rozdział drugi rozprawy stanowi wstęp teoretyczny. Omówiono w nim teorię związaną z emisją elektronów, wytwarzaniem jonów, sterowaniem i kształtowaniem wiązek cząstek obdarzonych ładunkiem elektrycznym a także z ich detekcją. W rozdziale trzecim zawarto przegląd literatury, prezentujący różne podejścia do badania i rozwoju mikrosystemów próżniowych, opisane zarówno w światowej literaturze naukowej, jak i w publikacjach z Katedry Mikrosystemów Politechniki Wrocławskiej. Rozdział czwarty zawiera opisy wybranych, związanych z tematem, autorskich konstrukcji elektronicznych i mechatronicznych, powstałych w trakcie realizacji pracy doktorskiej i wykorzystanych podczas prowadzonych badań. W rozdziale piątym zebrano opisy wybranych, autorskich programów komputerowych, napisanych na potrzeby prowadzonych badań. Opisy przeprowadzonych doświadczeń i ich wyników zawarto w rozdziale szóstym. Podzielono je tematycznie, według typów przyrządów, których dane prace dotyczyły. Rozdział siódmy stanowi podsumowanie pracy.

2. Wstęp teoretyczny

W tym rozdziale omówiono zagadnienia teoretyczne, związane z emisją elektronów, wytwarzaniem jonów i sterowaniem strumieni cząstek obdarzonych ładunkiem elektrycznym. Przedstawiono także zagadnienia związane z detekcją cząstek oraz z układami zasilania systemów elektronowych lub jonowych.

2.1. Źródła elektronów

Elektrony, jako nośniki ładunku elektrycznego, stanowią podstawę działania urządzeń elektronowych. Emisja elektronów może być skutkiem rozpadów promieniotwórczych β^- (promieniowanie β to właśnie strumień elektronów lub pozytronów), ale może też być wywołana przez wysoką temperaturę (źródła termoemisyjne) lub silne pole elektryczne (źródła polowe).

2.1.1. Termiczna emisja elektronów

Emisja termoelektronowa była historycznie pierwszym odkrytym rodzajem emisji. Pozwala ona uzyskać wysokie natężenia prądów emisyjnych, czasem sięgające dziesiątek amperów [7], przy niezbyt wysokich gęstościach prądu, co wynika z dużej powierzchni katody w formie drutu lub płytki. Początkowo katody wykonywano z metali. Metale w swoich sieciach krystalicznych zawierają elektrony swobodne, czyli cząstki niezwiązane z atomami, znajdujące się w paśmie przewodnictwa. Ich ważną cechą jest możliwość przemieszczania się w materiale. Gdy, wskutek wzrostu temperatury, osiągną na tyle wysoką energię kinetyczną E_k , że są w stanie wykonać pracę wyjścia W_c i pokonać barierę potencjału, rozpoczyna się proces emisji termicznej. Wartość pracy wyjścia jest zależna od materiału, zatem nie każdy metal może być jednakowo dobrym emitorem. Ponadto, nie wszystkie elektrony o $E_k \geq W_c$ od razu opuszczają metal. Istotna jest tu energia kinetyczna wynikająca ze składowej prędkości, która jest prostopadła do granicy metalu i próżni. Wykonanie pracy wyjścia powoduje obniżenie energii kinetycznej elektronu związanej z tą składową, przy zachowaniu pozostałych – następuje zmiana kierunku ruchu. Można tu dostrzec pewną analogię do zjawisk załamania i całkowitego wewnętrznego odbicia, choć te dotyczą fal, a nie strumieni cząstek. Zależność prądu emisji od temperatury opisana jest równaniem Richardsona (1):

$$J_e = AT^2 \exp(-e\phi/kT) \quad (1)$$

w którym:

J_e – gęstość prądu emisyjnego,

A – stała, określająca właściwość emisyjną materiału,

T – temperatura metalu,

$e\phi$ – zewnętrzna praca wyjścia,

k – stała Boltzmana.

Katody metalowe cechuje niski parametr A . Oznacza to, że taka katoda musi pracować w bardzo wysokiej temperaturze (ponad 1000°C), by wyemitować odpowiednią liczbę elektronów w jednostce czasu. Było to mało efektywne i szybko doprowadziło do wynalezienia katody tlenkowej – pokrytej materiałem o wysokiej emisyjności, takim jak tlenek baru lub strontu. Katody tego typu zapewniają silną emisję nawet poniżej temperatury widocznego żarzenia, tj. około 500°C. Są jednak bardziej wrażliwe na złe warunki pracy, takie jak zbyt niska próżnia (o ciśnieniu wyższym niż 10^{-5} hPa). Dla porównania, katoda wolframowa może pracować nawet przy ciśnieniu rzędu 10^{-3} hPa [8].

2.1.2. Polowa emisja elektronów (autoemisja, emisja autoelektronowa)

Pierwsza wyrzutnia autoemisyjna powstała w 1951 roku. Polowa emisja elektronów może mieć miejsce już w temperaturze pokojowej, przy dostatecznie wysokim - rzędu 10 GV/m - natężeniu pola elektrycznego przy katodzie. W odróżnieniu od emisji termicznej, tutaj elektrony nie muszą mieć wysokiej energii kinetycznej, gdyż pokonują barierę potencjału wskutek zjawiska tunelowego. Prawdopodobieństwo tunelowania cząstki, zwane współczynnikiem przenikania (transmisji), jest zależne od kształtu bariery potencjału. Ten zaś zależy od natężenia pola elektrycznego. Im wyższe natężenie pola, tym niższa i węższa jest bariera potencjału, a więc tym wyższe jest prawdopodobieństwo tunelowania i emisji elektronów. Opisuje to równanie Fowlera-Nordheima (2):

$$J_f = BE_k^2 e^{-C/E_k} \quad (2)$$

w którym:

J_f – gęstość prądu autoemisyjnego,

B, C – stałe, określające właściwości emisyjne materiału katody,

E_k – natężenie pola elektrycznego przy powierzchni katody.

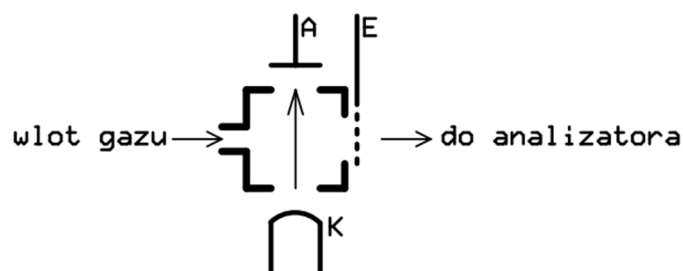
Emisja polowa pozwala uzyskać dużą gęstość prądu emisyjnego. Natężenie prądu emisyjnego jest jednak niewielkie, rzędu mikroamperów, gdyż ogranicza je wytrzymałość termiczna katody (zwykle ostrzowej), nagrzewającej się podczas pracy. Największym problemem związanym z emiterami polowymi jest ich stabilność w czasie, zależna od geometrii ostrza, która może się zmieniać w wyniku oddziaływania wysokiej temperatury i jonów. Niewątpliwą zaletą emiterów polowych jest niezwykle mała powierzchnia, z której następuje emisja. Pozwala to na skupienie wiązki w bardzo mały punkt, co jest niezwykle istotne w systemach obrazujących, takich jak SEM.

2.2. Źródła jonów

Jony są atomami nieobojętymi elektrycznie, czyli mającymi inną ilość elektronów w stosunku do liczby protonów. Ich ładunek może być zatem dodatni, jeśli elektronów jest mniej, lub ujemny, jeśli jest ich więcej. Powstanie jonu jest wynikiem procesu zwanego jonizacją. Proces ten może nastąpić, gdy z atomem zderzy się elektron i zostanie przy nim uwięziony (powstaje jon ujemny) lub, gdy dostarczy on do atomu energię powodującą oderwanie od niego elektronów (powstaje jon dodatni). Źródło jonów wymaga zatem obecności atomów do zjonizowania oraz źródła cząstek powodujących jonizację. Cząstkami tymi mogą być elektrony, fotony czy całe jądra atomowe a nawet inne cząstki. W związku z tym istnieje bardzo wiele różnych typów źródeł jonów.

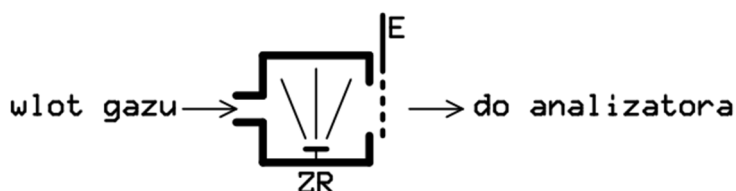
2.2.1. Źródła z jonizacją elektronami

Źródła ze zderzeniową jonizacją elektronami to jedne z najczęściej stosowanych rodzajów źródeł jonów. Źródło takie zawiera emiter elektronów (termo- lub autoemisyjny) wraz z układem przyspieszającym, układ dozowania gazu do zjonizowania oraz komorę jonizacyjną, w której dochodzi do zderzeń i jonizacji (rys. 1). Regulując napięcie przyspieszające można zmieniać energię elektronów i dopasować ją do energii jonizacji wprowadzanego gazu. Dość istotnym problemem technicznym, związanym ze źródłami tego typu, jest konieczność zapewnienia różnych ciśnień w obszarze komory i emitera elektronów, gdyż emiter wymaga pracy w próżni. Zazwyczaj wymusza to zastosowanie bardzo wydajnego układu pompowego.



Rys. 1. Konstrukcja źródła jonów z jonizacją zderzeniową; K, A – katoda i anoda układu elektronowego, E – ekstraktor jonów (siatka).

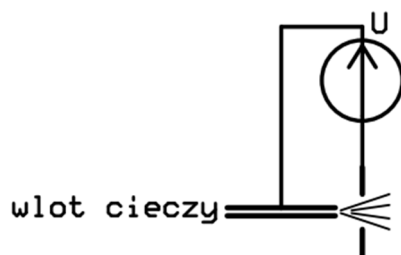
Pewną odmianą zderzeniowych źródeł jonów są źródła wykorzystujące materiał radioaktywny w roli emitera cząstek wywołujących jonizację. Dawniej były one bardzo powszechnie stosowane w czujnikach dymu, obecnie są coraz rzadziej wykorzystywane ze względu na obawy natury radiologicznej i ochronę środowiska. W przeciwieństwie do źródeł z klasycznym emitery elektronów, te mogą pracować przy ciśnieniu atmosferycznym i nie wymagają żadnego zasilania. Składają się ze szczelnego zasobnika z niedużą ilością radioaktywnego izotopu emitującego promieniowanie α lub β , np. ^{238}Pu [9] lub ^{63}Ni [10]. Emitowane cząstki α (jądra helu) lub β (elektrony lub pozytrony), zderzając się z atomami gazu, wywołują ich jonizację. Uproszczony schemat takiego źródła przedstawiono na rys. 2.



Rys. 2. Konstrukcja izotopowego źródła jonów; ZR - źródło radioizotopowe, E - elektroda ekstrakcyjna.

2.2.2. Elektrospreje

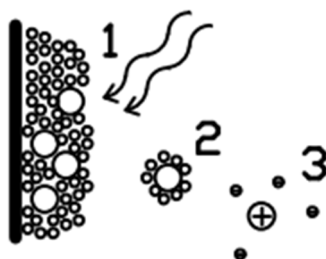
Elektrospreje są rodzajem źródeł jonów, który może pracować przy ciśnieniu atmosferycznym. Jego działanie oparte jest na wprowadzaniu ciekłej próbki w obszar silnego pola elektrycznego. Powoduje ono najpierw oderwanie kropelek cieczy od końca dozownika, następnie dalsze ich rozdrabnianie wskutek pokonywania sił kohezji przez siły elektrostatyczne, a na koniec desorpcję samych jonów. W klasycznym rozwiązaniu dozownikiem jest kapilara (rys. 3), ale stosowane są też rozwiązania wykorzystujące nasiąkliwy, włóknisty materiał, np. papier w przypadku rozwiązania „paper-spray”.



Rys. 3. Źródło jonów typu elektrosprej. Napięcie U przyłożone pomiędzy kapilarę i elektrodę pomocniczą powoduje powstanie strumienia kropeł cieczy, a następnie jonów.

2.2.3. Źródła z jonizacją fotonami

Jeszcze innym rodzajem źródeł jonów są źródła wykorzystujące do jonizacji energię fotonów. W celu dostarczenia do próbki energii niezbędnej do jonizacji często stosowane są w nich lasery impulsowe dużej mocy. Jedną z metod tego typu jest MALDI (*Matrix Assisted Laser Desorption Ionisation*). Jest to technika jonizacji laserowej, w której próbka zostaje najpierw wprowadzona do tzw. matrycy – innej substancji, dobrze pochłaniającej energię promieniowania laserowego. Pozwala ona na łagodną jonizację, czyli niepowodującą rozerwania nawet długich cząsteczek polimerów. Mechanizm jonizacji tą metodą przedstawiono na rys. 4.



Rys. 4. Kolejne etapy jonizacji techniką MALDI: 1 – oświetlona próbka w matrycy, 2 - próbka po desorpcji, 3 - jon powstały po desolvatacji.

2.3. Ruch cząstek naładowanych w polu elektrycznym, magnetycznym i w gazie

Cząstki obdarzone ładunkiem elektrycznym wytwarzają wokół siebie pole elektryczne. Podlegają przez to oddziaływaniom elektrostatycznym, zarówno między sobą, jak i z zewnętrznym polem elektrycznym. Jeżeli cząstka o niezerowym ładunku porusza się, to dodatkowo wytwarza wokół siebie pole magnetyczne [11], którego linie tworzą koncentryczne okręgi wokół cząstki, leżące na płaszczyźnie prostopadłej do kierunku jej

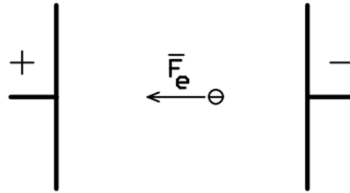
ruchu. Obecność tego pola oznacza, że cząstka w ruchu jest wrażliwa także na oddziaływania magnetyczne. Ponadto, cząstki są obiektami fizycznymi, a więc mogącymi się ze sobą zderzać i także w ten sposób na siebie wzajemnie oddziaływać. Z odległością, jaką cząstki pokonują pomiędzy kolejnymi zderzeniami, wiąże się pojęcie średniej drogi swobodnej.

2.3.1. Ruch elektronu i jonu w polu elektrycznym

Ruch elektronu lub jonu w polu elektrycznym można opisać prawami mechaniki klasycznej. Na elektron znajdujący się w polu elektrycznym działa siła elektrostatyczna:

$$\mathbf{F}_e = e\mathbf{E} \quad (3)$$

gdzie: e - ładunek elektronu, \mathbf{E} – wektor natężenia pola elektrycznego [V/m]. Kierunek działania siły elektrostatycznej przedstawiono na rys. 5.



Rys. 5. Kierunek i zwrot siły elektrostatycznej działającej na elektron w polu elektrycznym pomiędzy dwiema elektrodami płaskimi.

Oznacza to, że na elektron działa przyspieszenie $a = F_e / m_e$, którego wektor jest równoległy do linii sił pola. Jeżeli elektron był w stanie spoczynku, będzie się poruszał ruchem przyspieszonym, zgodnie z kierunkiem działania linii pola elektrycznego. Jeżeli elektron poruszał się prostopadłe do linii pola, to tor jego ruchu zmieni się z prostoliniowego w paraboliczny.

Na jony w polu elektrycznym również działa siła proporcjonalna do ładunku jonu i natężenia pola. Jej wpływ na ruch cząstki jest jednak znacznie mniejszy za sprawą dużej bezwładności, wynikającej z jej dużej masy. Ta jest wyższa od masy elektronu o kilka rzędów wielkości, gdyż masy jonów są praktycznie równe masom atomowym zjonizowanych atomów.

2.3.2. Ruch elektronu i jonu w polu magnetycznym

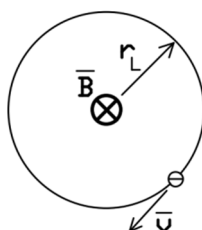
Oddziaływanie pola magnetycznego na ruch cząstki jest znacznie bardziej złożone niż pola elektrycznego. Na elektron poruszający się w jednorodnym polu magnetycznym działa siła Lorentza równa (5):

$$\mathbf{F}_B = e\mathbf{v}_e \times \mathbf{B} \quad (4)$$

gdzie: \mathbf{v}_e – prędkość ruchu elektronu, \mathbf{B} – indukcja pola magnetycznego. Wynika stąd, że na elektron poruszający się równoległe do linii pola magnetycznego nie będzie działała żadna siła, a jego ruch będzie prostoliniowy. Zupełnie inaczej będzie w przypadku ruchu prostopadłego do linii pola. W tym przypadku elektron zacznie krążyć wokół linii pola po torze kołowym, tzw. okręgu Larmora [12]. Promień tego okręgu (promień Larmora, na rys. 6 oznaczony r_L) wynika z równoważenia się siły Lorentza i siły odśrodkowej:

$$r_L = m_e v / eB, \quad (5)$$

gdzie: v – składowa prędkości prostopadła do linii pola.



Rys. 6. Ruch elektronu po okręgu Larmora; \mathbf{B} - wektor indukcji pola magnetycznego, \mathbf{v} - wektor prędkości elektronu, r_L - promień Larmora.

Jeżeli elektron ma dodatkową składową prędkości, równoległą do linii pola magnetycznego, to tor jego ruchu staje się linią śrubową zawiniętą wokół linii pola. Znając tę składową prędkości oraz częstotliwość cyklotronową, tj. częstość kołową elektronu w ruchu po okręgu:

$$\omega_e = eB/m_e \quad (6)$$

można dokładnie określić tor ruchu elektronu.

Jony poruszają się po torach o takich samych kształtach jak elektrony, jednak ze względu na większą masę, promienie Larmora dla jonów są znacznie większe. Przykładowo, jeżeli promień Larmora dla elektronu jest równy 550 nm, to w tych samych warunkach, dla jonów argonu Ar^+ wyniesie on ok. 42 mm.

2.3.3. Średnia droga swobodna

Jak wspomniano we wprowadzeniu (2.3), atomy gazów mogą ze sobą kolidować. Średni dystans, jaki pokonują między kolejnymi zderzeniami, określany jest pojęciem średniej drogi swobodnej. W celu uproszczenia rozważań na ten temat, cząstki zwykle przedstawia się jako kulki o odpowiednich promieniach. Wówczas staje się oczywiste,

że do kolizji może dojść tylko wtedy, gdy środki kulek zblizają się na odległość mniejszą niż suma ich promieni. Koło o promieniu równym tej sumie, a środkiem pokrywającym się ze środkiem cząstki, nazywane jest jej przekrojem czynnym na zderzenie. Gdy cząstka porusza się, to jej przekrój czynny, prostopadły do kierunku ruchu, wyznacza pewną cylindryczną przestrzeń. Jej objętość równa jest iloczynowi powierzchni przekroju czynnego o promieniu r i drogi s przebytej przez cząstkę:

$$V = \pi r^2 v t = \pi r^2 s \quad (7)$$

Jeżeli znana jest gęstość występowania cząstek w przestrzeni n (ilość na jednostkę objętości), to liczba potencjalnych zderzeń n_Z wyniesie:

$$n_Z = V n \quad (8)$$

Droga przebyta przez cząstkę, podzielona przez ilość zderzeń n_Z , da średnią drogę swobodną λ :

$$\lambda = s / (\pi r^2 v t n) = 1 / (\pi r^2 n) \quad (9)$$

Byłoby to jednak prawdziwe, gdyby wszystkie pozostałe cząstki były nieruchome, a więc do kolizji z nimi dochodziłoby z prędkością jedynej ruchomej cząstki v . W rzeczywistości wszystkie cząstki poruszają się, zatem do zderzeń dochodzi pod wszelkimi możliwymi kątami z przedziału $(0, 180^\circ]$, a prędkości względne mieszczą się w przedziale $(0, 2v]$. Prędkość względna przy zderzeniu pod kątem prostym, stanowiącym połowę możliwego zakresu kątów, jest równa $v \cdot \sqrt{2}$. Taką właśnie wersję przyjmuje się w ostatecznym równaniu [13]:

$$\lambda = 1 / (\sqrt{2} \pi r^2 n) \quad (10)$$

Zagęszczenie atomów gazu w jednostce objętości zależy od ciśnienia oraz od temperatury tego gazu, co wynika wprost z przekształconego równania stanu gazu doskonałego:

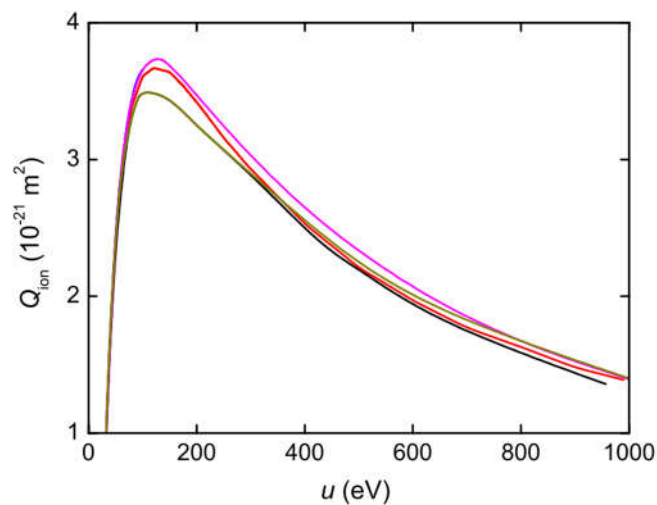
$$n = V p / R T \quad (11)$$

Po wstawieniu powyższego równania do (10), otrzymuje się zależność drogi swobodnej od temperatury, ciśnienia i przekroju czynnego:

$$\lambda = R T / (V \sqrt{2} \pi r^2 p) = k T / (\pi r^2 p), \quad (12)$$

gdzie $k = R / (V \sqrt{2}) = \text{const}$. Stabelaryzowane drogi swobodne cząstek różnych gazów znaleźć można w tablicach lub w sieci [14].

Nieco trudniejsze jest rozpatrywanie zderzeń elektronów z atomami, gdyż nie są to już oddziaływania czysto mechaniczne. Efektem takiego zderzenia może być jonizacja atomu, jeżeli elektron dostarczy do niego odpowiednio dużą energię. Z tego powodu, wzrost energii elektronu zwiększa jego przekrój czynny. Równocześnie, wraz z energią elektronu rośnie jego prędkość (i wynosi w przybliżeniu $600 \cdot \sqrt{E}$ [km/s] [15]). Większa prędkość oznacza krótsze oddziaływanie na atom, a to z kolei zmniejsza prawdopodobieństwo zajścia zjawiska jonizacji. W przypadku elektronów, podobnie jak i większych cząstek, operuje się pojęciem przekroju czynnego, jednak z uwagi na powyższe, przekrój ten jest zależny od energii i wykazuje istnienie pewnego maksimum (rys. 7).



Rys. 7. Zależność przekroju czynnego elektronu w helu od jego energii, według 4 różnych źródeł [16].

2.4. Podstawy optyki elektronowej

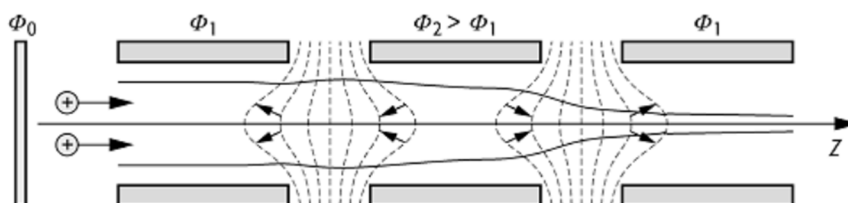
Cząstki nieobojętne elektrycznie i będące w ruchu mogą oddziaływać z polami: elektrycznym i magnetycznym. Wynikiem tych oddziaływań może być zakrzywienie toru ruchu cząstek, podobne do ugięcia promieni świetlnych przy przechodzeniu przez granicę różnych ośrodków. Odpowiednio ukształtowane pola mogą oddziaływać na cząstki niczym soczewki, pryzmaty lub zwierciadła. Co więcej, parametry takich układów elektronooptycznych, w przeciwieństwie do klasycznej optyki świetlnej, mogą być z łatwością modyfikowane przez zmianę potencjałów elektrod lub prądów w uzwojeniach elektromagnesów. Niemal wszystkie urządzenia elektronowiązkowe zawierają mniej lub bardziej złożony układ odwzorowujący, czyli jedną lub zespół soczewek, wytwarzający w płaszczyźnie roboczej powiększony lub pomniejszony obraz elementu emitującego elektrony.

2.4.1. Soczewka elektrostatyczna

Najprostszą postacią soczewki elektrostatycznej jest pojedyncza elektroda pierścieniowa. Zależnie od przyłożonego potencjału może ona odpychać elektrony ku osi układu lub przyciągać je ku sobie, działając jak soczewka skupiająca lub rozpraszająca. Taka elektroda będzie odpychała lub przyciągała także te elektrony, które dopiero się do niej zbliżają, a więc będzie zmieniała ich energię. W skrajnym przypadku może całkowicie wyhamować lub przyciągnąć wszystkie cząstki, podobnie jak siatka sterująca w triodzie. Wpływ na energię jest szczególnie niekorzystny w układach złożonych z kilku soczewek, gdyż zmiana w obrębie jednej z nich wpływa na pracę pozostałych.

2.4.2. Elektrostatyczna soczewka unipotencjalna, pojedyncza

Układów rurowych lub płaskich elektrod, formujących soczewki elektronowe z pól elektrycznych, jest bardzo wiele. Najbardziej powszechną wydaje się być soczewka unipotencjalna (niem. *Einzellinse*, rys. 8), która z uwagi na swoją symetrię, nie powoduje zmiany energii przechodzących przez nią elektronów.



Rys. 8. Przekrój wzdłużny soczewki unipotencjalnej [17].

Soczewka taka składa się z trzech kolejno ustawionych elektrod, przy czym skrajne są połączone elektrycznie, więc mają taki sam potencjał Φ_1 . Różnica potencjałów między zewnętrznymi elektrodami a środkową o potencjale Φ_2 powoduje powstanie dwóch obszarów pola elektrycznego wokół szczelin między nimi. Istotne pod kątem pracy soczewki jest pole wnikające do przestrzeni wewnątrz elektrod. Linie sił pola, zaznaczone schematycznie strzałkami prostopadłymi do kreskowych linii ekwipotencjalnych, układają się tam w łukowate krzywe – styczne do osi symetrii „Z” soczewki pomiędzy elektrodami, a coraz bardziej do niej prostopadłe w miarę zbliżania się do elektrod. Jako, że siła działająca na elektron w polu elektrycznym jest równoległa do linii pola, to elektron poruszający się równo po osi symetrii soczewki nie zmieni swojej trajektorii. Zmieni się jedynie jego prędkość przy przejściu przez pole pochodzące z pierwszej szczeliny, ale zmiana ta zostanie cofnięta przez pole w obszarze drugiej szczeliny. Jeżeli elektron został spowolniony

w pierwszym polu elektrycznym, to zostanie z powrotem przyspieszony w drugim. Dzięki jednakowym różnicom potencjałów elektrod, obydwie zmiany będą jednakowe co do wielkości, a więc niezauważalne poza soczewką.

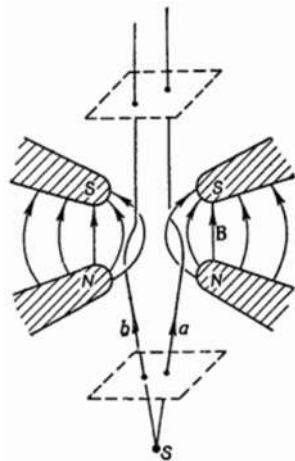
Elektrony poruszające się nierównoległe do osi symetrii soczewki trafią już w obszar pola elektrycznego, w którym przetną jego linie zamiast poruszać się wzdłuż nich. Spowoduje to zmianę trajektorii cząstki na bardziej zgodną z układem linii pola. Od jego natężenia zależy wielkość zmiany, a przez to ogniskowa soczewki. Warto tutaj podkreślić, że tor ruchu elektronu zmienia się w soczewkach elektronowych płynnie – tak, jak bieg promienia świetlnego w soczewce gradientowej.

Odpowiednikiem wiązki elektronów o jednakowych energiach, bo taki dotąd rozpatrywano, jest promień monochromatycznego światła. Gdy światło przestaje być monochromatyczne, w układach optycznych pojawia się zjawisko aberracji chromatycznej, gdyż kąt załamania światła jest zależny od długości fali. Nie inaczej jest w przypadku elektronów o różnych energiach – efekt zmiany odległości ogniskowania w zależności od energii nosi nawet tę samą nazwę co w optyce świetlnej. I tak samo jak tam, dopiero bardziej złożone, wielosoczewkowe układy pozwalają ten efekt zredukować.

2.4.3. Soczewki magnetyczne

Soczewkę magnetyczną tworzy obszar pola magnetycznego o symetrii obrotowej wokół osi optycznej. Źródłem pola magnetycznego najczęściej jest elektromagnes, gdyż pozwala on na łatwą regulację zdolności skupiającej. Jeżeli taka regulacja nie jest konieczna, stosowane bywają odpowiednio dobrane magnesy trwałe.

Elektron biegnący wzdłuż osi optycznej (osi symetrii soczewki) będzie się poruszał równoległe do linii pola magnetycznego. Zgodnie z informacjami z rozdziału 2.3.2, w takim przypadku nie będzie na niego działała żadna siła, zatem nie zmieni on trajektorii. Jeżeli jednak tor ruchu elektronu będzie oddalony od osi optycznej, to zacznie on przecinać linie pola magnetycznego. Siła Lorentza spowoduje, że wykona on obrót o pewien kąt (zależny od indukcji pola B i prędkości elektronu) wokół tych linii, a tym samym zmieni swoją trajektorię. Położenie kątowne pozostanie zmienione, tak więc w tym typie soczewek dochodzi dodatkowo do skręcenia całego obrazu elektronowego. Działanie soczewki magnetycznej przedstawiono na rys. 9.



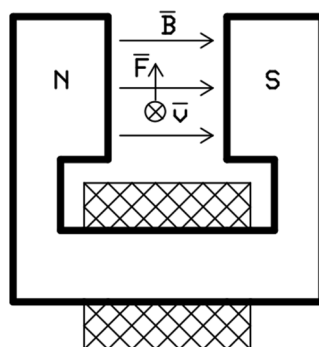
Rys. 9. Elektronowa soczewka magnetyczna [18].

2.5. Systemy odchylające

W soczewkach, linie pola magnetycznego lub elektrycznego są obrotowo symetryczne względem osi optycznej, a same przyjmują kształt rozmaitych krzywych, zależnie od konstrukcji elektrod bądź nabiegunników. W układach odchylających wiązkę (deflektorach), pole powinno być zorientowane poprzecznie do osi optycznej. W kolejnych rozdziałach opisano dwa rodzaje układów odchylających – magnetyczny oraz elektrostatyczny.

2.5.1. Deflektory magnetyczne

Magnetyczne układy odchylające złożone są zwykle z elektromagnesu oraz rdzenia kształtującego pole magnetyczne w obszarze roboczym (rys. 10). Na elektrony, przemieszczające się pomiędzy nabiegunnikami z prędkością v , działa siła Lorentza F . Pod jej wpływem, tor ruchu elektronu ulega zmianie – w przedstawionym przypadku, odchyleniu ku górze.

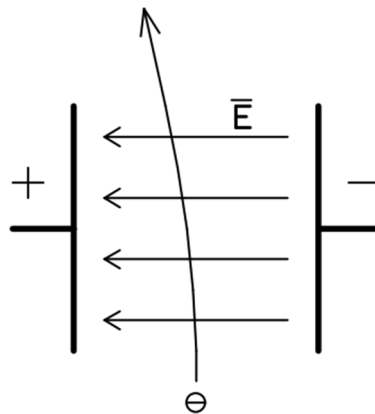


Rys. 10. Elektromagnetyczny układ odchylający.

Deflektory magnetyczne cechuje wysoka czułość i możliwość uzyskania dużych kątów odchylenia. Inną ważną cechą jest niezbyt duża szybkość działania, wynikająca bezpośrednio ze zjawisk związanych z przepływem prądu przez uzwojenie o niezerowej indukcyjności. W pewnych przypadkach stosuje się cewki bez rdzenia (za to o złożonym kształcie), w celu zredukowania ich indukcyjności i zwiększenia szybkości pracy. Częstotliwości pracy układów tego typu są najczęściej niższe niż 100 kHz.

2.5.2. Deflektory elektryczne

Choć najprostszym deflektorem elektrostatycznym jest pojedyncza elektroda, to w praktyce stosuje się co najmniej dwie, w celu ujednorodnienia pola elektrycznego w przestrzeni pomiędzy nimi (rys. 11). Obie elektrody są zasilane napięciem o jednakowej amplitudzie ale przeciwnym znaku, co powoduje odpychanie elektronów od jednej i przyciąganie ich do przeciwnej. Wynikające z tego zakrzywienie toru ruchu cząstki zaznaczono na ilustracji.



Rys. 11. Elektrostatyczny układ odchylający.

Układy elektrostatyczne cechuje niższa czułość niż w przypadku układów magnetycznych. Mogą za to pracować ze znacznie wyższymi częstotliwościami, sięgającymi setek MHz. Z tego powodu były stosowane m.in. w lampach oscyloskopowych.

2.6. Systemy detekcji cząstek naładowanych

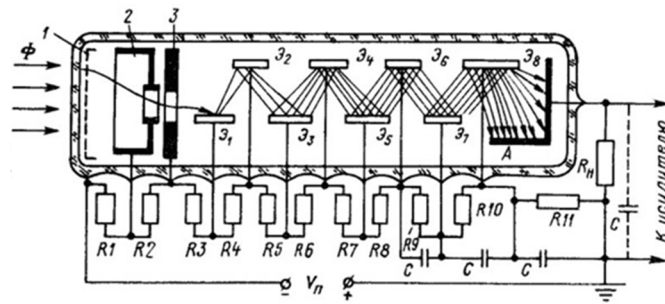
Zadaniem detektora jest zbieranie jak największej liczby cząstek niosących żądaną informację, przetworzenie ich na sygnał elektryczny i jego wzmocnienie do poziomu wymaganego przez dalsze elementy systemu [19]. Parametrami układów detekcyjnych są:

- powierzchnia lub objętość czynna, tj. ta, w której następuje detekcja cząstek;

- wzmacnienie, które zwykle musi być bardzo wysokie, ze względu na znikome natężenia prądów wejściowych (rzędu 1 pA);
- szумы, które powinny być jak najmniejsze, gdyż zakłócają sygnał użyteczny;
- pasmo przenoszenia, które musi być tym szersze, im szybsze są zmiany sygnałów mierzonych.

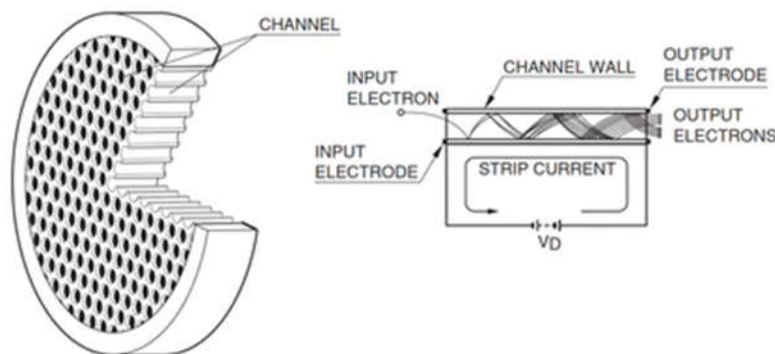
Z uwagi na szeroką gamę zastosowań, istnieje wiele różnych konstrukcji detektorów. Wszystkie one stanowią jednak kombinacje wybranych bloków funkcjonalnych, którymi są:

- zespół wspomagający zbieranie elektronów, zazwyczaj w postaci metalowych siatek. Ma duże znaczenie przy detekcji cząstek o niskich energiach, które muszą zostać przyciągnięte przez detektor, by dać mierzalny sygnał. Przykładem zastosowania takiego zespołu jest detektor elektronów wtórnych w SEM. Elektronów tych jest mało, mają niskie energie i są emitowane w różnych kierunkach. Bez wspomaganie, niewiele z nich trafiałoby do detektora;
- scyntylator, czyli materiał zamieniający energię elektronów (lub innych kwantów promieniowania) na energię fotonów. Wytwarzany jest w postaci kryształów objętościowych, cienkich płytek lub folii. Pozwala łatwo zwiększyć powierzchnię lub przestrzeń, w której następuje detekcja. Podstawowymi parametrami scyntylatorów są: sprawność konwersji (stosunek energii wypromieniowywanych fotonów do energii pobudzającego elektronu), długość fali emitowanego światła, czas poświaty oraz trwałość;
- powielacz elektronowy, czyli układ wzmacniający, wykorzystujący zjawisko emisji wtórnej. Klasyczna konstrukcja powielacza składa się z kilku dynod – elektrod wykonanych z materiału wykazującego silną emisję wtórną – oraz anody, służącej do wyprowadzenia wzmacnionego sygnału. Powielacze elektronowe są często zespolone z fotokatodą – płytką wykazującą efekt fotoelektryczny zewnętrzny, tj. emitującą elektrony po jej oświetleniu. Taki przyrząd nosi nazwę fotopowielacza (rys. 12) i może być wykorzystany do detekcji kwantów promieniowania, pochodzących ze scyntylatorów.



Rys. 12. Przekrój poprzeczny fotopowielacza oraz układ polaryzacji jego elektrod; 1 – fotokatoda, 2, 3 – kolektor elektronów, $\mathcal{D}_1 \div \mathcal{D}_8$ – dynody, A – anoda, „К усилителю” – wyjście sygnału elektrycznego do wzmacniacza [20].

Odmianą powielaczy elektronowych są powielacze o ciągłej dynodzie, wykonanej z materiału o wysokiej rezystywności. Zastępuje ona szereg dyskretnych elektrod oraz oporowy dzielnik napięcia, służący do ich polaryzacji. Powielacze tego typu wykonywane są w formie pojedynczych rurek lub całych matryc mikrokanalów, nazywanych płytkami mikrokanalikowymi (PMK, rys. 13). Płytki mikrokanalikowe znajdują zastosowanie nie tylko w detektorach elektronów, ale przede wszystkim w elektronowych wzmacniaczach obrazu.



Rys. 13. Płytki mikrokanalikowa oraz schemat procesu powielania elektronów [21] w pojedynczym mikrokanaliku (*channel*). *Input electron* – elektron pobudzający, ulega powieleniu przy zderzeniach ze ścianami kanału (*channel wall*). Kierunek przepływu prądu przez pokrycie ścian wskazuje strzałka *strip current*.

Wzmocnienie powielaczy elektronowych zależy od współczynnika emisji wtórnej na pierwszej dynodzie. Ten jest zależny nieliniowo od energii padających elektronów, gdyż zależy od ich przekroju czynnego;

- elektroda detekcyjna – najprostszy rodzaj detektora cząstek obdarzonych ładunkiem elektrycznym, bardzo często wykorzystywany w fotopowielaczach. Może mieć postać płaskiej płytki wykonanej z materiału przewodzącego. Zderzające się z nią cząstki ulegają rozładowaniu, co wymusza przepływ prądu w podłączonym obwodzie. Udoskonaloną wersją detektora tego typu jest tzw. „kubek Faradaya” - elektroda przestrzenna o kształcie puszki z jednym otworem wlotowym. Cząstki wpadające do jej wnętrza wywołują przepływ prądu,

a boczne ścianki wychwytyją elektrony wtórne, powstające przy zderzeniach cząstek z detektorem. Poprawia to czułość takiej elektrody w porównaniu z płaską płytką.

- detektor półprzewodnikowy – dioda półprzewodnikowa ze złączeniem p-n lub metal-półprzewodnik. Zasada działania detektora tego typu polega na bezpośrednim generowaniu par nośników przez elektrony wnikające do struktury diody. Innym rodzajem detektorów półprzewodnikowych są zwykle fotodiody lub krzemowe fotopowielacze (SiPM). Wszystkie typy detektorów półprzewodnikowych cechują małe wymiary i odporność mechaniczna. Ich wielką zaletą jest liniowa zależność wzmocnienia od energii elektronów;

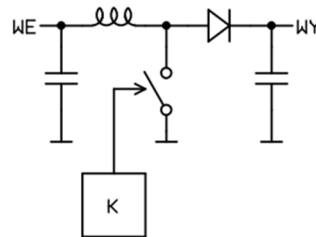
- elektroniczny układ wzmacniający, przetwarzający i formujący sygnał wyjściowy. Konstrukcja tego elementu detektora jest ściśle związana z budową jego wcześniejszych stopni i ich parametrami elektrycznymi. Najczęściej, blok ten musi mieć wysoką impedancję wejściową i niską wyjściową, a także cechować się niskim poziomem szumów własnych. Współcześnie, wiele układów tego typu jest budowanych z użyciem gotowych wzmacniaczy operacyjnych, choć osiągnięcie parametrów najwyższej klasy nadal wymaga konstruowania stopni wejściowych z elementów dyskretnych.

2.7. Układy zasilania

Systemy jonowe lub elektronowe wymagają zasilania napięciami z bardzo szerokiego zakresu. Lampy miniaturowe (pręcikowe czy nuwistory) mogą działać już przy napięciach niższych od 100 V. Większe lampy obrazowe mogą wymagać do pracy kilkudziesięciu kV. Napięcia w standardowej aparaturze rentgenowskiej nierzadko przekraczają 100 kV. Przedział pobieranych mocy również jest szeroki, zaczynając się od pojedynczych watów w urządzeniach mobilnych do setek lub nawet tysięcy kW w przypadku urządzeń takich jak obrabiarki elektronowiązkowe. Zasilacze dużych mocy i najwyższych napięć zostaną jednak w tym rozdziale pominięte, gdyż nie znajdują zastosowania w konstrukcjach miniaturowych. W ich przypadku pobór mocy nie przekracza kilku watów, a napięcia pracy nie mogą przekraczać kilkunastu kV z uwagi na ograniczone możliwości izolacji. Konstrukcje zasilaczy wysokiego napięcia dla przyrządów miniaturowych mogą bazować na: elementach indukcyjnych, elementach pojemnościowych oraz piezoelektrycznych.

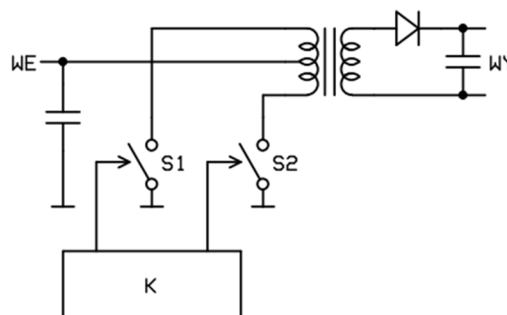
Zasilacze z elementami indukcyjnymi to wszelkiego rodzaju transformatory oraz przetwornice z transformatorami lub dławikami. Istnieje wiele typów takich układów, różniących się właściwościami i zasadą działania. Podstawowy podział dotyczy izolacji

wyjścia i wejścia – jedne układy ją zapewniają, inne nie. Do grupy przetwornic nieizolowanych należą wszelkie układy z dławikami, w tym wykorzystujące zjawisko wzrostu napięcia na zaciskach takiego elementu w chwili przerywania przepływu prądu (układy *boost*, rys. 14). Są to układy o niedużym stopniu skomplikowania, mogące dostarczyć napięcie do kilkuset woltów. Maksymalne napięcie jest ograniczone parametrami dostępnych elementów półprzewodnikowych, pełniących rolę klucza.



Rys. 14. Schemat przetwornicy typu boost (podnoszącej napięcie). Kontroler K okresowo zamyka i otwiera przełącznik (klucz). Każde otwarcie powoduje wzrost napięcia na dławiku i przepływ prądu przez diodę.

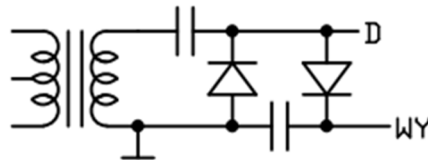
Grupa przetwornic izolowanych zawiera wszelkie układy z transformatorami, a więc przenoszące energię między co najmniej dwoma uzwojeniami na drodze zmian strumienia magnetycznego w rdzeniu. Wyróżnia się tu wiele układów, takich jak: flyback, push-pull (rys. 15), półmostek, mostek, forward itp. Każda z wymienionych topologii ma swoje wady i zalety oraz inny obszar zastosowań. Cechą wspólną wszystkich tych układów jest bardzo szeroki zakres możliwych do osiągnięcia napięć wyjściowych, ograniczony praktycznie tylko przez izolację uzwojeń transformatora.



Rys. 15. Schemat przetwornicy w układzie push-pull. Kontroler K naprzemiennie włącza klucze S1 i S2, powodując przemagnesowywanie rdzenia transformatora.

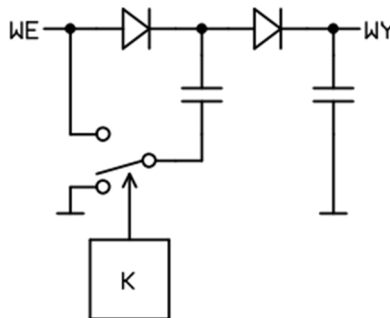
Układy zasilające, wykorzystujące elementy pojemnościowe, to wszelkiego rodzaju pompy ładunku i powielacze napięcia. Powielacze są często podłączone do uzwojenia wtórnego przetwornicy i wykorzystywane do zwielenokrotnienia jej napięcia wyjściowego. Na rys. 16 przedstawiono transformator z podłączonym pojedynczym stopniem powielacza –

podwajaczem Greinachera. Można łączyć ze sobą wiele takich stopni, podłączając następne do wyprowadzeń „D” oraz „WY” poprzednich. Pozwala to osiągać różne wielokrotności napięcia wejściowego. Kolejne stopnie wprowadzają jednak straty, dlatego też w praktyce rzadko stosowane są powielacze złożone z więcej niż 5 – 6 stopni. Wydajność prądowa powielaczy napięcia zależy od pojemności zastosowanych kondensatorów i częstotliwości pracy. W praktyce rzadko przekracza ona kilka miliamperów.



Rys. 16. Jeden stopień podwajacza Greinachera, połączony z transformatorem.

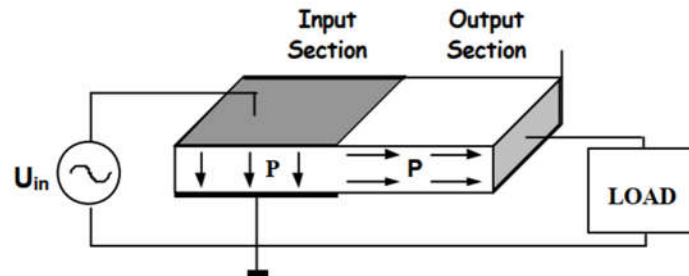
Pompy ładunku są układami nieco zbliżonymi do powielaczy, ale pracującymi z napięciem stałym na wejściu, do tego raczej niewielkim – poniżej 100 V. Mogą być stosowane do kilkukrotnego zwiększania napięcia, np. na potrzeby zasilania siatek sterujących lub polaryzowania detektorów. Pojedynczy stopień pompy, zwiększający napięcie dwukrotnie, pokazano na rys. 17. Zaletą pomp ładunku w porównaniu do przetwornic dławikowych jest znikoma emisja zakłóceń elektromagnetycznych. Wadę stanowi niewielka wydajność prądowa.



Rys. 17. Jednostopniowa pompa ładunku. W położeniu klucza jak na schemacie, lewy kondensator jest ładowany z wejścia przez lewą diodę. Po przełączeniu, kondensator rozładowuje się przez prawą diodę.

Transformatory piezoelektryczne (PZT), choć zostały wynalezione już w 1954 roku [22], zaczęły się pojawiać na rynku dopiero w XXI wieku i nadal nie są powszechnie stosowane ani dostępne. Stanowią one interesującą alternatywę dla klasycznych transformatorów magnetycznych. Składają się z kryształu piezoelektrycznego, na którym wytworzono 3 kontakty: elektrodę wejściową, wspólną i wyjściową (rys. 18). Pole elektryczne powstające między elektrodą wejściową i wspólną, na drodze odwrotnego

zjawiska piezoelektrycznego, powoduje odkształcenie kryształu. To odkształcenie, wskutek zjawiska piezoelektrycznego przyczynia się do powstania różnicy potencjałów między elektrodą wyjściową i wspólną. W zależności od parametrów mechanicznych kryształu uzyskuje się różne przekładnie takiego transformatora.

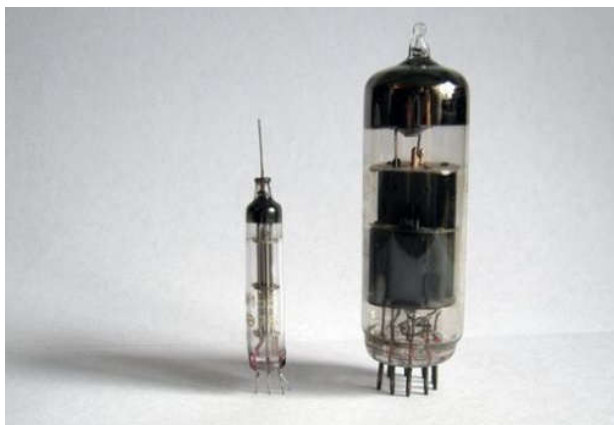


Rys. 18. Transformator piezoelektryczny. *Input section* – strona wejściowa (pierwotna), *output section* – strona wyjściowa (wtórna), *load* – obciążenie.

Choć PZT cechują się nieco trudniejszym sterowaniem, to w porównaniu do transformatorów klasycznych mają kilka zalet: są mniejsze, lżejsze, a także wykazują wyższą sprawność [23]. Są też odporne na przeciążenia elektryczne.

3. Miniaturowe przyrządy elektronowięzkowe

Wysokie zainteresowanie miniaturowymi urządzeniami elektronowięzkowymi można obserwować na świecie już od dawna. W ZSRR już w latach 50. XX wieku opracowano lampy pręcikowe [24], których nazwa pochodzi od kształtu elektrod sterujących. W klasycznych lampach elektronowych, za sterowanie ruchem elektronów odpowiadały elektrody siatkowe, plecione z drutu lub trawione z blachy. Zastąpienie ich elektrodami prętowymi przyniosło wiele korzyści, takich jak mniejsze pojemności międzyelektrodowe, mniejsze wymiary czy wyższa wytrzymałość mechaniczna. Rys. 19 przedstawia porównanie lampy pręcikowej i klasycznej, siatkowej. Praktycznie jedyną wadą lamp pręcikowych, rekompensowaną jednak przez ich liczne zalety, była gorsza charakterystyka statyczna (zależność prądu anody od napięcia siatki).

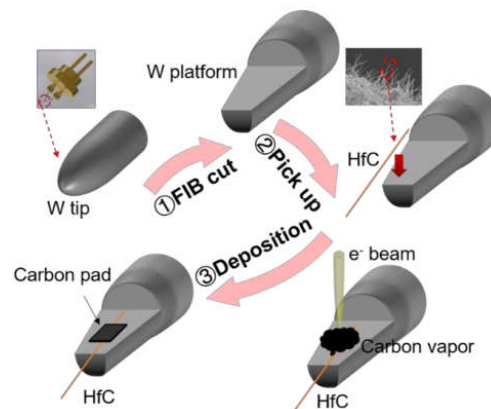


Rys. 19. Lampa pręcikowa i siatkowa [25].

Współcześnie, prace nad miniaturowymi przyrządami elektronowięzkowymi często bazują na wykorzystaniu techniki MEMS. Technika ta umożliwia wytwarzanie praktycznie wszystkich elementów przyrządu, tj. źródeł, elektrod sterujących i detekcyjnych oraz szczelnej obudowy, przy wykorzystaniu spójnych procesów technologicznych. Co więcej, procesy te mogą być łatwo automatyzowane i skalowane z pojedynczych egzemplarzy laboratoryjnych do taniej produkcji masowej. Dzięki temu, dotychczas drogie i stacjonarne przyrządy pomiarowe (jak np. mikroskopy elektronowe, spektrometry mas, spektrometry rentgenowskie) mogą zostać uzupełnione o tanią formę przenośną. Z miniaturyzacją wiąże się zatem liczne zalety, ale także pewne wady. Przykładowo, mała ilość miejsca w miniaturowym systemie często wymusza stosowanie krótkich (mierząc wzdłuż osi układu) elektrod sterujących, przez co ich wpływ na tor ruchu cząstek jest wynikiem oddziaływania z nieliniowym polem elektrycznym przy krawędziach. Komplikuje to analizę takich układów

oraz może pogarszać ich parametry wskutek wprowadzania dodatkowych zniekształceń. Małe odległości pomiędzy płaskimi elektrodami o dużej powierzchni (jak detektory czy elementy soczewek) mogą także utrudniać skuteczne ekranowanie i zwiększać podatność na przesłuchy. Potencjalnie gorsze parametry miniaturowych systemów są jednak rekompensowane przez ich przenośny charakter, pozwalający na prowadzenie wstępnych badań analitycznych „na miejscu”, bez konieczności zabezpieczania próbek i przesyłania ich do odległego laboratorium. Płynącą z tego korzyść widać przede wszystkim w badaniach odległych i trudnodostępnych obiektów, jakimi mogą być nawet obce planety.

Współczesne badania prowadzone przez zespoły ze świata skupione są zarówno wokół materiałów, technologii jak i praktycznych zastosowań mikrosystemów elektronicznych i jonowiskowych. Przykładem badań materiałowych mogą być prace nad emiterami polowymi z nanodrutu HfC (rys. 20) [26] lub nad zastosowaniem grafenu w roli pokrycia usprawniającego emisję z krzemowego mikroostrza [27].



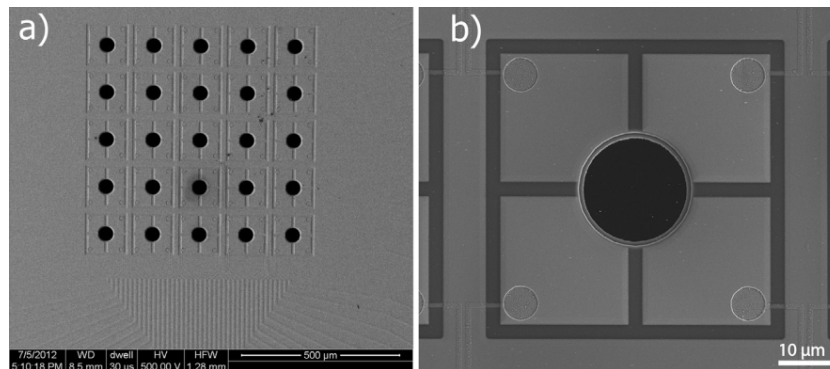
Rys. 20. Etapy wykonywania emitera polowego z nanodrutu HfC. Pojedynczy nanodrut jest mocowany na czubku ostrza wolframowego (*W tip*), uprzednio poddanego obróbce jonowej (*FIB cut*) w celu wytworzenia płaszczyny do montażu (*W platform*), przez naniesioną warstwę węgla (*carbon pad*) [26].

Wiele publikacji związanych z mikroemiterami bazującymi na nanorurkach węglowych lub z całymi mikrokolumnami elektronowymi MEMS pochodzi z Katedry Mikrosystemów PWr [28, 29, 30]. Niektóre z nich stanowią połączenie badań materiałowych i technologicznych.

Przykładem zagranicznych badań typowo technologicznych mogą być prace nad matrycą miniaturowych soczewek elektrostatycznych [31] wytwarzanych w pojedynczym procesie DRIE. Różnego rodzaju systemy matrycowe wykonywane technikami mikromechanicznymi są przedmiotem licznych publikacji, z uwagi na to, że te techniki bardzo dobrze się nadają do wytwarzania precyzyjnych struktur złożonych z wielu,

jednakowych elementów. O ile justowanie pojedynczego układu elektrod może polegać na ich mechanicznym przesuwaniu, o tyle, w przypadku całej matrycy wykonanej w formie scalonego zespołu, istotne jest precyzyjne pozycjonowanie już na etapie wytwarzania.

Inne badania technologiczne związane są z matrycą kwadrupolowych układów odchylających [32], przedstawionych na rys. 21. Regulowanie potencjałów poszczególnych elektrod pozwala na indywidualne sterowanie pozycją i kształtem każdej wiązki.

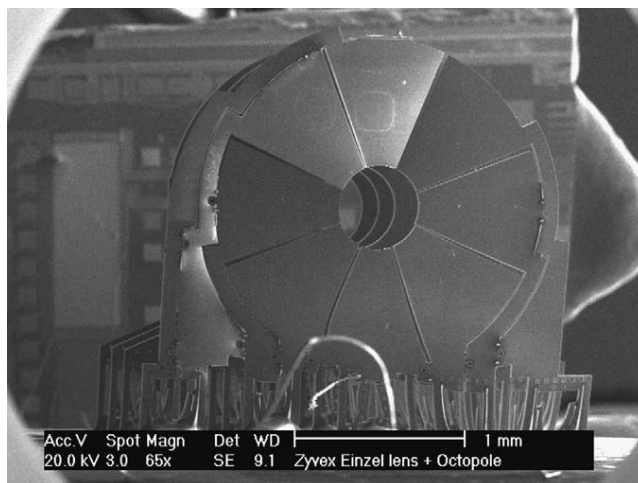


Rys. 21. Obrazy SEM matrycy deflektorów kwadrupolowych i zbliżenie pojedynczego kwadrupolu [32].

Rodzi to jednak problem techniczny związany z ilością połączeń elektrycznych, wymaganych do wysterowania wszystkich elektrod w matrycy, których jest 4 razy więcej, niż wyrzutni. Proponowanym rozwiązaniem jest skorzystanie z możliwości integracji mikroelektroniki ze strukturą MEMS, jaką stanowią prezentowane układy korekcyjne, tj. wykonanie deflektorów i wszystkich niezbędnych sterowników na wspólnym, krzemowym podłożu. Jak zauważają sami autorzy, taka realizacja mogłaby pozwolić na redukcję ilości połączeń do zaledwie kilku – zasilania i cyfrowego sygnału sterującego.

Realizację matrycowego emitera elektronów wraz ze zintegrowanymi układami odchylającymi można zobaczyć w publikacji „*Full MEMS monolithic microcolumn for wafer-level array*” [33]. Jej autorzy przedstawili jeden ze sposobów na wykonanie matrycy kompletnych, krzemowo-szklanych mikrokolumn elektronowych. Każda z nich zawiera emiter polowy, układ ogniskujący i ośmioelektrodowy (oktopolowy) układ odchylający. I w tym przypadku autorzy dostrzegli problem dużej ilości połączeń elektrycznych, ale ominęli go, łącząc równolegle odpowiadające sobie elektrody w każdej mikrokolumnie. Uniemożliwili tym samym oddzielne sterowanie każdą z nich, pozostawiając jednak możliwość jednoczesnej kontroli wszystkich wiązek. Nie powinno to stanowić poważnego ograniczenia w wielu zastosowaniach, z uwagi na powtarzalność procesu technologicznego.

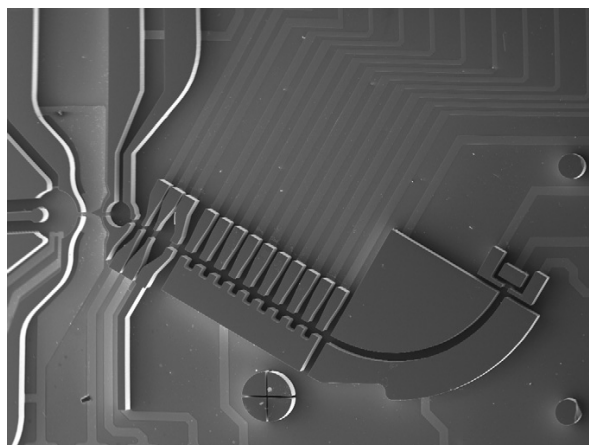
Inne, interesujące podejście do konstruowania mikrokolumny elektronowej przedstawiono w artykule „*Manufacturable MEMS miniSEMs*” [34]. W tym przypadku, w miejsce konstrukcji złożonej z płytek krzemowych i szklanych połączonych ze sobą płasko, zastosowano montaż przestrzenny – poszczególne elektrody są prostopadłe do podłoża (rys. 22).



Rys. 22. Fragment kolumny elektrooptycznej złożonej w formie struktury przestrzennej [34].

Niewątpliwą zaletą tego rodzaju konstrukcji jest możliwość łatwego uzyskania dużych odległości pomiędzy elektrodami, które w podejściu „klasycznym” wymagają stosowania grubych dystansów izolacyjnych. Z drugiej strony, sam proces ustawiania elektrod wymaga użycia precyzyjnego manipulatora, przez co jego zastosowanie ogranicza się raczej do zastosowań laboratoryjnych. Problem stanowi także zapewnienie odpowiedniego ciśnienia wokół konstrukcji, gdyż ta nie jest próżnioszczelna sama w sobie, w przeciwieństwie do bondowanych struktur warstwowych. Warto zauważyć, że zaprezentowana struktura stanowi jednak duży krok w stronę opracowania kompletnego, miniaturowego mikroskopu skaningowego.

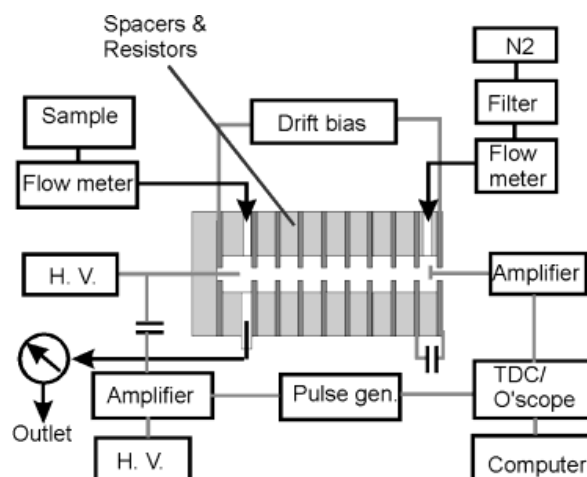
Innym przykładem miniaturowych przyrządów, wymagających skomplikowanego systemu sterowania wiązką cząstek naładowanych, są spektrometry mas. W tym przypadku, badania często sięgają aż do zastosowań praktycznych - wiele opracowań z ostatnich lat stanowi już w pełni funkcjonalne, miniaturowe urządzenia pomiarowe. Przykładem może być elegancka realizacja całej struktury spektrometru z filtrem typu SIS (*synchronous ion shielding*) w postaci płaskiego zespołu krzemowo-szklanego [35] – rys. 23.



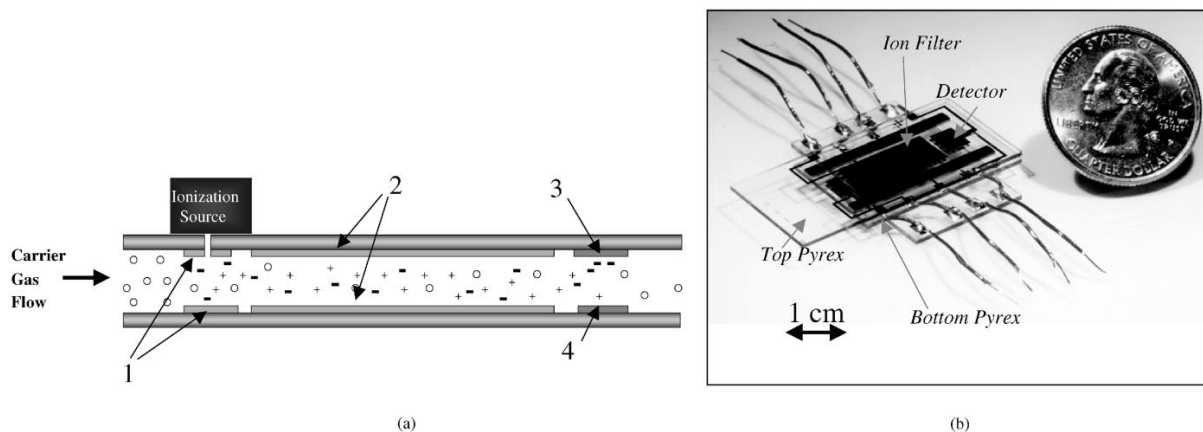
Rys. 23. Fotografia SEM struktury spektrometru PIMMS z filtrem SIS [35].

Struktura ta zawiera proste działo elektronowe zasilane napięciem w. cz., wytwarzające wiązkę elektronów niezbędną do jonizacji badanego gazu, wspomniany wcześniej filtr masowy, filtr energetyczny i elektrodę detekcyjną. Bez niezbędnej elektroniki i systemów pompowych mieści się ona na opuszku palca, natomiast podłączona i uruchomiona stanowi przenośny spektrometr o rozdzielczości pojedynczych unitów. Ten sam zespół badaczy skonstruował także spektrometr ToF (*Time of Flight*) [36] będący modyfikacją pierwszej struktury. Zmianie uległa konstrukcja filtru masowego – filtr SIS zastąpiono dwoma zestawami elektrod („bramkami”) służącymi do sterowania przepływem jonów, pomiędzy którymi pozostawiono wolną przestrzeń. Również w tym przypadku uzyskano rozdzielczość na poziomie pojedynczych unitów.

Alternatywnym rodzajem spektrometru, który nie wymaga systemu pompowego i daje przez to nadzieję na łatwiejszą miniaturyzację całego urządzenia, jest spektrometr ruchliwości jonów. Może on działać impulsowo [37] (rys. 24) lub w trybie ciągłym [38] (rys. 25).



Rys. 24. Spektrometr ruchliwości jonów z jonizacją wyładowaniem koronowym, wywoływany impulsowo [37]. *Pulse gen., amplifier, H. V.* – generator impulsów, wzmacniacz wysokonapięciowy i zasilacze WN zasilające źródło jonów. *Drift bias* – napięcie polaryzacji obszaru dryftu, złożonego z wielu elektrod rozdzielonych przekładkami dystansowymi i podłączonych do oporowego dzielnika napięcia (*spacers & resistors*). *Amplifier, o'scope, computer* – wzmacniacz, oscyloskop i komputer służące do rejestrowania sygnałów.



Rys. 25. Spektrometr ruchliwości jonów z filtrem w. cz. [38]. 1 – elektrody polaryzujące, 2 – filtr zasilany napięciem w. cz., 3 – elektroda odpychająca, 4 – elektroda detekcyjna, *ionization source* – źródło promieniowania jonizującego

Przedstawiona konstrukcja impulsowa jonizuje gaz wyładowaniem koronowym, po czym jony przemieszczane są w stronę detektora w stałym polu elektrycznym, wytworzonym przez zestaw metalowych elektrod. Mechaniczną konstrukcję wykonano w sposób klasyczny, uzyskując i tak dość niewielkie wymiary (długość przyrządu wynosi ok. 60 mm). W miejsce dedykowanych systemów elektronicznych zastosowano liczne przyrządy laboratoryjne – spektrometr został uruchomiony, ale mimo niewielkich wymiarów nie jest przenośny. Choć wyniki wymagają jeszcze dobrania właściwej skali, wskazują na to, że przyrząd pracuje zgodnie z oczekiwaniami i pozwala odróżnić badane gazy.

W spektrometrze działającym w trybie ciągłym zastosowano (zamiennie) dwa inne sposoby jonizacji gazu – wysokoenergetyczne światło UV lub izotop ^{241}Am o aktywności $1\ \mu\text{Ci}$. Rolę filtru pełniły elektrody zasilane napięciem zmiennym w. cz. o częstotliwości ok. 2 MHz. W tym przypadku wykonano strukturę krzemowo-szklaną, której największy wymiar jest równy ok. 50 mm. Pracę przyrządu sprawdzono głównie w trybie, w którym był on czuły na jeden rodzaj gazu, a mierzonym parametrem była odpowiedź elektryczna na różne jego stężenia. Autorzy sugerują, że taka konstrukcja może być dobrym filtrem wstępnym do innego, np. kwadrupolowego, spektrometru mas.

Jak widać po powyższych konstrukcjach, nie są one wykonywane wyłącznie w formie klasycznych MEMSów. Badacze chętnie łączą różne znane techniki wytwarzania lub szukają możliwości zastosowania nowych, w celu miniaturyzacji znanych już rozwiązań albo usprawnienia ich produkcji. Nowoczesne lampy elektronowe, drukowane w 3D, miałyby znaleźć zastosowanie m. in. w technice wojskowej [39]. Za przykład może tu służyć wydrukowany w 3D klistron (rys. 26) – lampa mikrofalowa służąca do generowania lub wzmacniania sygnałów [40]. Są to dopiero wstępne badania, lecz według autorów, uzyskane wyniki są obiecujące a zaproponowana technika wytwarzania jest prostsza od dotychczas stosowanej.



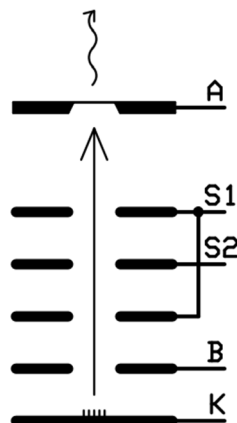
Rys. 26. Klistron wydrukowany przez spiekanie proszku stali nierdzewnej, miedziany po wydruku [40].

Podsumowując, zagadnienia związane z mikrosystemami elektronicznymi są badane na świecie na wielu poziomach – od badań materiałowych, przez technologiczne, do konstrukcji i analizy parametrów funkcjonalnych urządzeń. To ostatnie jest jednak rzadko spotykane, gdyż opracowanie kompletnego urządzenia wymaga interdyscyplinarnego podejścia, łączącego wiele dziedzin nauki i techniki. Jeszcze mniej jest publikacji dotyczących samych układów elektronicznych, niezbędnych do uruchomienia mikrosystemów.

Ze względu na specyfikę miniaturowych urządzeń i wymienione w tym rozdziale aspekty odróżniające je od klasycznych odpowiedników, układy elektroniczne także muszą być specyficzne. Ich opracowanie stanowi ważny problem zarówno techniczny jak i naukowy, który podjęto w ramach realizacji niniejszej pracy.

W Katedrze Mikrosystemów Wydziału Elektroniki, Fotoniki i Mikrosystemów Politechniki Wrocławskiej od wielu lat opracowywane są miniaturowe instrumenty analityczne. Wszystkie one wykonywane są z podobnych materiałów przy wykorzystaniu techniki MEMS, ostatnio łączonej np. z precyzyjnym drukiem przestrzennym (SLA lub Inkjet). Są to m. in. zegar atomowy, systemy mikrofluidyczne do badań biologicznych, miniaturowy mikroskop elektronowy, miniaturowe spektrometry masowe czy mikroźródła rentgenowskie, będące przedmiotem najświeższych badań. Zawsze dokładane są starania, by wynikiem prac nie była sama struktura MEMS, ale kompletne urządzenie zawierające także niezbędne systemy elektroniczne.

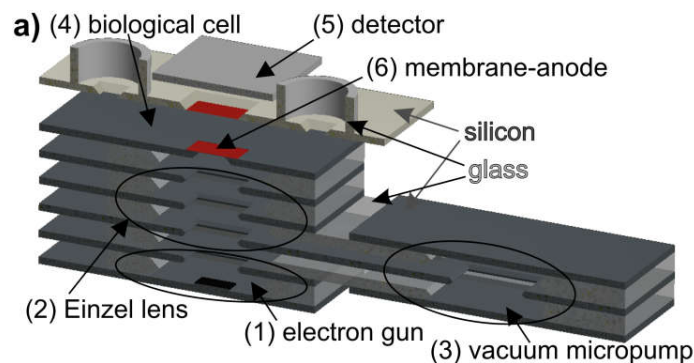
Według założeń projektowych, konstrukcja opracowywanego mikroźródła X ma być krzemowo-szklana w układzie warstwowym (pionowa). Ma zawierać autoemisyjne źródło elektronów z prostym układem ogniskującym w postaci trójelektrodowej soczewki unipotencjalnej. Rolę anody (*targetu*) ma pełnić krzemowa membrana z metalicznym pokryciem, naniesionym z wykorzystaniem techniki warstw cienkich. Rysunek koncepcyjny układu elektrod przedstawiono na rys. 27. Wysoką próżnię wewnątrz zamkniętej struktury pozwoli osiągnąć, a następnie utrzymać, zintegrowana mikropompa jonowo-sorpcyjna, także opracowana w Katedrze [41]. Przykładowymi zastosowaniami źródła o takiej budowie mogą być: wykonywanie zdjęć rentgenowskich przy niskich energiach promieniowania, testowanie detektorów albo badanie wpływu niskoenergetycznego promieniowania X na materię.



Rys. 27. Układ elektrod w mikroźródle X; K - katoda pokryta nanorurkami, B - bramka, S1 i S2 - elektrody soczewki unipotencjalnej, A – anoda – membrana krzemowa z metalicznym pokryciem.

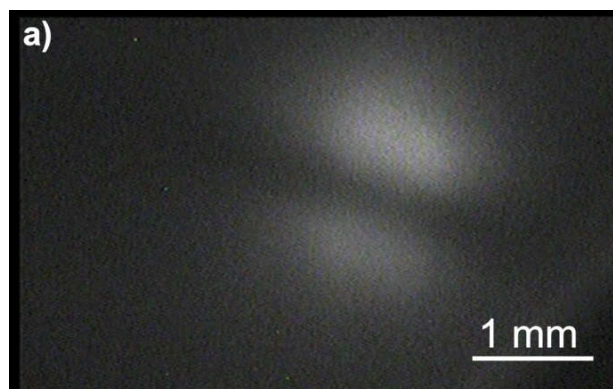
Prace nad mikroźródłem wymagają opracowania wszystkich jego elementów (katody polowej, kolumny elektronoptycznej, targetu) oraz sposobu ich integracji. Osobne, ale równie ważne zagadnienie stanowi dobranie lub opracowanie od podstaw specjalizowanych układów zasilania, kontroli wiązki elektronów oraz detekcji promieniowania. Najlepiej, gdyby wszystkie układy elektroniczne były możliwie małe, tak żeby nie przekreślić korzyści wynikających z miniaturyzacji samego źródła. W niniejszej rozprawie opisano część autorskich badań mających na celu uruchomienie i wstępną charakteryzację mikroźródła X i emitowanego przez nie promieniowania. Przedstawiono opracowany przez autora układ zasilania oraz systemy pomocnicze, wykorzystane w trakcie doświadczeń.

Pierwotna wersja projektu mikroskopu elektronowego MEMS, także konstruowanego na Politechnice Wrocławskiej, według pierwotnych założeń miała obejmować opracowanie struktury, stanowiącej funkcjonalny odpowiednik TEM [42]. Miała zawierać emiter elektronów, prostą optykę elektronoptyczną, przestrzeń na obserwowane próbki i detektor. Emisja elektronów miała mieć miejsce na ostrych końcach nanorurek węglowych, naniesionych na krzemową katodę. Emitowana wiązka miała być kolimowana przy pomocy soczewki unipotencjalnej, utworzonej z 3 kolejnych płytek krzemowych. Próbka miała być umieszczana pomiędzy dwiema cienkimi membranami, tworzącymi niewielką przestrzeń przepuszczalną dla elektronów, ale będącą pod ciśnieniem atmosferycznym. Taka konstrukcja umożliwiłaby wymianę próbek bez konieczności ingerowania w system próżniowy, co z kolei pozwoliłoby na zastosowanie mikropompy próżniowej MEMS zamiast tradycyjnego systemu pompowego, podobnie jak w przypadku mikroźródła X. Wreszcie, elektrony po przejściu przez membrany i próbkę padałyby na detektor – nieobudowaną matrycę CCD lub miniaturowy ekran pokryty luminoforem (rys. 28).



Rys. 28. Wizualizacja przekroju przez MEMS TEM [37]. Struktura zawiera działo elektronoptyczne (*electron gun*), soczewkę pojedynczą (*einzel lens*), układ mikrofluidyczny (*biological cell*) z membraną i detektorem oraz zintegrowaną mikropompę próżniową (*vacuum micro pump*).

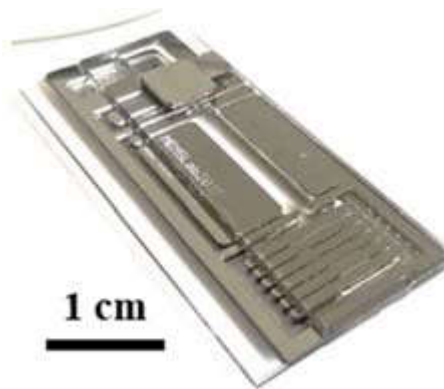
Testy wykonanej struktury pozbawionej jedynie części mikrofluidycznej, prowadzone bez udziału autora niniejszej rozprawy, wykazały, że może ona pracować samodzielnie (dzięki próżni utrzymywanej przez zintegrowaną pompę), a wiązka przechodząca przez membranę jest w stanie pobudzić detektor CCD. Uzyskano nawet pierwsze obrazy cieniowe metalowej próbki [43], przedstawione na rys. 29.



Rys. 29. Obraz z matrycy CCD. Widoczny jest cieniowy obraz drutu miedzianego 150 μm [38].

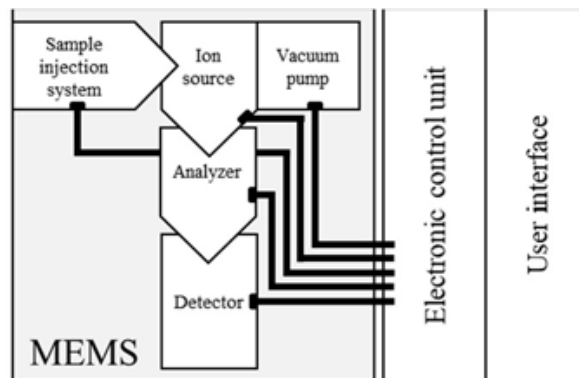
Wyniki, choć obiecujące, nie mogły być porównywalne z klasycznymi mikroskopami TEM. Stwierdzono, że dla poprawy rozdzielczości obrazu celowym było podjęcie próby rozbudowania systemu o układ sterowania wiązką tak, aby upodobnić instrument do mikroskopu skaningowego. Opracowanie układów odpowiedzialnych za kontrolę wiązki w prototypowym, miniaturowym mikroskopie SEM oraz systemów i metod detekcji elektronów były kolejnym celem autora niniejszej rozprawy.

Jak wspomniano, w Katedrze Mikrosystemów opracowywane są także spektrometry masowe MEMS. Prowadzone prace obejmują spektrometry niskociśnieniowe z różnymi typami separatorów mas (kwadropolowy, *time of flight*) a także pracujące przy ciśnieniu atmosferycznym (spektrometr ruchliwości jonów czy optyczny z wyładowaniem koronowym). Przykładowe koncepcje spektrometru masowego MEMS opisano w publikacji z 2018 roku [44]. Instrument ten, w przeciwieństwie do opisanych wcześniej, byłby w większości strukturą planarną. Również tutaj znalazłoby się źródło elektronów zbudowane z nanorurek węglowych, będące częścią zderzeniowego źródła jonów. Za nim znajdowałby się separator jonów (np. Wiena lub kwadropolowy), zakończony jedno- lub wieloelektrodowym detektorem (rys. 30). Ze względu na konieczność utrzymania odpowiednio niskiego ciśnienia wewnątrz struktury, ta również byłaby zintegrowana z mikropompą jonowo-sorpcyjną. Nowością byłby system dozowania gazu, mający postać krzemowo-szklanego kanałika labiryntowego.



Rys. 30. Przykład wykonanej struktury spektrometru MEMS z filtrem Wienera [39].

Sama krzemowo-szklana struktura spektrometru to jednak nie wszystko – do pracy niezbędne są systemy sterowania (rys. 31). Często muszą obejmować układy wysokonapięciowe, szybkozmiennie przełączniki, układy wielkiej częstotliwości lub co najmniej o szerokim paśmie częstotliwości, czy bardzo czułe obwody pomiarowe.



Rys. 31. Schemat blokowy spektrometru mas [39]. Obok struktury MEMS, jego integralną częścią jest moduł sterująco-pomiarowy (*electronic control unit*) oraz interfejs użytkownika (*user interface*).

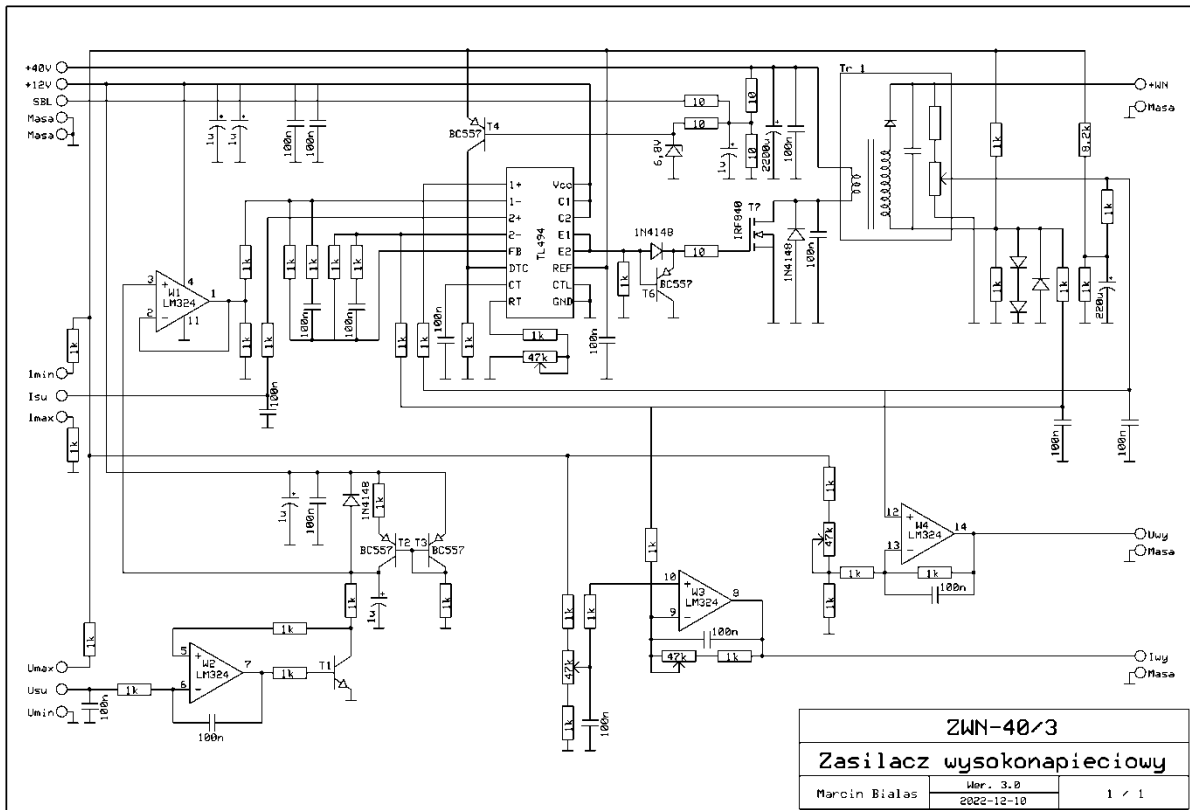
Zaprojektowanie i wykonanie prototypowych układów sterująco-pomiarowych, przeznaczonych dla miniaturowych spektrometrów mas, umożliwiającą uzyskanie powtarzalnego spektrum mas, stanowiło również jeden z celów tej pracy. W rozprawie zawarto opisy doświadczeń przeprowadzonych przy użyciu zbudowanej aparatury, ich wyniki oraz płynące z nich wnioski.

4. Układy elektroniczne

W tym rozdziale zawarto opisy wybranych układów i urządzeń elektronicznych oraz konstrukcji mechatronicznych, wykonanych w trakcie realizacji niniejszej pracy doktorskiej i wykorzystanych przy prowadzeniu badań. Ich opisy pogrupowano według funkcji, kolejno na: zasilacze, generatory i inne układy sterujące, systemy pomiarowe i urządzenia mechatroniczne. Wszystkie one stanowią w pełni autorskie opracowania. Choć we współczesnej elektronice trudno o innowacje, kilka zastosowanych rozwiązań można uznać za nietypowe lub co najmniej mało znane. W wielu przypadkach, opracowanie własnego systemu było konieczne ze względu na jego nietypową funkcję bądź mechaniczne lub elektryczne dopasowanie do już istniejących elementów. Konstruowane układy miały często charakter prototypowy, pozwalający sprawdzić ich działanie przed ewentualną integracją w większy, spójny, miniaturowy system.

4.1. Stabilizowany zasilacz wysokonapięciowy

Wysokonapięciowy zasilacz o stabilizowanym napięciu i regulowanej wartości granicznej prądu opracowano z myślą o zasilaniu próżniowych systemów elektronowych, takich jak miniaturowe lampy rentgenowskie. Choć urządzenia tego typu są dostępne w handlu, zdecydowano się na samodzielne opracowanie układu, ze względu na możliwość jego lepszej integracji z innymi elementami systemu w przyszłości. Samodzielna budowa zasilacza pozwala dostosować zarówno jego wymiary, jak i parametry elektryczne związane m. in. ze sposobem sterowania – docelowo realizowanego przez nadrzędny system cyfrowy. W opisywanym układzie, parametry zadawane są napięciowo przy pomocy potencjometrów. Zakres regulacji napięcia wyjściowego wynosi $0 \div 35$ kV, natomiast zakres regulacji prądu $0 \div 1$ mA. Schemat modułu stabilizowanej przetwornicy przedstawiono na rys. 32. Moduł ten jest zasilany napięciem 12 oraz 40 V prądu stałego.



Rys. 32. Schemat ideowy zasilacza wysokonapięciowego z ograniczeniem prądu.

W zasilaczu wykorzystano telewizyjny trafopowielacz typu FMB-07 (Tr 1), co pozwoliło ominąć trudność związaną z samodzielnią budową transformatora wysokiego napięcia. Wykorzystano go w układzie przetwornicy DC-DC o sterowaniu zewnętrznym z odzyskiem prądu [45]. Kontrolerem przetwornicy jest układ TL494 pracujący w trybie „single ended” (praca z jednym kluczem tranzystorowym, na schemacie: T7). Tranzystor T6 wraz z przyległymi elementami pełni rolę sterownika bramki tranzystora mocy. Częstotliwość pracy przetwornicy wynosi ok. 17 kHz i jest dostrojona potencjometrem montażowym dla uzyskania jak najwyższej sprawności układu.

Regulacja napięcia

Napięcie wyjściowe zasilacza mierzone jest z wykorzystaniem oporowego dzielnika napięcia wbudowanego w trafopowielacz. W skład tego dzielnika wchodzi: wysokonapięciowy rezystor oraz potencjometr, mające razem oporność równą ok. 1 GΩ. Za sprawą zewnętrznego układu rezystorów, napięcie na suwaku potencjometru wynosi ok. 200 mV przy 0 kV na wyjściu i zwiększa się o niecały 1 V na każde 10 kV napięcia wyjściowego. Trafia ono na wzmacniacz W4, który usuwa z niego składową stałą 200 mV

i wzmacnia je do poziomu równo 1 V/10 kV. Sygnał wyjściowy tego wzmacniacza służy do sterowania miernikiem napięcia (np. magnetoelektrycznym).

Napięcie z suwaka potencjometru trafia także na wejście proste pierwszego wzmacniacza błędu w układzie TL494, który odpowiada za stabilizację napięcia. Jego wejście odwracające połączone jest z układem kompensacji częstotliwościowej oraz z wyjściem wtórnika W1, który separuje regulator napięcia i zadajnik zrealizowany na wzmacniaczu W2. Rolą zadajnika jest ograniczenie szybkości narastania napięcia wyjściowego do ok. 10 kV/s w celu eliminacji trzasków WN, jakie miałyby miejsce przy szybkich wzrostach napięcia. Wzmacniacz W2, za pośrednictwem tranzystora T1, utrzymuje na kondensatorze C (1 μ F) napięcie równe napięciu na wejściu U_{SU} (z suwaka potencjometru do zadawania napięcia wyjściowego zasilacza). Gdy $U_{SU} < U_C$, kondensator jest szybko rozładowywany do momentu zrównania się napięć. Gdy $U_{SU} > U_C$, kondensator jest ładowany stałym prądem ze źródła prądowego na tranzystorach T2 i T3. Napięcie na C rośnie liniowo do momentu zrównania z U_{SU} , bowiem w tym momencie wzmacniacz W2 zaczyna blokować dalszy wzrost napięcia U_C .

Regulacja prądu

„Zimny” koniec uzwojenia wtórnego trafopowielacza połączony jest z masą układu przez bocznik (R_s) pozwalający na pomiar prądu wyjściowego. Szybkie diody zabezpieczają dalsze układy przed przepięciami, jakie mogą mieć miejsce w chwili zapalenia wyładowań iskrowych w zasilanym układzie. W celu uniknięcia operowania na napięciach ujemnych, bocznik jest stale polaryzowany dodatnim prądem (płynącym do masy), wywołującym na nim spadek napięcia równy 660 mV. Wzrost natężenia prądu wyjściowego do 1 mA powoduje obniżenie tego napięcia aż do poziomu ok. 100 mV.

Napięcie z bocznika trafia na wzmacniacz odwracający W3, który zamienia je na sygnał 1 V/mA, przeznaczony do sterowania miernikiem prądu. Równocześnie, napięcie z bocznika trafia na wejście odwracające drugiego wzmacniacza błędu w TL494, odpowiadającego za kontrolę prądu. Wejście proste tego wzmacniacza łączy się bezpośrednio z suwakiem potencjometru służącego do ustawiania maksymalnego natężenia.

Blokada bezpieczeństwa

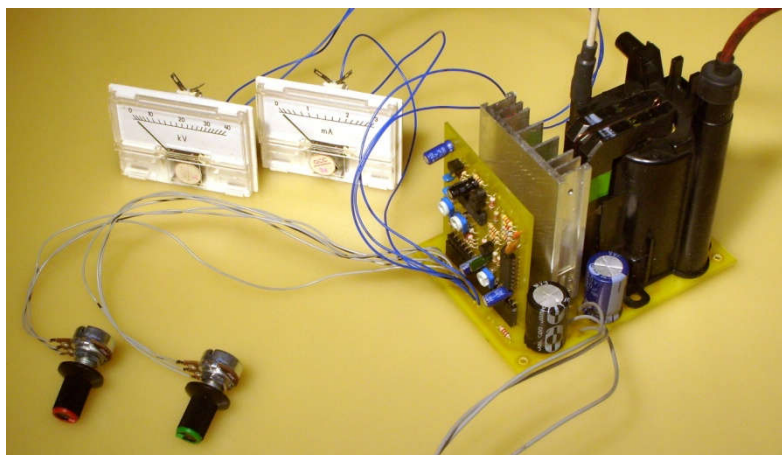
Praca przetwornicy może zostać zablokowana przez tranzystor T4, jeżeli tylko wyjdzie on ze stanu zatkania. Może się tak stać w dwóch przypadkach:

- gdy napięcie na linii zasilającej +40 V spadnie poniżej 25 V;
- gdy wejście SBL (Sygnał BLOkady) zostanie zwarte do masy.

Pierwsze zdarzenie może oznaczać nieprawidłowe (za niskie) napięcie w sieci zasilającej lub awarię bądź przeciążenie zasilacza sieciowego. Blokowanie przetwornicy w takim przypadku zabezpiecza jej układy przed uszkodzeniem lub nieprawidłową pracą.

Sygnał blokady zadawany jest przełącznikiem na panelu operatora i stanowi dodatkowe zabezpieczenie przed przypadkowym pojawieniem się napięcia na wyjściu zasilacza. Pierwszym zabezpieczeniem jest odcięcie zasilania potencjometru zadajnika napięcia przez inny styk tego samego przełącznika.

Na rys. 33 przedstawiono wygląd zespołu przetwornicy WN, złożonego z płyty bazowej oraz wtykanego pakietu sterującego. Taka modułowa konstrukcja pozwoliła uzyskać dość kompaktowe rozmiary, a ponadto ułatwia ona wprowadzanie ewentualnych modyfikacji i serwis.



Rys. 33. Moduł zasilacza wysokonapięciowego do miniaturowych źródeł rentgenowskich.

4.2. Sterownik Układu Oktopolowego (SUO)

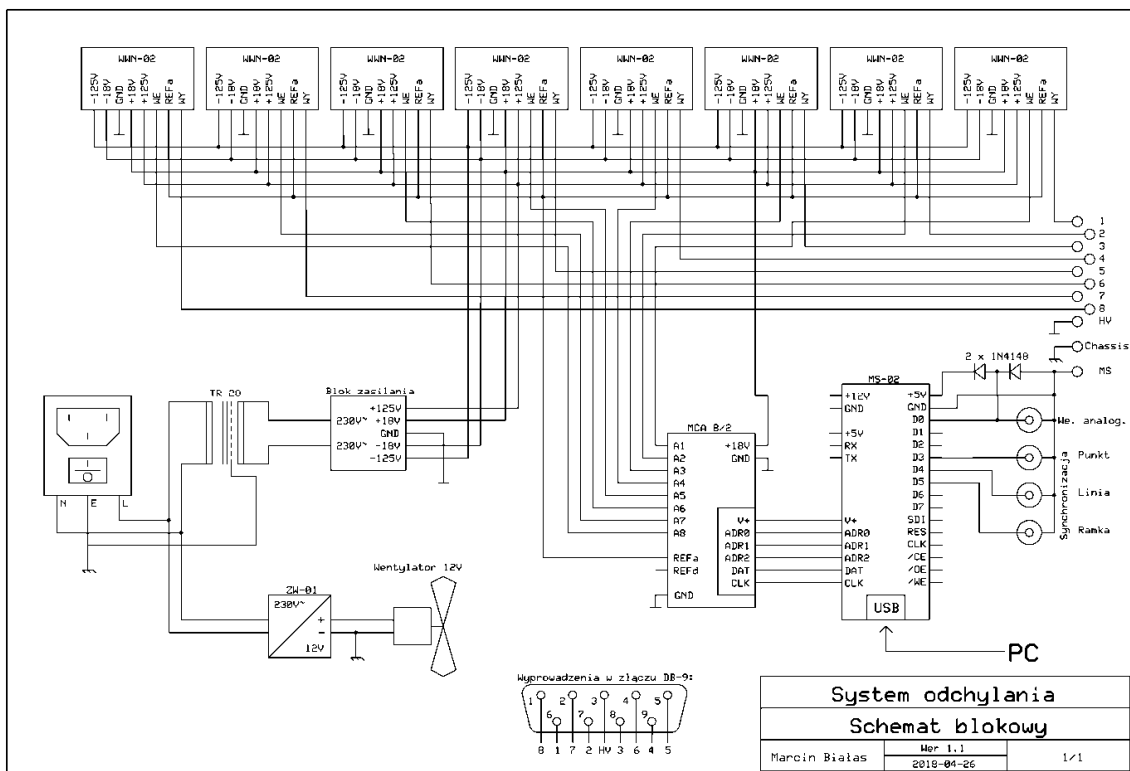
Sterownik układu oktopolowego został skonstruowany przez autora w ramach pracy magisterskiej [46]. Wówczas był on ośmiokanałowym zasilaczem sterowanym cyfrowo, mogącym zmieniać nastawy na tyle szybko – do 1080 razy na sekundę – by mógł być traktowany jako generator sygnałowy m. cz. o 8 wyjściach. Jego przeznaczeniem było zasilanie układu odchyłająco-skupiającego [47], złożonego z ośmiu elektrod stanowiących wycinki pierścienia, czyli tworzących oktopol. Wydajność prądowa wyjść jest niewielka (do 12 mA), natomiast zakres napięć wyjściowych szeroki (225 V). Dodatkowo,

do wszystkich napięć równocześnie można dodać składową stałą do 4 kV, zadawaną zewnętrznym zasilaczem WN. Wygląd urządzenia przedstawiono na rys. 34. W panelu przednim nie ma żadnych elementów regulacyjnych, gdyż wszystkie funkcje urządzenia sterowane są z poziomu programu na komputerze osobistym.



Rys. 34. Sterownik układu oktopolowego.

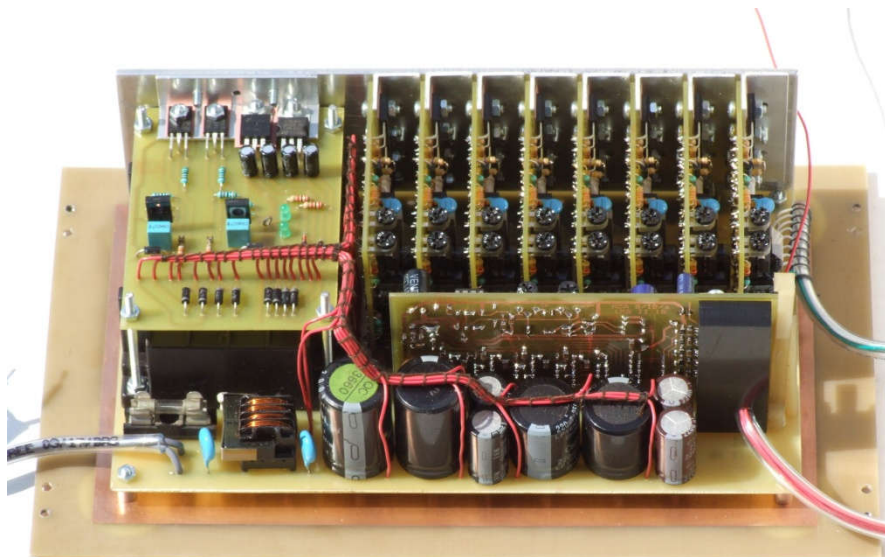
W czasie badań związanych z realizacją niniejszej pracy doktorskiej rozbudowywano to urządzenie oraz jego oprogramowanie. Dodano m. in. wyjścia pozwalające na synchronizację zewnętrznych układów rejestrujących sygnał, a w późniejszym czasie zaimplementowano funkcję rejestratora w samym sterowniku. Aktualny schemat blokowy urządzenia przedstawiono na rys. 35.



Rys. 35. Schemat połączeń modułów sterownika układu oktopolowego: ośmiu wzmacniaczy wyjściowych i modułów sterujących.

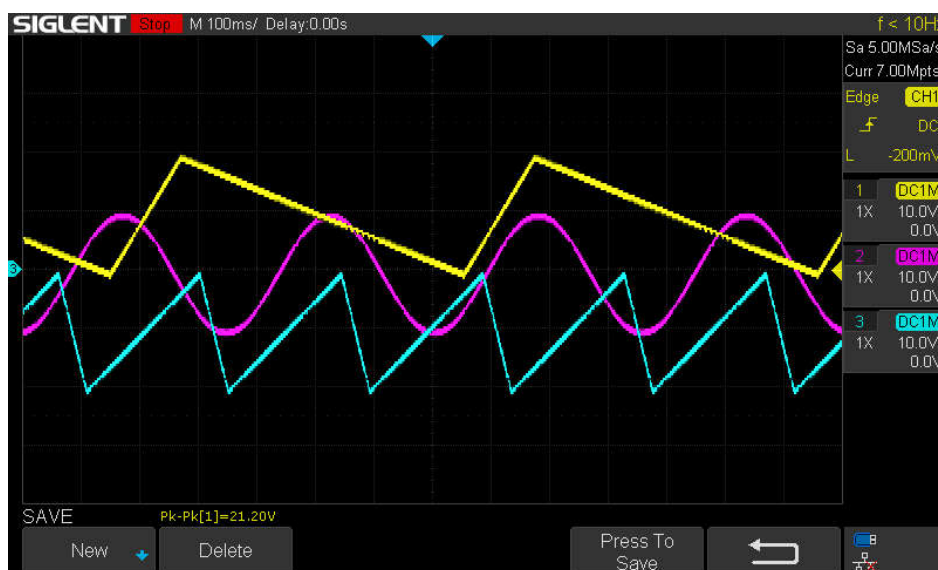
Urządzenie składa się z dwóch części, odseparowanych od siebie izolacją o wytrzymałości min. 4 kV DC. W skład części izolowanej („pływającej”) wchodzi zasilacz sieciowy i 8 wysokonapięciowych wzmacniaczy wyjściowych, które zasilają. To właśnie dzięki całkowitej izolacji wyjść, można do nich dodawać wspólną składową. W części nieizolowanej, będącej na potencjale ziemi, znajduje się blok sterujący z mikrokontrolerem ATmega328. Stronę izolowaną i nieizolowaną łączy moduł 8 przetworników cyfrowo-analogowych MCA8/2, na którym, poza przetwornikami, znajdują się transoptory izolujące elektrycznie magistralę cyfrową.

Wygląd wysokonapięciowego, izolowanego zespołu elektroniki sterownika przedstawiono na rys. 36. Widoczny jest stabilizowany zasilacz sieciowy (po lewej), 8 pakietów wzmacniaczy wyjściowych oraz moduł MCA8/2 przed nimi. Pod izolacyjną, czarną pokrywą widoczną na tym module, znajdują się transoptory o wysokim napięciu izolacji.



Rys. 36. Główny zespół układów elektronicznych w sterowniku układu oktopolowego.

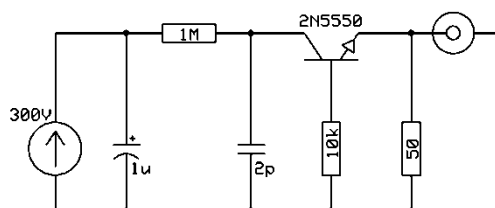
Komunikacja z urządzeniem odbywa się za pośrednictwem interfejsu USB. Komputer może wysłać do sterownika nastawy napięć wyjściowych, „zapytać” je o odczyt z wbudowanego przetwornika analogowo-cyfrowego lub modyfikować ustawienia dotyczące automatycznego sposobu działania. Przykładowo, w zależności od ustawienia, część wyjściowa i pomiarowa mogą działać niezależnie, lub pomiar może być wykonywany automatycznie po zadaniu nowych napięć wyjściowych. Pozwala to zmniejszyć ilość danych przesyłanych między komputerem a sterownikiem, i tym samym przyspieszyć komunikację. Na rys. 37 przedstawiono przykładowe przebiegi napięć na wyjściach 1 – 3, generowane przez urządzenie. Może ono generować do 8 różnych przebiegów jednocześnie.



Rys. 37. Przykładowe sygnały generowane przez 3 kanały sterownika układu oktopolowego.

4.3. Generator impulsów nanosekundowych

Układ generatora zbudowano z myślą o sterowaniu przepływem porcji jonów w spektrometrze ToF, w którym sygnał bramkujący powinien mieć postać bardzo krótkich impulsów o niezwykle stromych zboczach. Schemat generatora, którego praca oparta jest na zjawisku lawinowego przebicia tranzystora bipolarnego, przedstawiono na rys. 38.

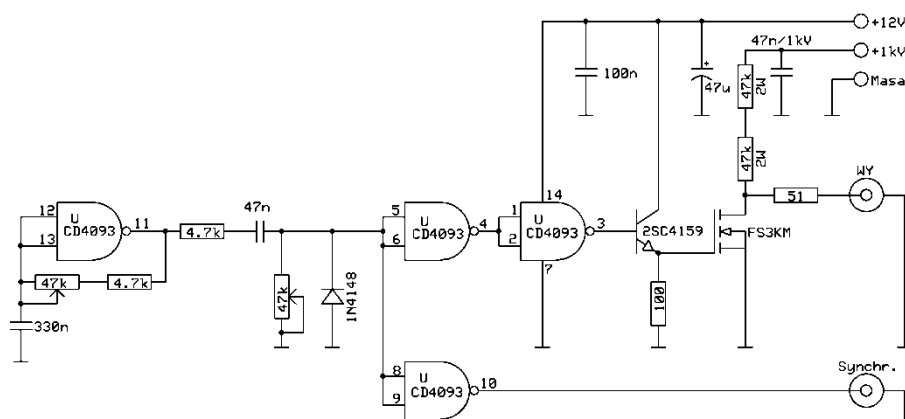


Rys. 38. Schemat ideowy generatora impulsów nanosekundowych.

Układ ten jest rodzajem generatora relaksacyjnego. Kondensator 2 pF jest ładowany z zasilacza o napięciu wyjściowym 300 V przez rezystor 1 MΩ. Gdy napięcie na kondensatorze jest odpowiednio wysokie, następuje przebicie tranzystora 2N5550 i przekazanie energii z kondensatora do wyjścia układu. W tym momencie tranzystor przestaje przewodzić i cykl pracy powtarza się. Wadą generatora tego typu jest konieczność dobierania tranzystora, gdyż pracuje on tutaj w sposób nieprzewidywany i niegwarantowany przez jego producenta. Rozrzut napięć, przy których występuje efekt lawinowy, jest bardzo wysoki nawet wśród tranzystorów z tej samej partii produkcyjnej. W przypadku tranzystorów 2N5550 produkcji Luguang Electronics, na 25 zbadanych egzemplarzy, 11 nie uległo przebiciu nawet przy napięciu 300 V. Pozostałe wykazywały efekt przebicia lawinowego przy napięciach od 80 do 240 V. Kolejną wadą jest brak możliwości łatwej zmiany polaryzacji impulsu przy zachowaniu jego parametrów czasowych. Wymagałoby to budowy podobnego generatora z tranzystorem typu p-n-p, który ulegałby przebiciu lawinowemu. Zaletami tego układu są natomiast: duża prostota i niezwykle krótki czas narastania napięcia wyjściowego, wynoszący według niektórych źródeł nawet poniżej 1 ns. Pomiarzy wykonane w laboratorium wykazały czasy <5 ns, jednak z uwagi na zbyt wąskie pasmo przenoszenia oscyloskopu (150 MHz – ZRK OS-710) oraz sond, wynik ten należy traktować wyłącznie jako zgrubny.

4.4. Generator impulsów o stromym zboczach opadającym i regulowanym czasie trwania impulsu

Inny rodzaj prostego generatora przeznaczonego do sterowania ruchem jonów w spektrometrze ToF przedstawiono na rys. 39. W odróżnieniu od układu z punktu 4.3, tutaj wszystkie elementy pracują w typowym obszarze pracy, dzięki czemu nie ma potrzeby wybierania pojedynczych egzemplarzy z partii. Układ generuje impulsy o regulowanym czasie trwania, regulowanej długości stanu niskiego i o stromym zboczach opadającym.

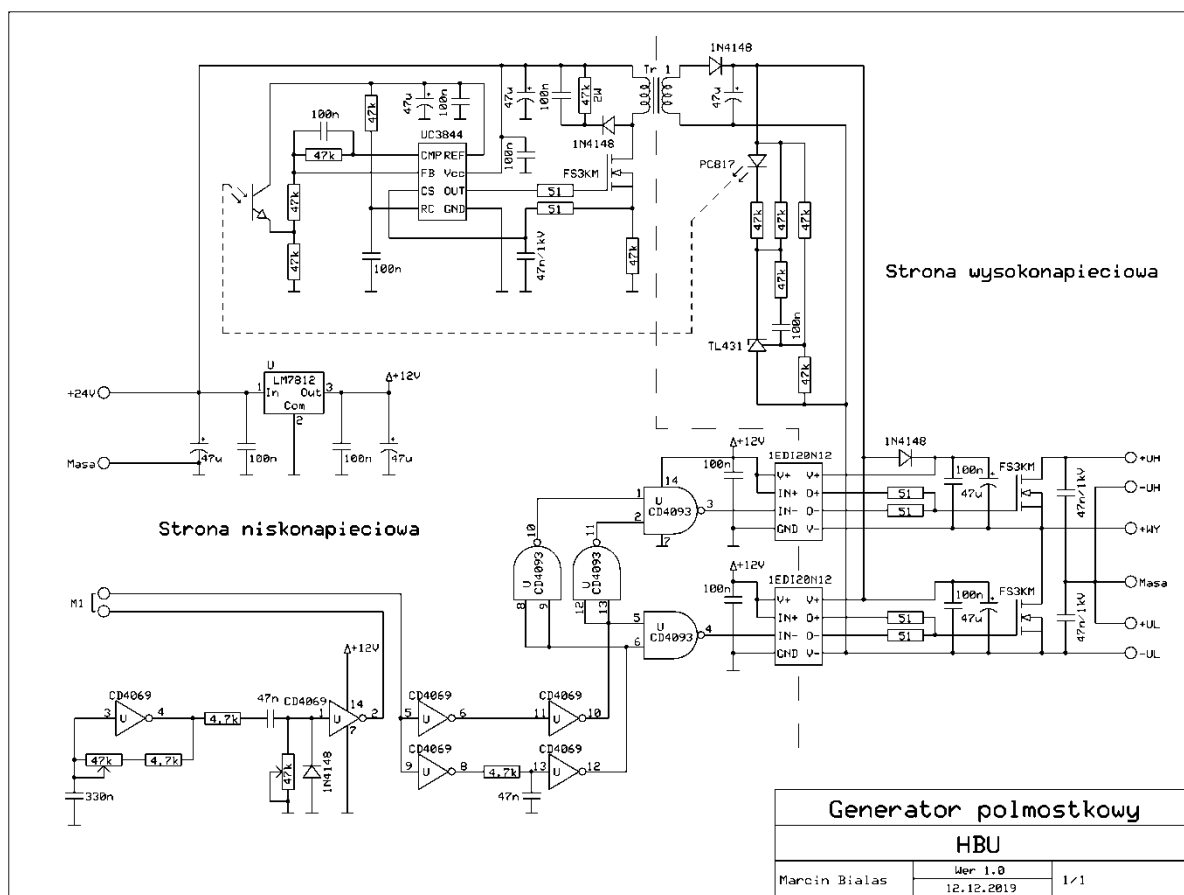


Rys. 39. Schemat ideowy asymetrycznego generatora impulsów.

Generator zrealizowano na bramce NAND z przerzutnikiem Schmitta, jednej z czterech w układzie CD4093. Wytwarza on przebieg prostokątny o częstotliwości regulowanej potencjometrem. Układ różniczkujący złożony z kondensatora 47 nF i drugiego potencjometru pozwala na regulację czasu trwania stanu wysokiego, zaczynając od zera (zawsze stan niski, brak impulsów). Kolejne bramki przywracają strome zbocza i właściwe poziomy sygnału, który następnie trafia na wyjście „Synchr.” (synchronizacja systemów rejestrujących sygnały wyjściowe) oraz na wysokonapięciowy stopień wyjściowy. Ten złożony jest z dwóch tranzystorów: wysokonapięciowego, szybkiego MOSFET FS3KM oraz bipolarnego 2SC4159, sterującego bramką tranzystora polowego. Zmierzona szybkość opadania napięcia wyjściowego wynosiła $40 \text{ kV}/\mu\text{s}$ a maksymalna amplituda napięcia wyjściowego – 800 V.

4.5. Półmostkowy generator impulsów o dwóch stromych zboczach i dowolnych poziomach

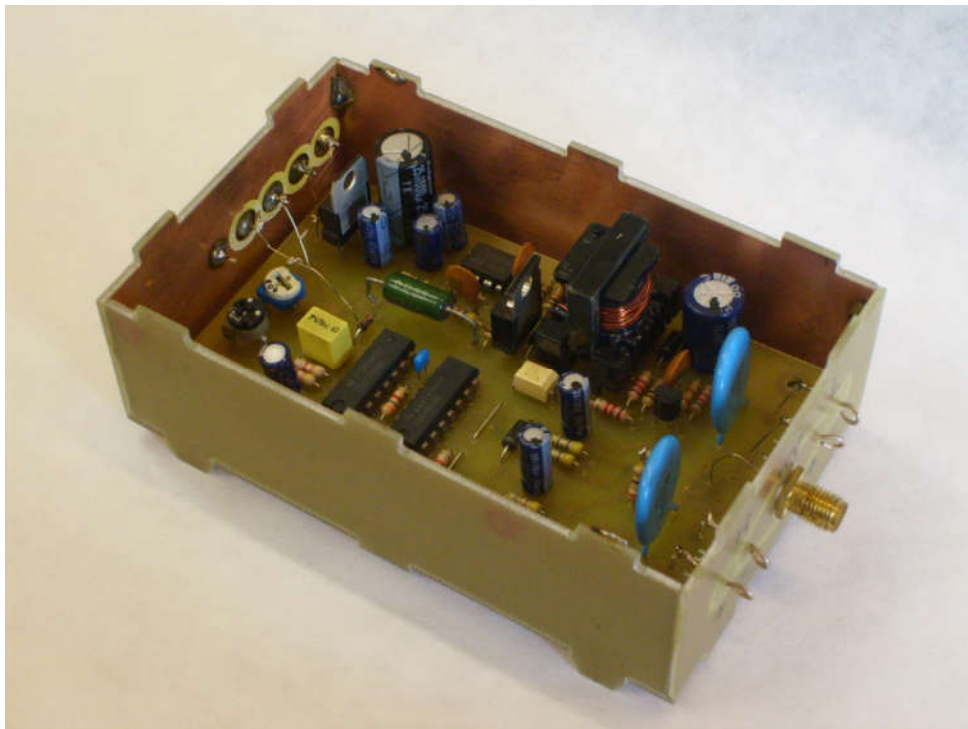
Niektóre konstrukcje spektrometrów wymagają impulsów sterujących, których obydwie poziomy są różne od zera. Półmostkowy generator impulsów pozwala na przełączanie między dowolnie wybranymi poziomami napięć z zakresu $-1 \div +1$ kV. Ponadto, w tym układzie obydwie zbocza impulsu są strome, mając nachylenie ok. $60 \text{ kV}/\mu\text{s}$. Pozwala to, w połączeniu z regulacją szerokości impulsów, na łatwy wybór ich polaryzacji. To wszystko czyni układ, którego schemat przedstawiono na rys. 40, niezwykle uniwersalnym. Jego najważniejsza część – wysokonapięciowy półmostek wraz ze sterowaniem – dzięki zastosowaniu elementów SMD zajmuje powierzchnię zaledwie kilku cm^2 .



Rys. 40. Schemat ideowy półmostkowego generatora impulsów.

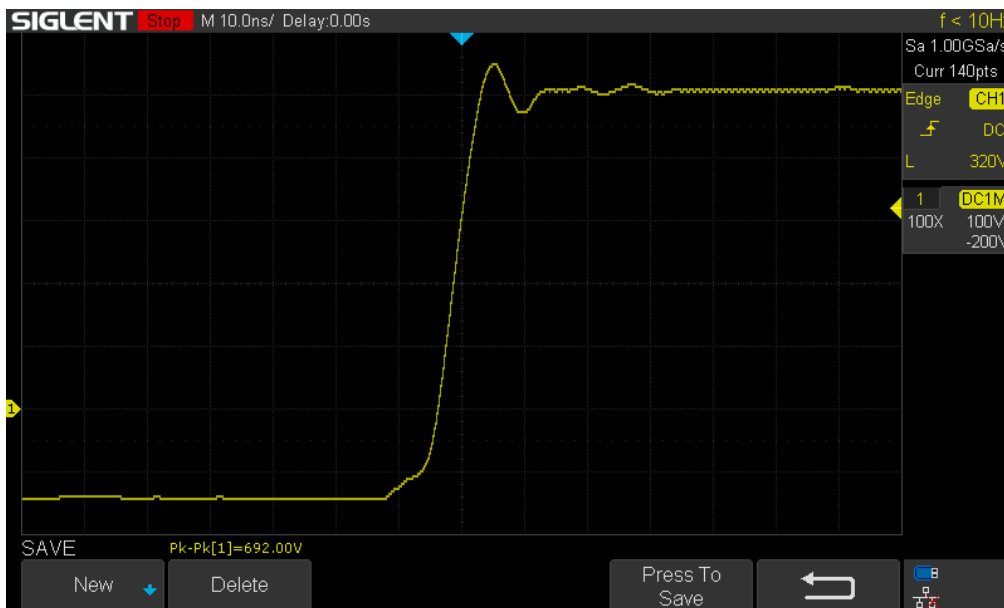
Generator impulsów o regulowanej częstotliwości i szerokości jest zrealizowany bardzo podobnie jak w układzie 3.7, przy użyciu dwóch negatorów z przerzutnikami Schmitta. Opcjonalnie, po usunięciu mostka M1, można podłączyć do układu sygnał sterujący

z zewnętrznego źródła. Kolejne 4 negatory i 4 bramki NAND tworzą układ zapewniający czas martwy pomiędzy wyłączeniem pierwszego tranzystora w półmostku a włączeniem drugiego [48]. Czas ten jest równy około 250 ns, czyli nieco ponad dwa razy więcej, niż czas propagacji sygnału w sterownikach bramek tranzystorów mocy. Sterownikami tymi są układy 1EDI20N12, zapewniające izolację wyjście-wejście aż do napięcia 1,2 kV i cechujące się czasem przełączania nie gorszym niż 20 ns. Sterują one wysokonapięciowymi tranzystorami MOSFET typu STD2NK100Z, które mogą przełączać napięcia do 1 kV w czasie krótszym od 10 ns przy włączaniu lub krótszym od 35 ns przy wyłączaniu. Tranzystory połączone są w półmostek, którego zasilania i wyjście wyprowadzono na zewnątrz ekranującej obudowy. Tym samym, przełączane napięcia muszą być doprowadzone z zewnętrznych zasilaczy. Znajdująca się w module przetwornica napięcia, pracująca w układzie flyback i bazująca na kontrolerze UC3844, służy wyłącznie do zasilania obwodów wyjściowych w sterownikach bramek. Zapewnia ona stabilizowane napięcie 15 V oraz izolację wyjście-wejście min. 2 kV. Sterownik dolnego tranzystora jest zasilany bezpośrednio, natomiast sterownik tranzystora górnego – przez układ *bootstrap*. Do poprawnej pracy wymaga on zatem zmiennego sygnału na wyjściu półmostka – minimalna częstotliwość pracy wynosi ok. 10 Hz. Na rys. 41 przedstawiono wygląd gotowego modułu w ekranującej puszcze z laminatu FR4 ze zdjętą górną pokrywą.



Rys. 41. Półmostkowy generator impulsów bez górnej pokrywy.

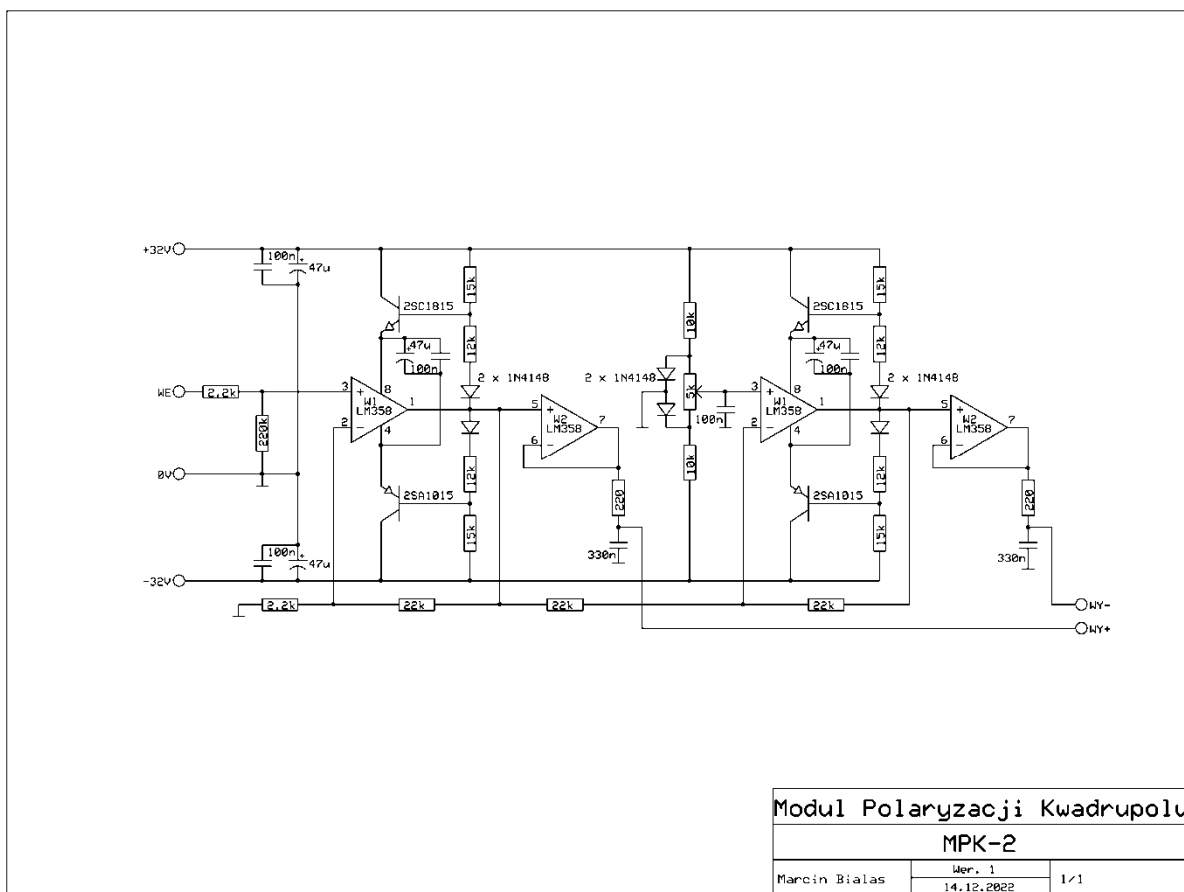
Kształt zbocza narastającego przedstawiono na rys. 42. Zbocza opadające są ich lustrzanym odbiciem, dlatego przedstawiono tylko jeden oscylogram.



Rys. 42. Zbocze narastające impulsu wyjściowego, 100 V/dz.

4.6. Układ zasilania m. cz. do spektrometru kwadрупolowego

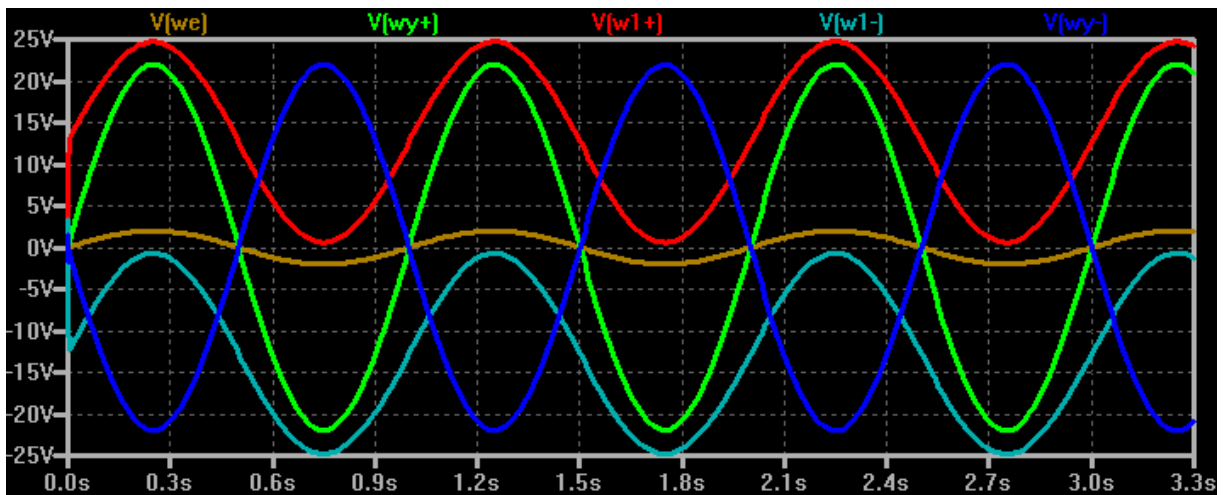
Filtr w kwadрупolowym spektrometrze mas wymaga zasilania napięciami sinusoidalnymi w. cz., do których jest dodawana składowa napięcia m. cz. W każdej z dwóch płaszczyzn filtru, wyznaczanych przez dwa przeciwległe pręty, dodawana składowa ma być jednakowa co do amplitudy, ale różniąca się znakiem. Schemat opracowanego układu, realizującego wytwarzanie dwóch symetrycznych napięć o amplitudzie do 20 V na podstawie sygnału z zewnętrznego generatora, przedstawiono na rys. 43.



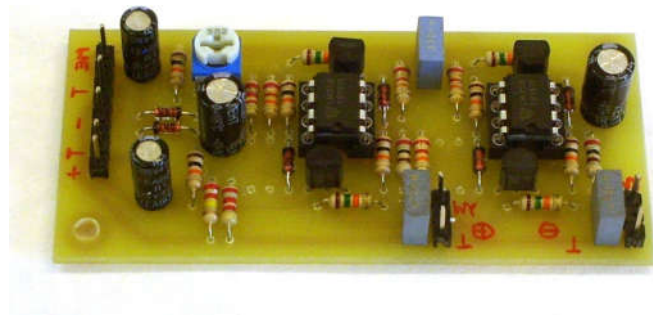
Rys. 43. Schemat ideowy układu "lustra" napięciowego.

Układ stanowi zestaw dwóch wzmacniaczy operacyjnych, z których pierwszy ma wzmocnienie 11 a drugi -1. Między wyjściem każdego ze stopni a wyjściem układu znajduje się wtórnik oraz filtr RC. Wzmacniacze LM358 są dość wolnymi układami, które wskutek podania na wyjście sygnału w. cz. przestają poprawnie pracować. Rolą filtrów RC jest obniżenie impedancji wyjściowej układu dla sygnałów w. cz., dostających się ze spektrometru do wyjścia układu, co zapobiega zakłócaniu pracy wzmacniaczy.

Warte uwagi jest zastosowane rozwiązanie, pozwalające uzyskać szeroki (40 Vpp) zakres napięć wyjściowych przy wykorzystaniu typowych wzmacniaczy operacyjnych zasilanych napięciem do 30 V. Jest to układ *bootstrap*, utrzymujący linie zasilania wzmacniacza zawsze na poziomie przynajmniej ± 3 V względem napięcia na jego wyjściu. Jest to dobrze widoczne na wykresach (rys. 44) uzyskanych w wyniku symulacji pracy układu, przeprowadzonej w programie LTSpice IV. Zdjęcie złożonego modułu przedstawiono natomiast na rys. 45.



Rys. 44. Wynik symulacji LTSpice. Żółty (Vwe) - sygnał wejściowy, niebieski i zielony (Vwy- i Vwy+) - sygnały wyjściowe, czerwony i jasnoniebieski (Vw1+ i Vw1-) - napięcie zasilania wzmacniacza W1, skorelowane z sygnałem Vwy+.



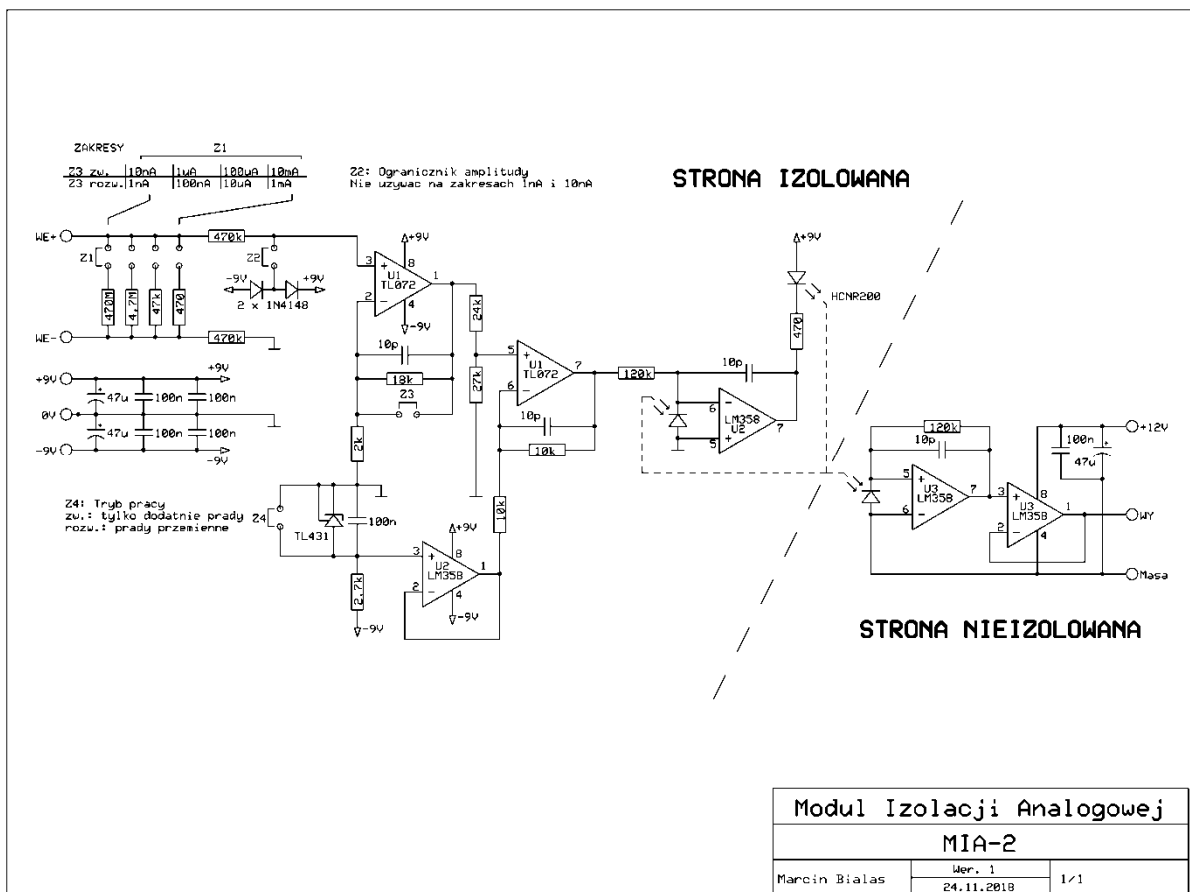
Rys. 45. Wygląd złożonego modułu zasilania m. cz. do filtra kwadрупolowego.

4.7. Moduł Izolacji Analogowej (MIA)

Detektory elektronów zwykle wymagają do pracy polaryzacji odpowiednim napięciem, tj. muszą mieć określony potencjał względem pozostałych elementów układu elektronooptycznego. Przydatna jest możliwość łatwej regulacji tego potencjału, gdyż wpływa on bezpośrednio na pracę samego detektora – to m. in. od niego zależy, jaki rodzaj elektronów jest wykrywany (wtórne, wstecznie rozproszone itp.). Regulacji można dokonywać na dwa sposoby: zmieniając napięcie przyłożone do elektrody detekcyjnej lub zmieniając jednakowo wszystkie pozostałe napięcia zasilające poszczególne elektrody. Niewątpliwą zaletą drugiego podejścia jest możliwość ustalenia na detektorze potencjału masy, co jest korzystne z punktu widzenia pomiarów wykrywanych prądów o bardzo niewielkich natężeniach. Wadą jest konieczność budowania wszystkich zasilaczy w postaci układów „pływających”, regulowanych wspólnym sygnałem, a także konieczność polaryzowania badanej próbki. W rozwiązaniu pierwszym komplikuje się jedynie konstrukcja

układu pomiarowego, gdyż jego część musi być „pływająca”, a wyniki muszą ostatecznie pojawiać się na wyjściu odniesionym do masy całej aparatury. W układzie musi się zatem pojawić element zapewniający izolację galwaniczną, ale pozwalający na transmisję danych. Zależnie od wymagań, dane te mogą być przesyłane w postaci cyfrowej lub analogowej. Z uwagi na fakt, iż system pomiarowy wbudowany w Sterownik Układu Oktopolowego przyjmował sygnały analogowe, zdecydowano skonstruować w pełni analogowe przystawki pomiarowe zapewniające niezbędną izolację. Powstały dwie wersje:

- MIA-1, pozwalający na pomiary prądów wyłącznie dodatnich (wyływających z detektora), o najniższym zakresie pomiarowym $100 \mu\text{A}$. Ze względu na te, dość poważne ograniczenia, układ miał charakter niemal wyłącznie prototypowy;
- MIA-2, pozwalający na pomiary prądów płynących w dowolnym kierunku i mający najniższy zakres pomiarowy 1 nA . Schemat tej przystawki przedstawiono na rys. 46.



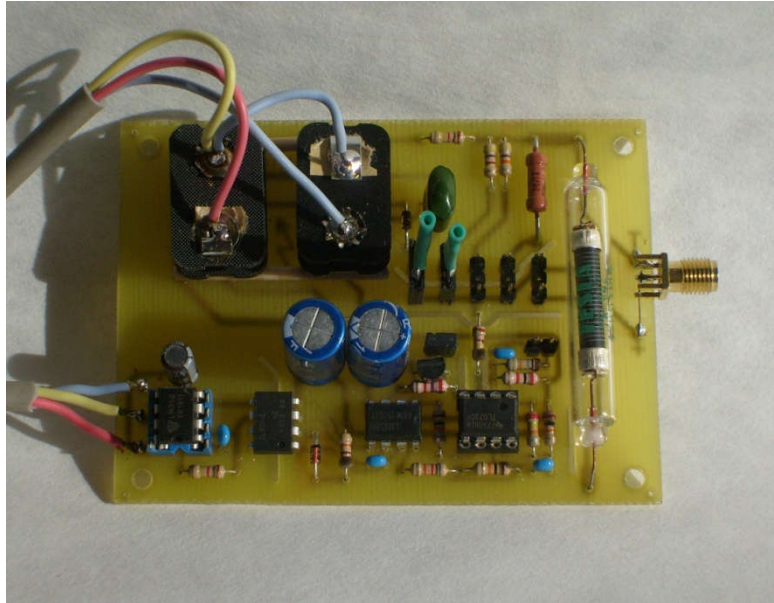
Rys. 46. Schemat ideowy wzmacniacza pomiarowego z izolacją galwaniczną MIA-2.

Układ ten złożony jest z dwóch podstawowych bloków: wzmacniacza sygnału mierzonego oraz analogowego transoptora z elementami towarzyszącymi.

Wzmacniacz sygnału zrealizowano na układzie TL072 – niskoszumnym wzmacniaczu operacyjnym z wejściem na tranzystorach polowych. Na jego wejściu znajduje się zestaw 4 boczników, które można przełączać zworką Z1, wybierając w ten sposób jeden z 4 zakresów pomiarowych. Zworka Z2 pozwala dołączyć do „gorącego” przewodu układ ograniczający amplitudę napięć wejściowych, zabezpieczający czułe wejście układu TL071. Z uwagi na niezerowy prąd wsteczny diod ogranicznika, zworkę Z2 należy zdjąć przy korzystaniu z najniższych zakresów, tj. 1 i 10 nA. Na wyższych zakresach, na których prąd wsteczny nie ma już znaczącego wpływu na prąd mierzony, zworka powinna być zawsze założona. Zworką Z3 można zmieniać wzmocnienie pierwszego stopnia wzmacniacza, wybierając w ten sposób podzakres pracy. Gdy Z3 jest założona, wzmocnienie jest równe 1, a dostępne zakresy to: 10 nA, 1 μ A, 100 μ A, 10 mA. Gdy Z3 jest zdjęta, czułość układu rośnie 10-krotnie, zatem dostępne zakresy zmieniają się na: 1 nA, 100 nA, 10 μ A, 1 mA.

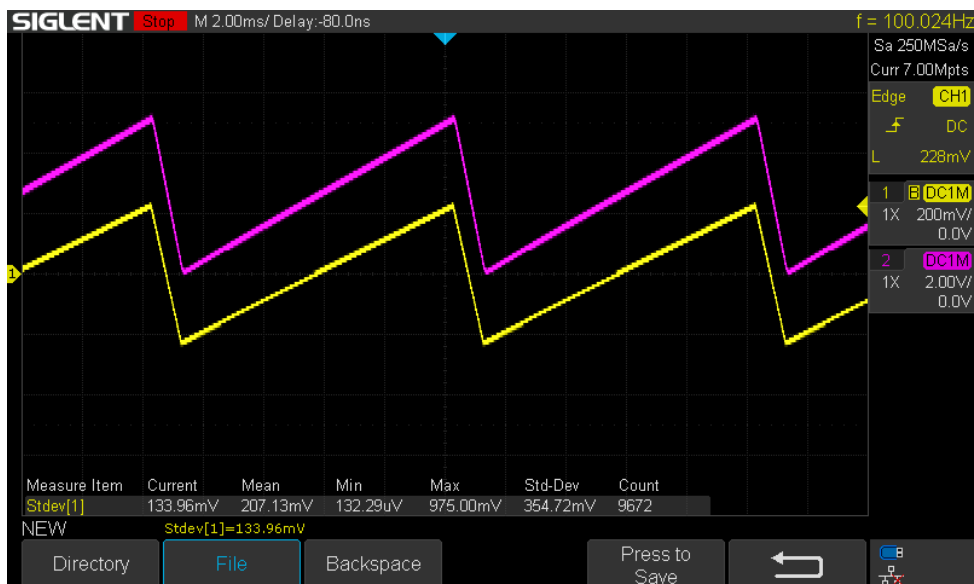
Drugi stopień wzmacniacza jest połączony z pierwszym przez tłumik (dzielnik rezystancyjny) dopasowujący wzmocnienie całego układu. Dzięki niemu, końcowi zakresu odpowiada napięcie wyjściowe równe 5,0 V. Rolą drugiego stopnia wzmacniacza, mającego stałe wzmocnienie wynoszące 2, jest opcjonalne dodawanie składowej stałej do sygnału, równej połowie napięcia pełnego zakresu (2,5 V). Gdy zworka Z4 jest założona, składowa stała nie jest dodawana, zatem 0 V na wyjściu odpowiada zerowemu prądowi wejściowemu. Jako, że napięcie wyjściowe nie może być ujemne, przystawka w tej konfiguracji nadaje się wyłącznie do mierzenia prądów dodatnich (wpływających do wejścia WE+). Gdy zworka Z4 jest zdjęta, zerowemu prądowi wejściowemu odpowiada 2,5 V na wyjściu. Pomiar prądów przemiennych staje się możliwy, kosztem ograniczenia ich amplitudy do połowy wybranego zakresu pomiarowego.

Układ analogowej optoizolacji wykorzystuje liniowy transoptor HCNR200 (IL300). Jest to element zawierający w swojej strukturze diodę elektroluminescencyjną oraz dwie fotodiody o niemal identycznych parametrach. Producent gwarantuje, że rozbieżność między sygnałami z jednej i drugiej fotodiody nie przekroczy 0,01%. Pierwsza z nich pracuje w systemie „serwo” po stronie izolowanej, monitorującym jaskrawość LED i dopasowującym ją zawsze proporcjonalnie do poziomu napięcia ze wzmacniaczy wejściowych (0 – 5 V). Druga fotodioda jest połączona ze wzmacniaczem transimpedancyjnym, który odtwarza poziom napięcia proporcjonalnie do jaskrawości LED. W ten sposób napięcie wyjściowe jest zawsze równe wejściowemu, mimo braku galwanicznego połączenia między wejściem i wyjściem układu. Zdjęcie gotowego modułu przedstawiono na rys. 47.



Rys. 47. Wygląd przystawki MIA-2.

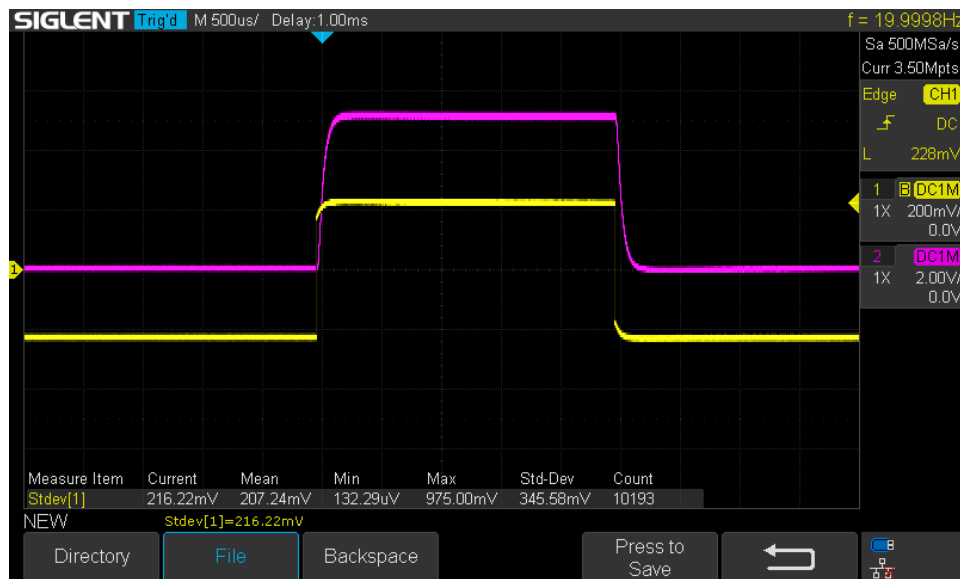
Nieco nietypowe poziomy napięć analogowych (0 – 5 V zamiast standardowych 0 – 10 V) wynikają wprost z dopasowania do przetwornika analogowo-cyfrowego wbudowanego w SUO. Na rys. 48 przedstawiono przykładowe przebiegi na wejściu (żółty, 1) i wyjściu (fioletowy, 2) układu. Warto zwrócić uwagę na fakt, iż przebieg wejściowy jest sygnałem przemiennym.



Rys. 48. Porównanie sygnałów na wejściu i wyjściu przystawki MIA-2 skonfigurowanej do pracy z sygnałami przemiennymi.

Przebiegi ilustrujące odpowiedź impulsową układu przedstawiono na rys. 49. Podobnie jak przy poprzednim pomiarze, układ pracował na zakresie 10 μ A, a oscyloskopem było mierzone napięcie na zaciskach wejściowych układu. Czas narastania i opadania wynosi

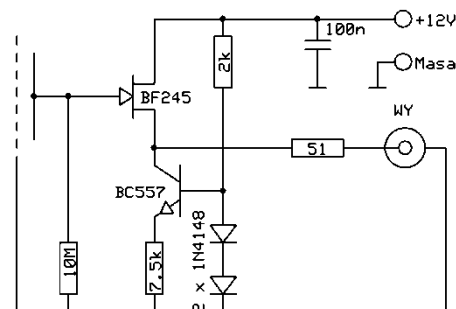
około 100 μ s, co jest wystarczające do współpracy z systemem skanującym, w którym czas analizowania każdego punktu wynosi ok. 1,4 ms.



Rys. 49. Odpowiedź impulsowa układu MIA-2.

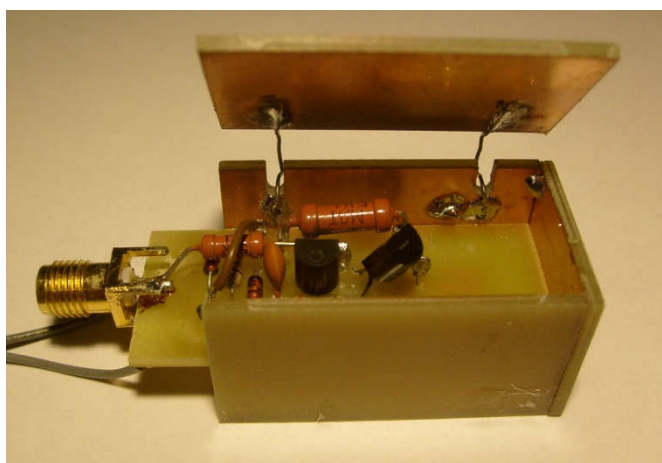
4.8. Przedwzmacniacz do pomiaru szybkozmiennych prądów jonowych

Natężenia prądów, wywoływanych przez niewielkie ilości cząstek naładowanych trafiających w elektrodę detekcyjną, są znikome. O ile natężenie prądu stałego, rzędu piko- lub nawet femtoamperów, można jeszcze próbować zmierzyć przyrządem podłączonym do elektrody kawałkiem przewodu koncentrycznego, o tyle szybkie zmiany natężenia tego prądu zostaną wygładzone przez pojemność przewodu i obwodów wejściowych miernika. Konieczne jest zastosowanie przedwzmacniacza, który ma możliwie wysoką rezystancję i jak najniższą pojemność wejściową. Najprostszym układem spełniającym te warunki jest wtórnik napięciowy na tranzystorze JFET. Schemat takiego wtórnika, wraz z układem polaryzacji, przedstawiono na rys. 50.



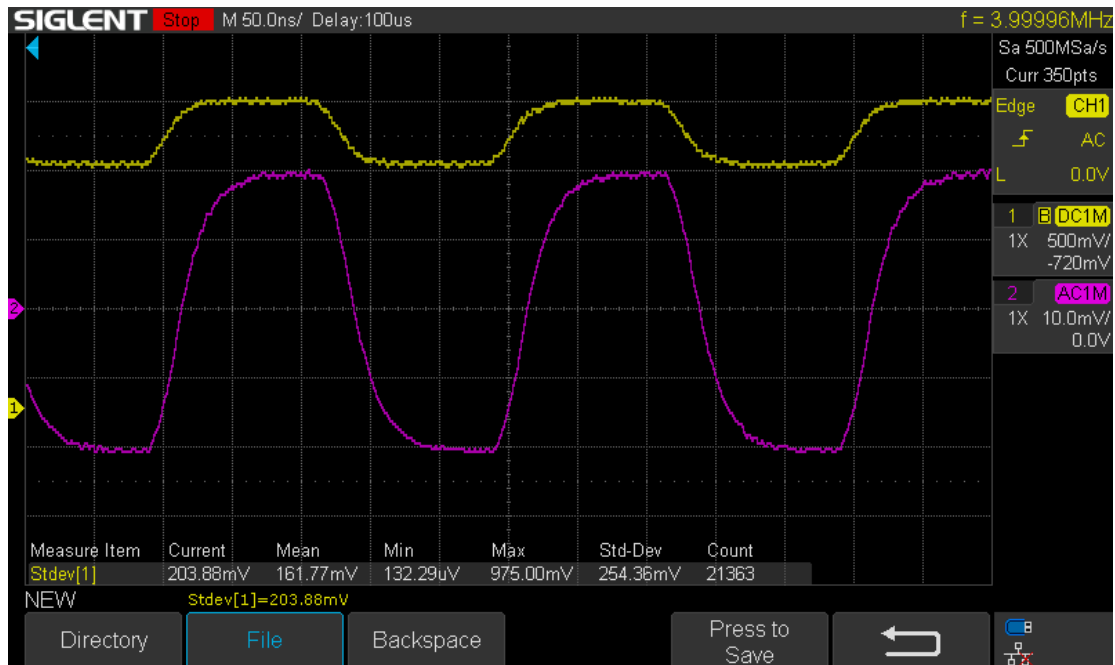
Rys. 50. Wtórnik z tranzystorem JFET.

Cały układ zamknięto w ekranującej puszcze, w której, poza wyprowadzeniami elektrycznymi, wykonano tylko jeden otwór odsłaniający elektrodę pomiarową. Dla polepszenia ekranowania, w otworze została umieszczona gęsta, mosiężna siatka. Na schemacie zaznaczono ją linią kreskową. W roli wtórnika napięciowego pracuje tranzystor BF245 – JFET w. cz., stosowany także do wykrywania bardzo małych prądów m. in. w jonizacyjnych czujnikach dymu. W celu polepszenia liniowości, w obwodzie źródłowym tranzystora zastosowano źródło prądowe, wymuszające przepływ prądu o natężeniu $100 \mu\text{A}$, niezależnym od napięcia wyjściowego. Układ przeznaczony jest do pracy z linią koncentryczną o impedancji 50Ω . Pojemność wejściowa wynosi 3 pF , a rezystancję można dobrać według potrzeb – na schemacie $10 \text{ M}\Omega$. Zdjęcie gotowego modułu w ekranującej obudowie z laminatu FR4, przedstawiono na rys. 51. Tylną ściankę obudowy odchyłono, celem zaprezentowania konstrukcji wewnętrznej. Ta została zaprojektowana w taki sposób, by możliwe było wprowadzanie modyfikacji w układzie, bez łatwego dostępu do obu stron płytki obwodu drukowanego.



Rys. 51. Konstrukcja detektora prądów jonowych z tranzystorem JFET.

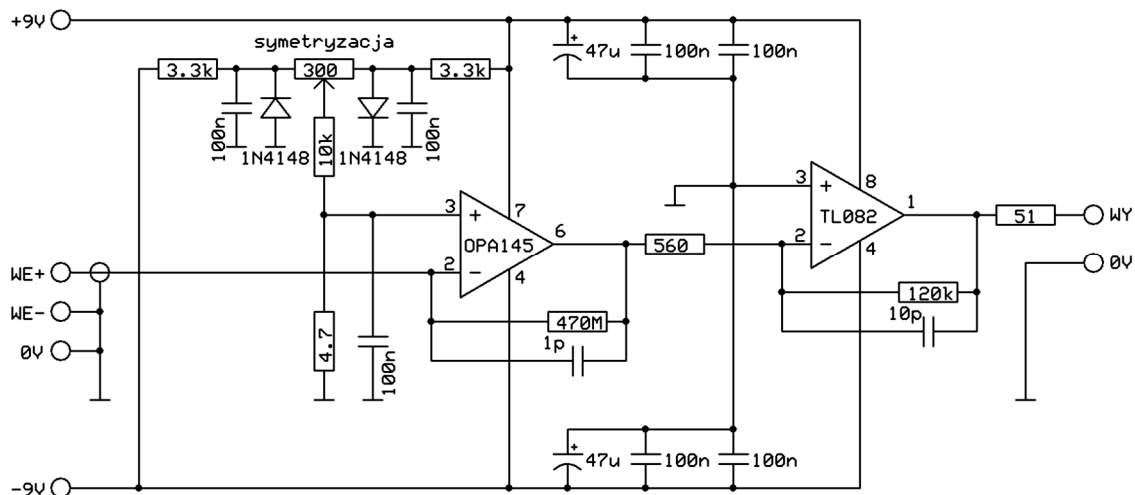
Na rys. 52 przedstawiono przebieg wejściowy i wyjściowy wtórnika. Sygnał z generatora (4 MHz, żółty przebieg) zadawano przez rezystor 10 k Ω . Sygnał wyjściowy mierzono sondą o podziale 10:1, zatem na jedną podziałkę na oscylogramie przypada 100 mV.



Rys. 52. Przebieg wejściowy i wyjściowy wtórnika JFET przy częstotliwości 4 MHz.

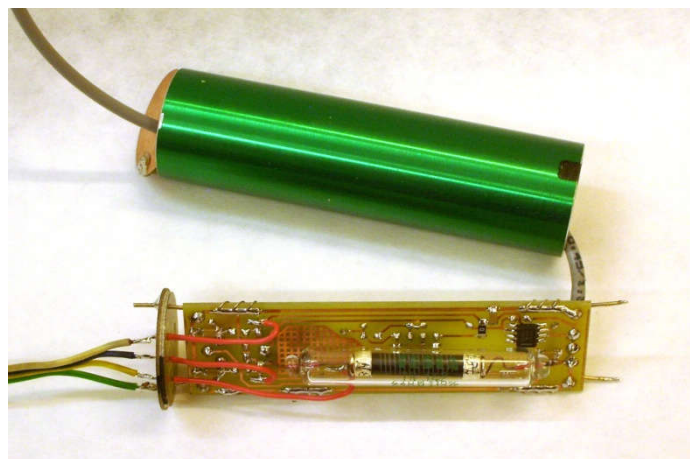
4.9. Przedwzmacniacz do pomiarów wolnozmiennych prądów jonowych

Niektóre spektrometry wymagają mierzenia prądów o znikomych natężeniach, ale wolnozmiennych. Niezbędna jest zatem bardzo wysoka czułość układu i niezbyt szerokie pasmo przenoszenia. Schemat jednego z układów realizujących to zadanie przedstawiono na rys. 53.



Rys. 53. Schemat ideowy wzmacniacza do testowania spektrometru ruchliwości jonów.

Jest to układ dwustopniowy, złożony ze wzmacniacza transimpedancyjnego (OPA145) oraz niskoszumnego wzmacniacza napięciowego (TL082). Pierwszy stopień ma wzmocnienie równe $470 \text{ V}/\mu\text{A}$, a drugi – $215 \text{ V}/\text{V}$. Czułość całego układu wynosi około $100 \text{ V}/\text{nA}$. Jest to bardzo dużo, dlatego też cały układ zamknięto w ekranującej obudowie (rys. 54) z aluminiowej rurki, zatkanej na końcach korkami z laminatu FR4 niepozobawionego miedzianej folii. Sygnał wejściowy doprowadzono przewodem koncentrycznym YWL-50.



Rys. 54. Wzmacniacz do spektrometru ruchliwości jonów przed zamknięciem w obudowie.

Potencjometr służący do symetryzacji wzmacniacza (kompensowania napięcia niezrównoważenia układu OPA145) dostępny jest przez niewielki otworek w tylnym (na zdjęciu: lewym) korku, pełniącym także rolę przepustów elektrycznych. Oscylogram (rys. 55) zarejestrowany przy prądzie wejściowym o amplitudzie 5 pA (fioletowy przebieg, skala $2 \text{ pA}/\text{dz.}$) przedstawia odpowiedź układu. Widoczny jest niski poziom szumów

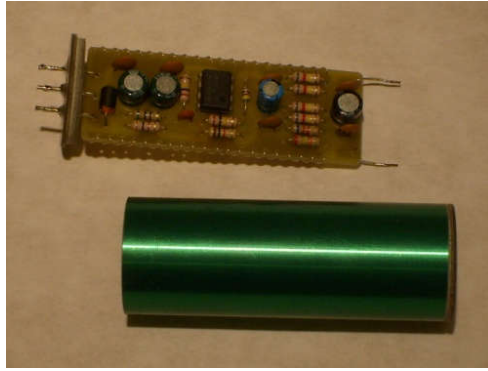
(niezauważalne przy tej skali pionowej) oraz przydźwięk sieciowy na poziomie $<5\%$ amplitudy sygnału wyjściowego. Wyraźne przesunięcie fazy oraz nieznaczny spadek wzmocnienia, mimo częstotliwości sygnału wynoszącej zaledwie 2 Hz, wynika z bardzo wysokich rezystancji zastosowanych w obwodach sprzężenia zwrotnego pierwszego stopnia wzmacniacza. Cecha ta ma jednak znaczenie drugorzędne w przypadku detekcji prądów wolnozmiennych.



Rys. 55. Sygnał wyjściowy (żółty, 500 mV/dz.) i wejściowy (fioletowy, 2 pA/dz.) w trakcie badania pasma przenoszenia i oceny poziomu szumów.

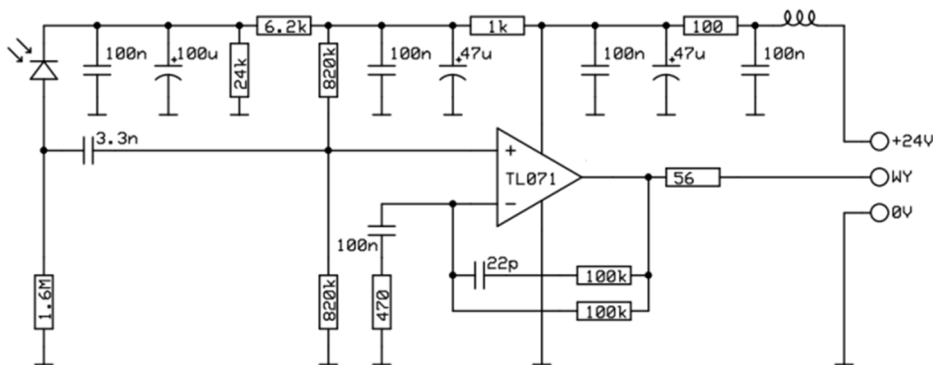
4.10. Detektor elektronów z fotodiodą p-v-n

Kolejny z układów (rys. 56) zbudowano w celu przetestowania fotodiody p-v-n, wyprodukowanej przez Instytut Technologii Elektronowych z Warszawy. Według informacji od producenta, fotodioda taka powinna być dobrym detektorem elektronów oraz cząstek α , a więc mogłaby się sprawdzić jako detektor np. w mikroskopie. Wykonana jest w postaci nieobudowanej struktury krzemowej, umieszczonej na podłożu szklano-epoksydowym. Wymiary obszaru aktywnego wynoszą: $\Phi 7,16$ mm, grubość 500 μm (przy napięciu wstecznym 35 V). W celu zredukowania przydźwięków, układ zamknięto w metalowej obudowie, a rozstaw wyprowadzeń wejścia dopasowano do rozstawu wyprowadzeń fotodiody. Dzięki temu, możliwy jest jej montaż bezpośrednio do wzmacniacza.



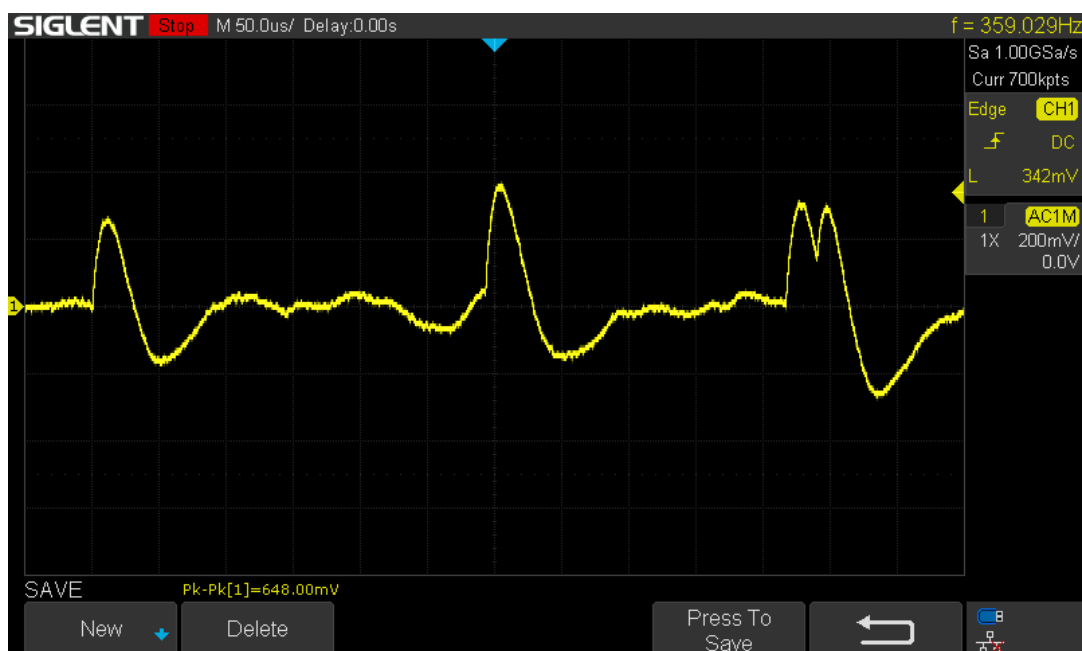
Rys. 56. Wzmacniacz sygnału z fotodiody p-v -n przed montażem w obudowie.

Układ jest jednostopniowym wzmacniaczem o wzmocnieniu równym ok. 200 V/V, nieprzenoszącym składowej stałej sygnału. Jej odcięcie było podyktowane chęcią budowy układu możliwie prostego. Poza wzmacniaczem, na schemacie (rys. 57) widocznych jest kilka filtrów w torze zasilania, których zadaniem jest polaryzowanie wejść wzmacniacza oraz samej fotodiody napięciem o jak najniższych szumach. Dzielnik napięcia złożony z rezystorów 24k i 6.2k zapewnia optymalne napięcie polaryzacji fotodiody, dobrane doświadczalnie na podstawie obserwacji poziomu jej szumów.



Rys. 57. Schemat ideowy wzmacniacza sygnału z fotodiody.

Wstępny test układu przeprowadzono przy użyciu źródła o słabej emisji α (7,4 kBq, ^{241}Am), gdyż nie wymagało to umieszczania detektora w próżni. Fotodioda okazała się być dobrym detektorem tego rodzaju promieniowania, a impulsy na wyjściu układu wzmacniającego były wyraźnie widoczne (rys. 58). Niestety, przeprowadzony później test z pobudzeniem elektronami nie wykazał dużej czułości detektora dla energii niższych od 10 keV – impulsy były na poziomie szumu.



Rys. 58. Impulsy wyjściowe przy pobudzeniu detektora promieniowaniem α .

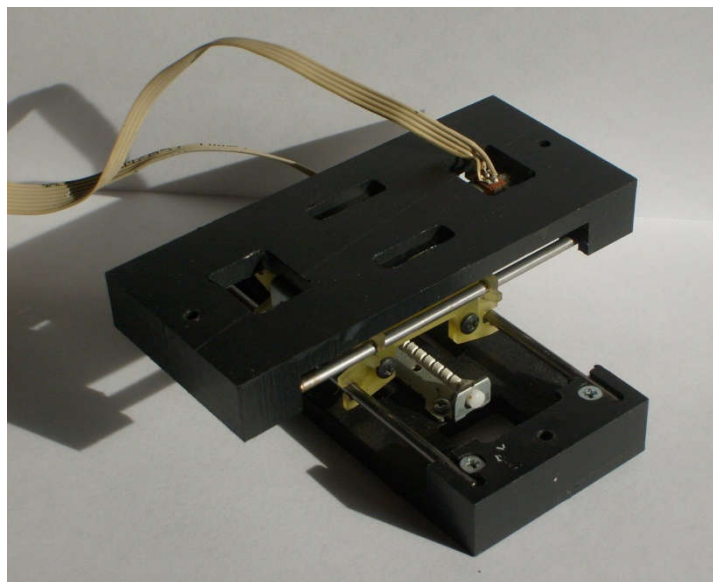
4.11. Manipulatory próżniowe

Proces wymiany próbki lub modyfikacji systemu badanego w komorze próżniowej jest czasochłonny. Dostanie się do wnętrza komory wymaga wykonania czynności takich jak: wyłączenie pompy turbomolekularnej i oczekiwanie na zatrzymanie się jej wirnika, wyłączenie pompy próżni wstępnej i wreszcie powolne zapowietrzenie komory. Wszystkie one zajmują kilka minut. Jeżeli dodatkowo trzeba poczekać na ostygnięcie jakiegoś elementu umieszczonego w próżni, czas ten ulega znacznemu wydłużeniu. Po dokonaniu wymiany lub modyfikacji układu, komorę należy ponownie odpompować – najpierw pompą próżni wstępnej, później turbomolekularną. Ten proces również zajmuje od kilku do kilkudziesięciu minut, w zależności od wymaganego ciśnienia końcowego. W celu ułatwienia pracy i zaoszczędzenia czasu, skonstruowano zdalnie-sterowane manipulatory, mogące pracować w próżni i służyć do wprowadzania zmian w badanym systemie bez konieczności otwierania komory.

4.11.1. Manipulator XY

Pierwszy z manipulatorów to dwuosiowy manipulator o zakresie ruchu wynoszącym 38 mm i rozdzielczości 75 μm . Maksymalne obciążenie wynosi 0,05 kG wzdłuż dowolnej osi lub 0,2 kG prostopadle do płaszczyzny XY. Elementy konstrukcji (rys. 59) wykonano z polietylenu oraz laminatu szklano-epoksydowego, wykorzystując obróbkę skrawaniem. Materiały te przetestowano wcześniej w komorze próżniowej, nie stwierdzając ich

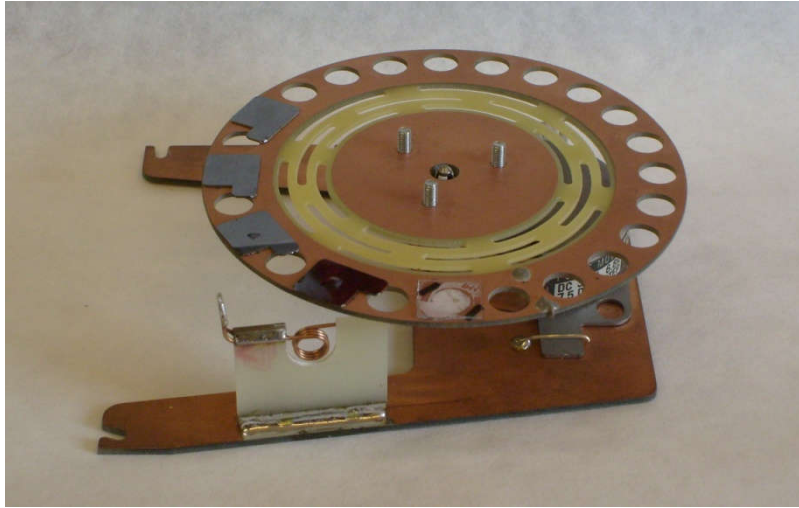
negatywnego wpływu na próżnię do 10^{-5} hPa. Napędami są mikrosilniki krokowe zintegrowane ze śrubami trapezowymi, wymontowane z komputerowych napędów optycznych.



Rys. 59. Manipulator XY.

4.11.2. Manipulator R

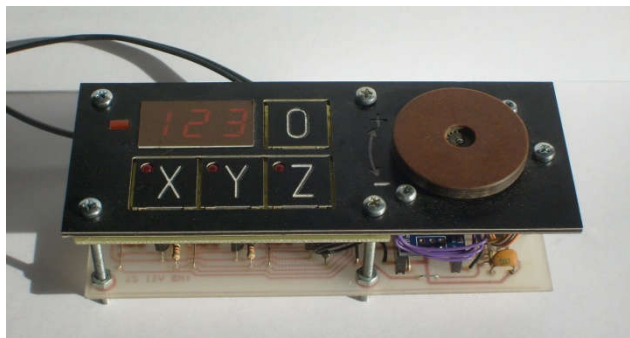
Drugi z manipulatorów to manipulator obrotowy w postaci tarczy z miejscami na 24 próbki. Miejsca te są połączone, poprzez szczotkę, z nieruchomym kontaktem na podstawie. Pozwala to polaryzować próbki bez ograniczania ruchu tarczy przewodami. Maksymalne dopuszczalne napięcie wynosi 30 kV. Właściwą izolację zapewniają szczeliny wyfrezowane w tarczy. Wszystkie elementy manipulatora (rys. 60) wykonano z laminatu szklano-epoksydowego. Napędem jest niewielki silnik krokowy z drukarki, KHL-46M01B, fabrycznie wyposażony w przekładnię zębatą. Dopuszczalna masa próbek, przy równym rozłożeniu, jest nie mniejsza niż 0,25 kg. Rozdzielczość kątowa pozycjonowania wynosi $1,25^\circ/\text{krok}$.



Rys. 60. Manipulator obrotowy z miejscami na 24 próbki.

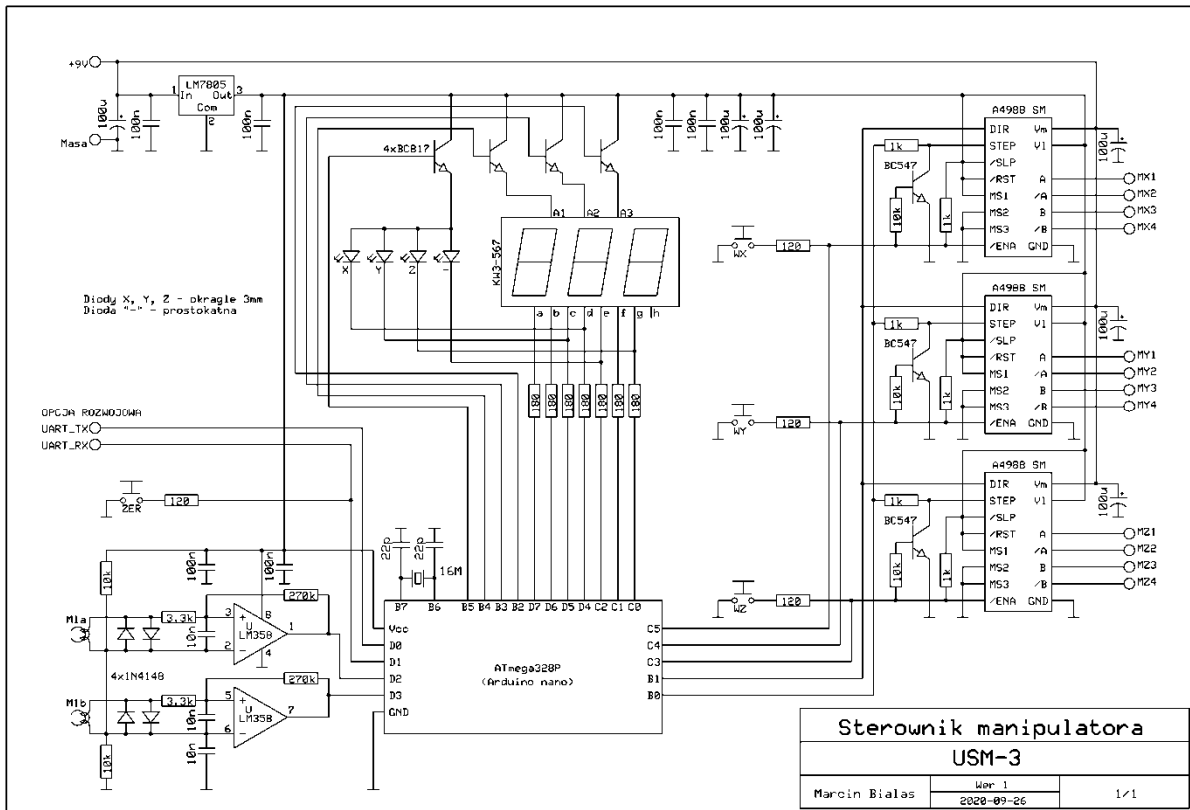
4.11.3. Sterownik manipulatorów

Sterownik do manipulatorów (rys. 61) jest uniwersalnym urządzeniem, służącym do ręcznej kontroli położenia trzech silników krokowych. W jednej chwili można sterować jednym napędem, wybranym przez wciśnięcie przycisku X, Y lub Z. Diody w przyciskach sygnalizują, który z nich jest aktywny. Do zadawania położenia służy gałka, a do odczytu aktualnej pozycji – licznik z wyświetlaczem LED. Maksymalny zakres kontrolowanego ruchu wynika z pojemności licznika i wynosi $\pm 499,5$ kroku (± 999 zliczanych półkroków). Przycisk „0” pozwala wyzerować licznik wybranego napędu w dowolnym momencie.



Rys. 61. Sterownik do manipulatorów.

Pracą wszystkich podzespołów steruje mikrokontroler ATmega 328P, a obwodami wyjściowymi są trzy moduły ze scalonymi sterownikami silników krokowych A4988. Schemat ideowy sterownika przedstawiono na rys. 62.



Rys. 62. Schemat ideowy sterownika do manipulatorów.

W urządzeniu zastosowano kilka rozwiązań nietypowych. Rolę enkodera kwadraturowego, służącego do zadawania położenia, pełni niewielki, bipolarny silnik krokowy M35SP-11NK. Jego uzwojenia oznaczono jako M1a oraz M1b. Sinusoidalne napięcia, indukowane w nich podczas obracania wirnika, są przesunięte w fazie o 90° . Komparatory z histerezą, zrealizowane na wzmacniaczu LM358, zamieniają je na sygnały prostokątne, łatwe do sprzężenia z mikrokontrolerem. Zastosowanie takiego rozwiązania zamiast typowego, mechanicznego enkodera, było podyktowane praktycznie nieograniczoną żywotnością elementów silnika, a także brakiem problemów związanych z drgającymi lub „trzeszczącymi” stykami.

Kolejne nietypowe rozwiązanie układowe było podyktowane ograniczoną ilością wejść/wyjść mikrokontrolera, mniejszą o 4 w stosunku do zapotrzebowania. Naturalnym byłoby w takim przypadku zastosowanie innego mikrokontrolera lub stosownego ekspandera, lecz w związku z ogólnoswiatowymi trudnościami z dostępem do takich elementów, jakie miały miejsce akurat w czasie projektowania sterownika, problem rozwiązano inaczej. Skorzystano z faktu, że przyciski mogą bez kolizji współdzielić połączenia z niektórymi, innymi funkcjami. Tak oto, przycisk „0” jest podłączony do tego samego wyprowadzenia,

co sygnał „UART_RX” (D1). Sygnał ten, razem z „UART_TX” mogą służyć do dwukierunkowej komunikacji sterownika z komputerem, zadającym kolejne położenia napędów w sposób automatyczny. Przyciski na panelu sterownika nie są potrzebne w czasie takiej pracy, więc nie powinny prowadzić do konfliktu. W razie przypadkowego naciśnięcia „0”, dzięki rezystorowi $120\ \Omega$ połączonemu szeregowo z tym przyciskiem, nie powinno nawet dojść do zakłócenia komunikacji.

Nieco bardziej złożona jest obsługa przycisków X, Y i Z, podłączonych do linii aktywujących poszczególne sterowniki. W tym przypadku wykorzystano fakt, że po aktywacji danego kanału, kolejne wciśnięcia odpowiadającego mu klawisza nie muszą już być rejestrowane. W związku z tym, gdy dany kanał nie ma być aktywny, odpowiadające mu wyprowadzenie (C3 – C5) jest wejściem podciągniętym do Vcc. Powoduje to dezaktywację sterownika (stan wysoki na wejściu /ENA) oraz zablokowanie jego wejścia STEP przez dodatkowy tranzystor. Blokada ta była konieczna, gdyż sygnał STEP jest wspólny dla wszystkich sterowników, a wejście /ENA odłącza jedynie sterowanie wyjściami układu. Impulsy na wejściu STEP mogłyby zatem zmieniać stan wewnętrznego licznika kroków i przyczyniać się do powstawania różnicy między rzeczywistą pozycją napędu a tą prezentowaną na wyświetlaczu.

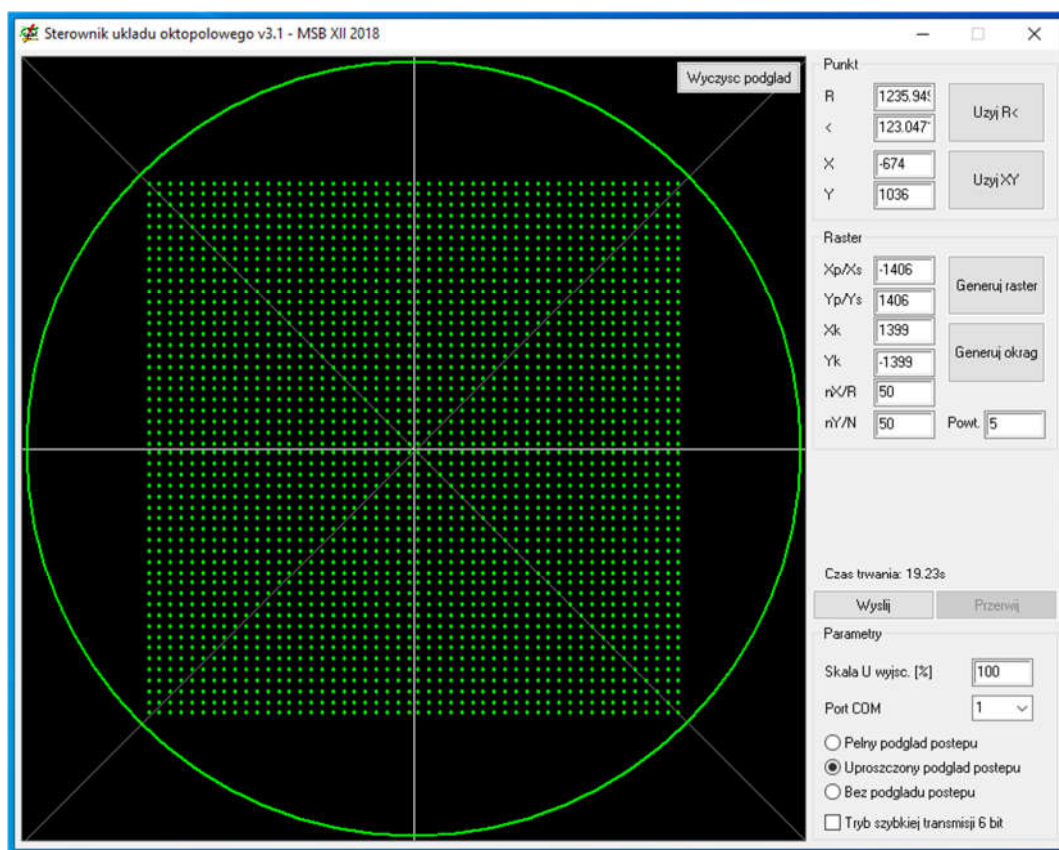
Gdy na którymś z wejść zostanie wykryty stan niski (wciśnięcie klawisza), mikrokontroler przekonfiguruje dane wyprowadzenie na wyjście w tym właśnie stanie, podtrzymując go. Kolejne wciśnięcia przycisku niczego już nie zmieniają, bo dany sterownik jest już aktywny. Wyprowadzenie zmienia stan na podciągnięte wejście po upływie 500 ms od ostatniego ruchu enkodera, dezaktywując sterownik i ograniczając grzanie się silnika. Jest to bardzo istotne, gdy silnik pracuje w próżni i nie może być skutecznie chłodzony. Ponowna aktywacja sterownika następuje natychmiast po wykryciu ruchu enkodera.

5. Oprogramowanie

W tym rozdziale zawarto opisy wybranych programów, napisanych w trakcie realizacji niniejszej pracy doktorskiej. Pominięto w nim oprogramowanie wbudowane, tj. wykonywane przez mikrokontrolery w urządzeniach elektronicznych. Skupiono się wyłącznie na programach przeznaczonych do użytku na komputerze osobistym, służących do sterowania skonstruowanymi urządzeniami, oraz do zbierania, przetwarzania i analizowania danych uzyskanych z przeprowadzonych doświadczeń.

5.1. Sterownik Układu Oktopolowego v3.1 (SUO)

Program „SUO” współpracuje ze sprzętowym sterownikiem, zbudowanym w ramach pracy magisterskiej a następnie zmodernizowanym. Umożliwia charakteryzację i testowanie oktopolowego deflektora, a przy współpracy z dodatkowym układem detekcji i jego oprogramowaniem, pozwala uzyskiwać obrazy mikroskopowe w trybie skaningowym. Wygląd interfejsu programu pokazano na rys. 63.



Rys. 63. Okno podstawowego programu do obsługi sterownika układu oktopolowego.

Największą część interfejsu użytkownika zajmuje graficzny podgląd obszaru roboczego, zaznaczonego zielonym okręgiem. Jest to przekrój poprzeczny stożka, w którym zawierają się wszystkie możliwe do uzyskania kierunki odchylenia wiązki elektronowej. Dostępne są dwa sposoby sterowania odchyleniem wiązki: statyczny oraz dynamiczny. O kierunku statycznego odchylenia decyduje użytkownik, a może zrobić to na dwa sposoby:

- wpisując współrzędne biegunowe (pola R , \angle) lub kartezjańskie (pola X , Y)żądanego punktu;
- klikając myszą na podglądzie – współrzędne miejsca kliknięcia zostają wówczas wpisane automatycznie.

W obu przypadkach, wysłanie nastaw następuje po kliknięciu przycisku „Wyślij”. Ten tryb pracy przewidziany jest do precyzyjnych, ręcznych pomiarów liniowości układu oktopolowego, na stanowisku pozwalającym mierzyć rzeczywiste położenie plamki przed i po odchyleniu.

Praca dynamiczna, polegająca na przemieszczaniu wiązki prostokątnego obszaru linia po linii lub na zakreślaniu wiązki okręgów, może służyć do skanowania obiektów lub wizualnej oceny liniowości. W pierwszym przypadku, parametrami zadawanymi przez użytkownika są:

- współrzędne przeciwległych rogów skanowanego obszaru (pola X_s , Y_s , X_k , Y_k), które można wpisać ręcznie lub wybrać myszą;
- ilość punktów, na jaką dzielony jest ruch wzdłuż osi X i Y (n_X , n_Y).

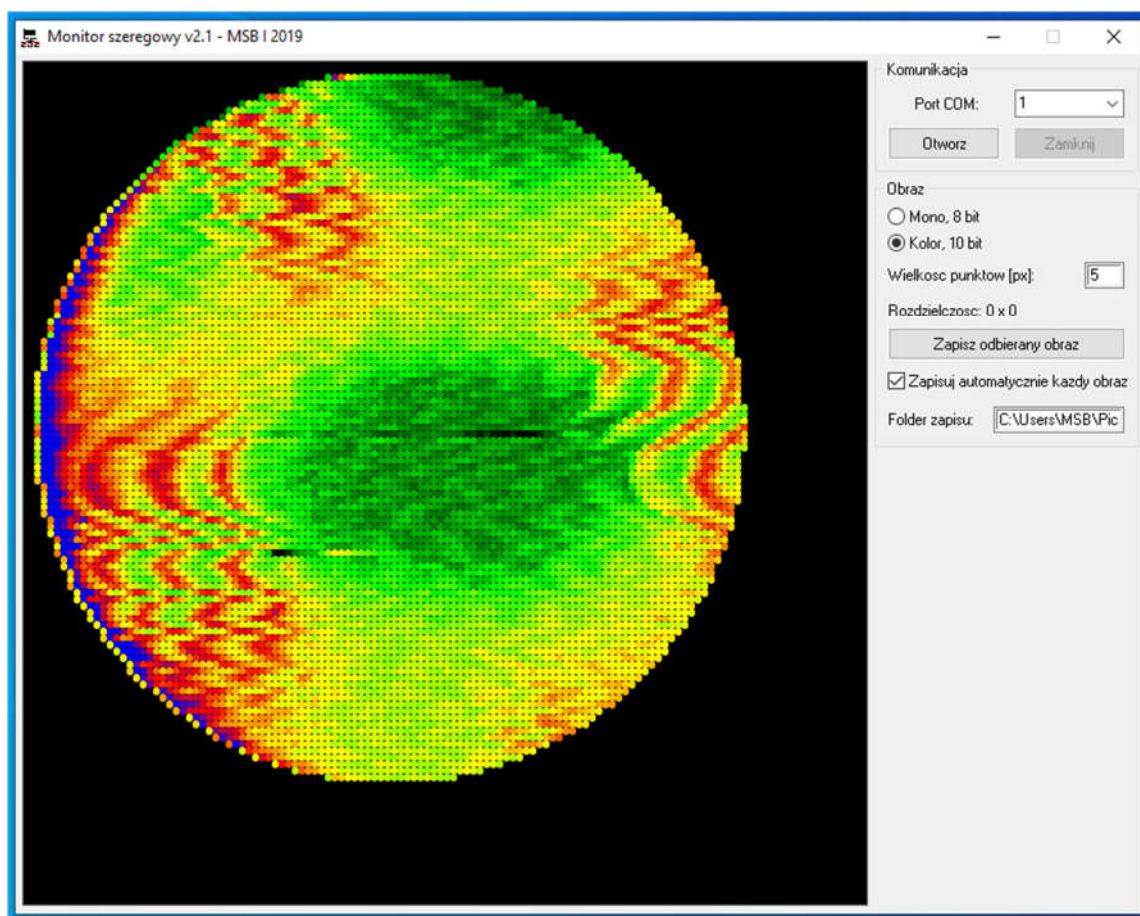
Przy prowadzeniu wiązki po okręgu, zadawanymi parametrami są:

- współrzędne środka okręgu (X_s , Y_s);
- promień okręgu R oraz ilość punktów na okręgu N .

Ponadto, przy pracy dynamicznej można zadać ilość powtórzeń całego cyklu skanowania, wpisując żadaną ilość cykli w pole „Powt.”. Program oblicza szacowany czas trwania zadanej liczby cykli, a ich uruchomienie następuje po kliknięciu klawisza „Wyślij”. Szybkości skanowania wynoszą odpowiednio 1080 pkt/s (punktów na sekundę) przy transmisji 6 bitowej, oraz 650 pkt/s przy transmisji 12 bitowej. Obserwacja kształtu okręgu, lub układu plamek kreślonego na ekranie przez wiązkę elektronową, pozwala łatwo dostrzec wszelkie nieliniowości.

5.2. Monitor Szeregowy v2.1 (MS)

Sterownik układu oktopolowego, w trybie skanowania liniowego (rastrowego) nie tylko generuje sygnały sterujące oktopolem. Wytwarzany jest także zestaw 3 sygnałów synchronizacyjnych: „start ramki”, „start linii” oraz „ustawiono punkt”. Pozwalają one na zbudowanie prostej przystawki, mierzącej prąd elektronowy w każdym punkcie, w który celowała wiązka. Wyniki pomiarów z takiej przystawki, zbudowanej w oparciu o mikrokontroler ATmega8, mogą być odbierane i prezentowane w formie graficznej przez program „Monitor Szeregowy”. Jego interfejs przedstawiono na rys. 64.



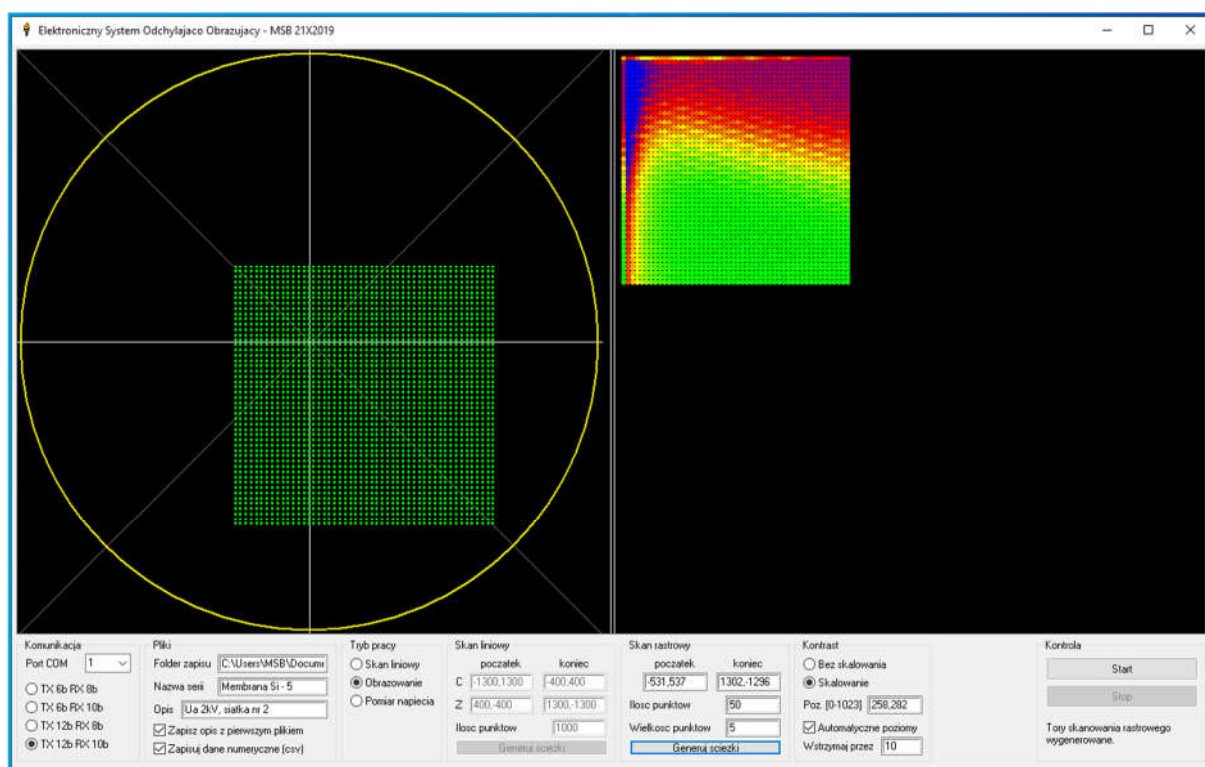
Rys. 64. Okno programu "Monitor Szeregowy" do rejestrowanie obrazów skaningowych.

Program oferuje podstawowy wybór sposobu prezentacji wyników: albo w formie obrazu monochromatycznego o ośmiobitowej skali szarości, albo w formie obrazu barwnego („mapy cieplnej”) o dziesięciobitowej skali kolorów. Rozdzielczość wyświetlanego obrazu wynika z zadanej liczby punktów nX , nY w programie „Sterownik Układu Oktopolowego” i jest określana automatycznie po wygenerowaniu całej ramki obrazu. Odebrane ramki można zapisywać na dysku jako pliki graficzne *.bmp.

Przy użyciu tego programu uzyskano pierwsze obrazy z mikroskopu skaningowego MEMS. System był jednak dość nieporęczny: wymagał wykorzystania dużej ilości sprzętu połączonego licznymi przewodami. Z powodu tych niedogodności, w krótkim czasie zmodyfikowano oprogramowanie układowe sterownika układu oktopolowego oraz napisano do niego nowe oprogramowanie na PC – „Elektroniczny System Odchylająco – Obrazujący”, w skrócie: ESOO.

5.3. Elektroniczny System Odchylająco – Obrazujący (ESOO)

Jest to rozbudowany program, łączący w sobie funkcje programów SUO oraz MS, a także pozwalający na wykonywanie dodatkowych pomiarów, przydatnych przy uruchamianiu systemów detekcyjnych. Współpracuje on ze sprzętowym sterownikiem, zbudowanym w ramach pracy magisterskiej a następnie rozbudowanym. Interfejs programu pokazano na rys. 65.



Rys. 65. Okno programu ESOO – wielofunkcyjnego programu do testowania miniaturowego mikroskopu SEM.

Cała górna część okna jest graficznym obszarem podglądu. Lewa część służy do kontroli zadanych parametrów podobnie jak w SUO, natomiast prawa część służy do prezentowania wyników w formie obrazów, wykresów lub liczb – zależnie od wybranego trybu pracy. Dostępne są trzy tryby: skanowanie liniowe, skanowanie rastrowe oraz odczyt napięcia na wejściu analogowym układu detekcji.

Odczyty napięcia na wejściu analogowym są odświeżane około 10 razy na sekundę. Są przydatne podczas kalibracji układu, zwłaszcza przy doborze nastaw toru analogowego (MIA-2). Dzięki nim można łatwo sprawdzić, czy układy nie wchodzą w nasycenie, a więc czy dobrano właściwy zakres pomiarowy.

Skanowanie liniowe polega na przesuwaniu wiązki elektronowej wzdłuż dwóch dowolnie wybranych odcinków, oraz prezentacji odczytów z detektora w formie wykresu napięcia w funkcji położenia na danym odcinku. Punkty początkowe i końcowe odcinków można wskazywać myszą lub podać w formie cyfrowej. Ten tryb pracy jest bardzo przydatny do badania jakości wiązek elektronowych, gdyż pozwala wykreślać ich wybrane przekroje. Może być także stosowany do szybkiej lokalizacji interesujących punktów na próbce – nawet wysokorozdzielcze skany liniowe dają wyniki znacznie szybciej, niż skany rastrowe.

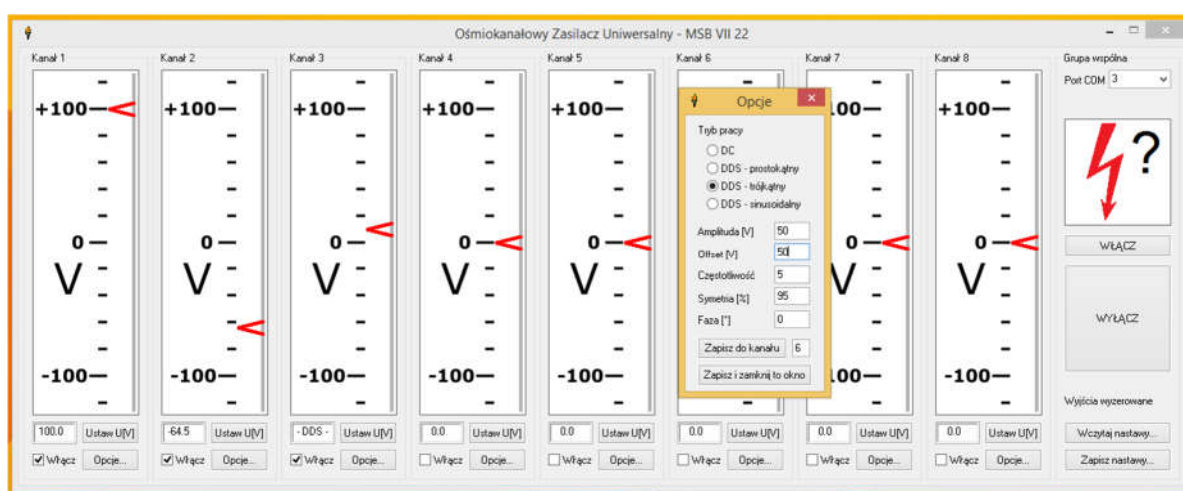
Skanowanie rastrowe działa tak samo, jak przy współpracy programów SUO i MS, jednak nie wymaga stosowania osobnych systemów do sterowania wiązką elektronową i do pomiaru prądów elektronowych. Oprócz sprzętowego Sterownika Układu Oktopolowego potrzebny jest wyłącznie odpowiedni detektor prądu z przedwzmacniaczem. System odchyła wiązkę kolejno w każdy punkt rastru, mierzy prąd elektronowy i przedstawia go na ekranie w postaci mapy cieplnej.

Nowością w tej wersji programu jest możliwość regulacji kontrastu obrazu, która polega na skalowaniu faktycznego zakresu napięć z detektora (na przykład 2,3 – 2,9 V) do pełnego zakresu mapy cieplnej (0,0 – 5,0 V). Regulacja może działać w trybie ręcznym, kiedy zakres skalowania podany jest na stałe, lub automatycznym, kiedy zakres dobierany jest na podstawie każdej zakończonej ramki obrazu. Ponadto, w trybie automatycznym możliwe jest ignorowanie zadanej liczby punktów na początku każdej linii. Pozwala to odczulić układ regulacji automatycznej na przekłamania, jakie czasem występują na początkach linii, a są spowodowane np. sprzężeniem pojemnościowym między oktopolem i elektrodą detekcyjną. Regulacja kontrastu działa zarówno w trybie skanowania rastrowego, pozwalając na uzyskanie najbardziej czytelnego obrazu, jak i w trybie skanowania liniowego, gdzie pełni rolę automatycznego skalowania wykresu w pionie.

Uzyskane wykresy lub obrazy są zapisywane jako pliki *.bmp. Ponadto, wszelkie dane pomiarowe oraz ewentualne notatki są zapisywane w plikach *.csv, co pozwala na wygodną, dalszą ich analizę lub obróbkę.

5.4. Ośmiokanałowy Zasilacz Uniwersalny (OZU)

Sterownik Układu Oktopolowego jest przede wszystkim sterowanym cyfrowo, ośmiokanałowym zasilaczem o zakresie regulacji wynoszącym ponad ± 110 V. Może więc być wykorzystywany także do innych celów niż zasilanie deflektora elektrostatycznego. Program OZU pozwala go wykorzystać w roli wielokanałowego zasilacza prądu stałego lub wysokonapięciowego generatora DDS. Zwłaszcza w roli generatora, zasilacz taki jest bardzo przydatny przy sprawdzaniu układów elektrooptycznych – pozwala np. łatwo sprawdzić zakres regulacji ostrości skupiania wiązki elektronowej. Okno programu sterującego przedstawiono na rys. 66.



Rys. 66. Okno programu OZU, pozwalającego wykorzystać sterownik układu oktopolowego w roli zasilacza i generatora.

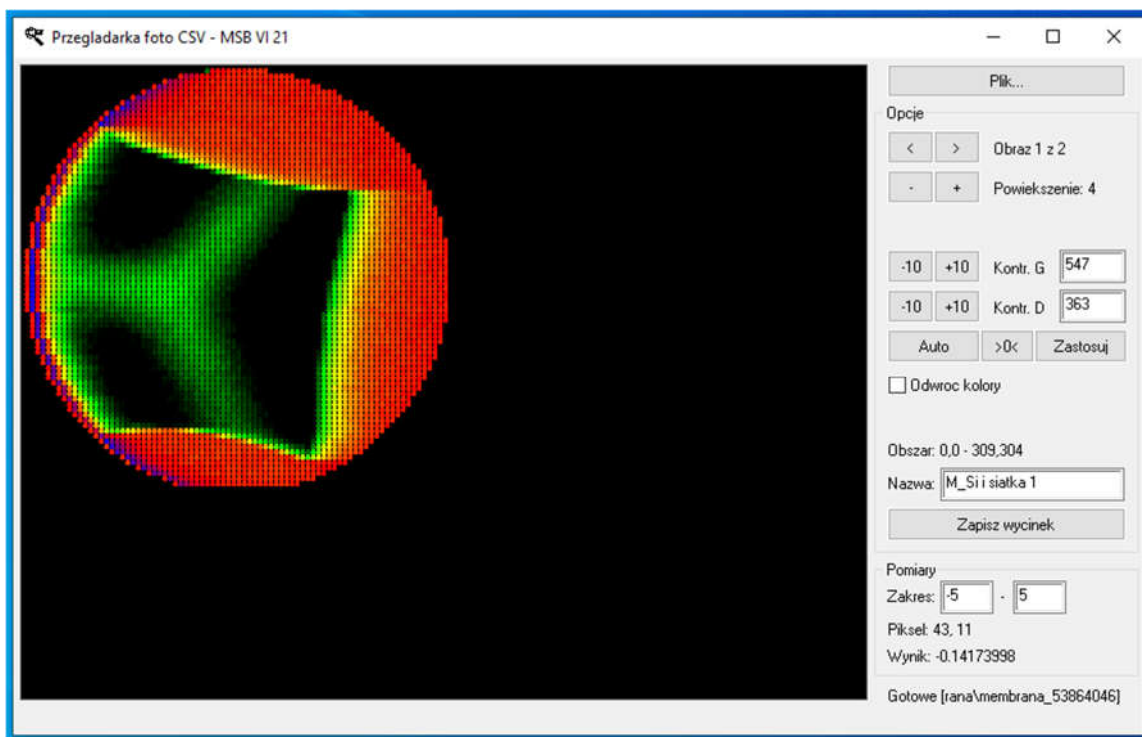
Wszystkie kanały pracują domyślnie w trybie stałoprądowym (DC), w którym zadane napięcie można ustawiać w dwojaki sposób: przesuwając wskaźnik myszą lub wpisując żadaną nastawę w polu pod wskaźnikiem i zatwierdzając ją przyciskiem „Ustaw U[V]”. Pozostałe tryby pracy są dostępne w menu wywoływanym przyciskiem „Opcje...”. Można tam aktywować tryb DDS, w którym dany kanał zachowuje się jak generator funkcji. Do wyboru są trzy kształty przebiegów: prostokątny, trójkątny i sinusoidalny. Ze względu na fakt, że częstotliwość pracy generatora jest zależna od szybkości obiegu pętli głównej programu, a ta może być inna na różnych komputerach, nastawa częstotliwości jest jedyną wielkością niewyskalowaną w żadnych jednostkach. Nastawy zasilacza można zapisywać i wczytywać z plików z rozszerzeniem *.ozu.

Każdy z kanałów ma osobny włącznik (pole wyboru „Włącz”). Jest on nadrzędny względem nastaw. Wszystkie kanały mają wspólny włącznik główny w postaci dwóch

przycisków przy prawym brzegu okna. Stan pracy zasilacza jest sygnalizowany przez graficzny symbol nad włącznikiem. Ten widoczny na Rys. 66 oznacza brak połączenia z urządzeniem, a więc nieznaną stan jego wyjść.

5.5. Przeglądarka foto CSV (PCSV)

Program ten służy do przeglądania, obróbki oraz analizy obrazów rastrowych uzyskanych przy pomocy programu ESOO i zapisanych w formacie CSV. Okno tego programu przedstawiono na rys. 67.



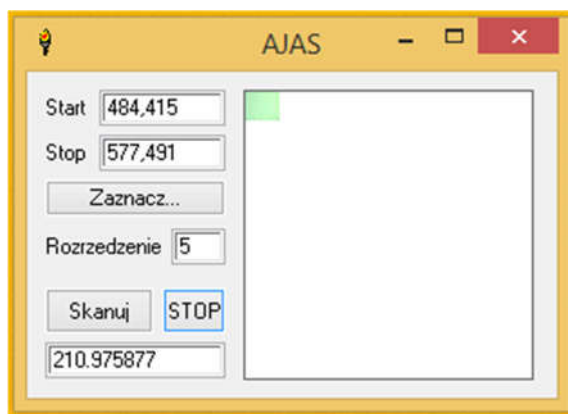
Rys. 67. Okno przeglądarki obrazów CSV.

W pojedynczym pliku *.csv zapisanych jest tyle obrazów, ile uzyskano w danej serii pomiarowej (tj. od chwili naciśnięcia przycisku Start, do chwili naciśnięcia Stop w programie ESOO). Po wczytaniu takiego pliku do przeglądarki, pokazuje ona ile obrazów można obejrzeć oraz pozwala na ich przełączanie oraz powiększanie. Dane w plikach *.csv są danymi surowymi, niepoddanymi żadnym korekcjom, toteż dla uzyskania czytelnych obrazów niezbędna bywa regulacja kontrastu. Podobnie jak w ESOO, krańce zakresu faktycznego można podać ręcznie lub zdać się na dopasowanie automatyczne. W celu wydobywania najdrobniejszych szczegółów obrazu, można posłużyć się przyciskami „-10” i „+10”. Przyciski te powodują przesuwanie danej granicy zakresu o 10 jednostek maszynowych, co jest wygodniejsze niż każdorazowe wpisywanie nastaw ręcznie

i ich zatwierdzenie. Jeżeli zachodzi potrzeba odwrócenia skali barwnej, program również pozwala wykonać taką operację. Gotowy obraz lub jego fragment zaznaczony myszą można zapisać jako plik *.bmp. Jeżeli znane są nastawy przedwzmacniacza użytego przy pomiarze, można je wpisać w pola „Zakres”. Wówczas, wskazywanie myszą poszczególnych pikseli obrazu, powoduje wyświetlanie odpowiadających im parametrów elektrycznych. Przykładowo, jeżeli zakres pomiarowy wynosił ± 5 nA (wartości widoczne na Rys. 67), to w punkcie (43, 11) detektor zarejestrował przepływ prądu o natężeniu -0,14 nA.

5.6. Analizator Jaskrawości (AJAS)

Jest to prosty program, służący do pomiaru średniej jaskrawości dowolnego fragmentu obrazu wyświetlanego na ekranie komputera. Pozwala wykorzystać dowolną kamerę lub cyfrowy aparat fotograficzny do pomiarów jaskrawości różnych obiektów, np. ekranu oświetlonego wiązką rentgenowską. Minimalistyczny interfejs programu przedstawiono na rys. 68.

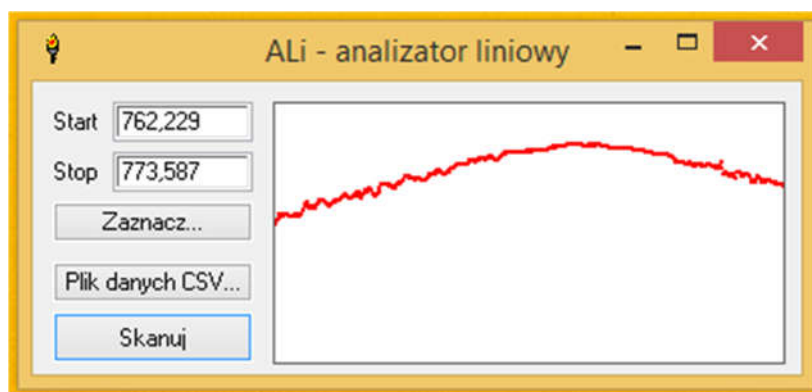


Rys. 68. Okno programu AJAS – analizatora jaskrawości obrazu.

Pola tekstowe „Start” oraz „Stop” służą do wprowadzenia współrzędnych przeciwległych narożników badanego, prostokątnego obszaru. Można je wpisać ręcznie lub skorzystać z funkcji „Zaznacz...”, która pozwala na wskazanie żądanych miejsc przy użyciu myszy. Program rozpoczyna pracę po kliknięciu na przycisk „Skanuj” – analizuje wskazany obszar, przerysowując go przy okazji do obszaru podglądu po prawej stronie. Po zakończeniu analizy, wynik podawany jest w polu tekstowym na samym dole okna. „0” oznacza obraz jednolicie czarny, natomiast „255” – jednolicie biały. Przy analizie dużych obszarów można zadać dodatkowy parametr „Rozrzedzenie”. Określa on, co który piksel obrazu ma być brany pod uwagę przy obliczaniu średniej jaskrawości. Przyspiesza to pracę, nie wprowadzając jednocześnie dużego błędu pomiarowego (pod warunkiem, że na obrazie nie ma żadnych regularnych wzorów).

5.7. Analizator Liniowy (ALi)

Podobnie jak AJAS, program ten służy do analizy jaskrawości obrazów rastrowych wyświetlanych na ekranie komputera. Jego działanie polega na pomiarach jaskrawości wzdłuż zadanej prostej, a wynikiem jest wykres w obszarze podglądu oraz plik csv z wynikami. Okno programu przedstawiono na rys. 69.



Rys. 69. Okno programu Ali – liniowego analizatora jaskrawości obrazu.

Współrzędne początku i końca analizowanego odcinka można podać w polach tekstowych „Start” i „Stop” lub wskazać je myszą po kliknięciu na przycisk „Zaznacz...”. Przycisk „Plik danych CSV...” otwiera okno, pozwalające na wybór pliku do zapisu uzyskanych wyników – jaskrawości pikseli w funkcji ich kolejnych numerów. Program rozpoczyna pracę od razu po naciśnięciu na przycisk „Skanuj”. Wykres w prawej części okna pełni rolę podglądu oraz paska postępu – pokazuje jaskrawość w funkcji położenia na wskazanej do skanowania linii i jest zawsze znormalizowany do wymiarów obszaru rysowania.

5.8. Specjalizowany Kompilator Tekstowy (SKOT)

SKOT to prosty program wspomagający obróbkę danych z pomiarów. Służy do łączenia wielu plików w jeden, np. w celu wykreślenia wielu krzywych na jednym wykresie. Choć przewidziany jest przede wszystkim do pracy z plikami *.mca, zapisywanymi przez oprogramowanie spektrometru rentgenowskiego firmy Ketek, obsługuje wszystkie rodzaje plików tekstowych z dowolnie długim nagłówkiem, oddzielonym od danych pustym wierszem. Okno programu przedstawiono na rys. 70.



Rys. 70. Okno programu SKOT – kompilatora tekstowego do scalania plików danych pomiarowych.

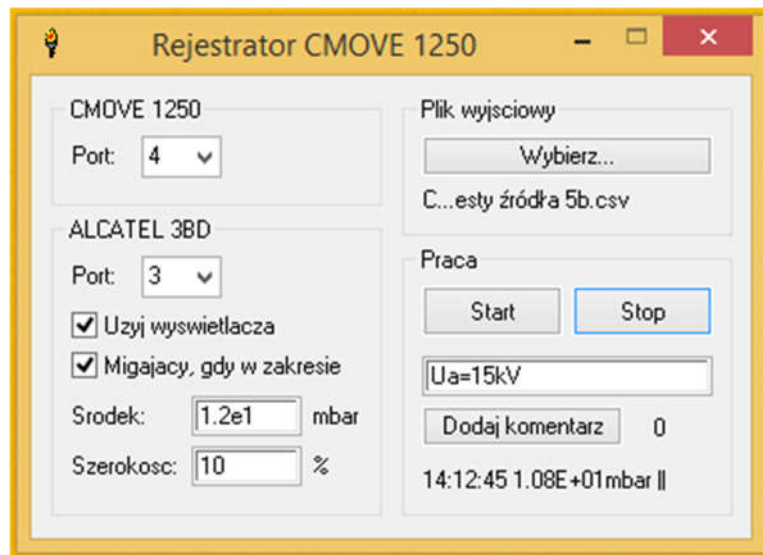
Pliki do sklejenia wybiera się po kliknięciu na przycisk „Dodaj plik...”. Ze względu na wstępną obróbkę plików (analizę i przycinanie nagłówka) prowadzoną w przydzielonej z góry pamięci operacyjnej, ilość plików do wczytania jest ograniczona. Ograniczenie można jednak dostosować do własnych potrzeb, edytując plik konfiguracyjny programu.

Przycisk „Plik wynikowy...” otwiera okno Eksploratora Windows, pozwalające na określenie miejsca zapisu wyniku pracy programu. Wybrana ścieżka jest wyświetlana obok przycisku. Formatem pliku wyjściowego jest csv.

Uruchomienie programu następuje po kliknięciu na przycisk „Kompiluj”. Dzięki wstępnej obróbce, wykonywanej już przy wybieraniu plików, wynik pracy programu dostępny niemal od razu po kliknięciu.

5.9. Rejestrator ciśnienia (CMOVE)

Niniejszy program współpracuje z regulatorem ciśnienia Oerlikon CMOVE 1250 i umożliwia rejestrowanie ciśnienia w czasie (w postaci pliku csv) oraz dodawanie komentarzy w wybranych momentach. Ponadto, program może wyświetlać aktualne ciśnienie na dużej i czytelnej tablicy LED Alcatel 3BD19141AB, ułatwiając jego podgląd w czasie pracy z aparaturą. Okno programu przedstawiono na rys. 71.



Rys. 71. Okno programu do rejestracji i wyświetlania ciśnienia.

Dodatkową funkcjonalnością przy pracy z zewnętrznym wyświetlaczem jest możliwość sygnalizowania osiągnięcia zadanego ciśnienia. Jeżeli pole „Migający, gdy w zakresie” jest zaznaczone, to tekst na tablicy zaczyna migać, gdy ciśnienie osiągnie zadany przedział wartości. Przydatne zwłaszcza w trakcie odpompowywania komory próżniowej, które jest czasochłonnym procesem wymagającym działania operatora dopiero po osiągnięciu odpowiedniego ciśnienia.

W celu ułatwienia rozpoznania konkretnego zdarzenia w zapisanym pliku CSV, w czasie rejestrowania danych można dodawać do nich komentarze. Ze względu na dużą ilość wierszy, jakie zawierają wynikowe pliki z danymi (aktualne ciśnienie jest odczytywane z regulatora i zapisywane w pliku co sekundę), program zapisuje również plik tekstowy, zawierający wszystkie dodane komentarze wraz z informacjami o czasie ich dodania. Informacje te pozwalają szybko znaleźć wiersz z danym komentarzem w pliku CSV, natomiast sam komentarz powinien jednoznacznie określać jakie zdarzenie zostało w tym miejscu zarejestrowane i czego dotyczą kolejne wyniki.

6. Badania własne

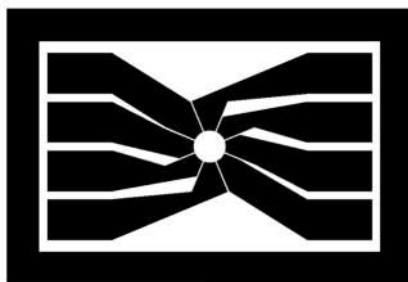
W tej części rozprawy przedstawione zostały opisy badań urządzeń mikrosystemowych, przeprowadzonych m. in. przy użyciu opisanych wcześniej, skonstruowanych urządzeń i układów, oraz opisanego powyżej oprogramowania. Celem badań było zarówno sprawdzenie działania własnych konstrukcji elektronicznych podczas pracy z rzeczywistymi mikrosystemami, jak i charakteryzacja oraz usprawnienie działania tych mikrosystemów lub ich części.

6.1. Mikroskop elektronowy MEMS

W tym rozdziale zebrano opisy prac własnych nad miniaturowym mikroskopem skaningowym MEMS, realizowanych w ramach projektu Narodowego Centrum Nauki o numerze UMO-2016/21/B/ST7/02216. Projekt był realizowany przez większy zespół, w którego skład wchodził prof. Anna Górecka-Drzazga, dr. Michał Krysztof i dr hab. Tomasz Grzebyk. W rozdziale skupiono się głównie nad opisem eksperymentów, w których wkład autora był znaczący. Przedstawiono sposób prowadzenia badań związanych z konstrukcją i działaniem poszczególnych fragmentów mikroskopu oraz zaprezentowano uzyskane wyniki. W ramach podsumowania przedstawiono obraz uzyskany dzięki samodzielnej (nie licząc systemu próżniowego) strukturze miniaturowego mikroskopu, złożonej z wcześniej scharakteryzowanych zespołów. Wyniki przedstawionych w tym rozdziale prac opublikowano w formie trzech artykułów [54, 55, 56] oraz czterech referatów konferencyjnych [57, 58, 59, 60].

6.1.1. Przygotowanie oktopolowego układu odchylającego i jego test

Celem tego etapu prac było wykonanie miniaturowego, oktopolowego układu odchylającego, oraz wstępne sprawdzenie jego działania. Konstruowany układ miał być jedną z części większej struktury krzemowo-szklanej, zatem on również musiał być wykonany z takich materiałów. Projekt uwzględniał także konieczność zapewnienia szczelności, stąd krzemowa ramka otaczająca wszystkie elektrody (rys. 72). Sygnały elektryczne byłyby w gotowej konstrukcji doprowadzone do elektrod przez otwory w szklanym podłożu, zaślepione przez same elektrody.



Rys. 72. Projekt elektrod oktopolu w wersji MEMS.

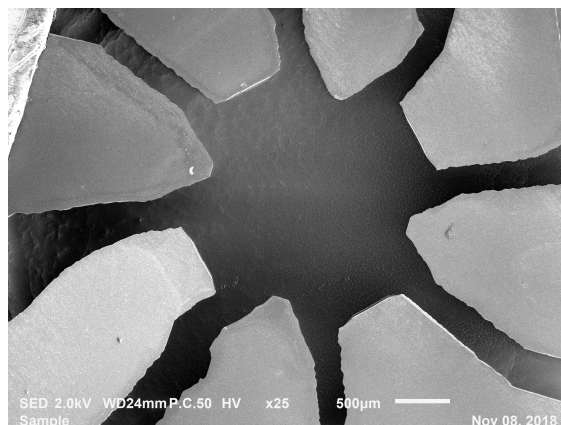
Wykonanie elementu było kilkietapowym procesem. Początkowo, podłoża krzemowe oraz szklane były obrabiane oddzielnie. Płytkę krzemową, po wykonaniu na niej maski techniką fotolitografii, poddano trawieniu w roztworze wodorotlenku potasu (KOH). Nie dopuszczono przy tym, by w odsłoniętych miejscach została wytrawiona cała grubość materiału, gdyż spowodowałoby to rozpad struktury na poszczególne elektrody.

Podłoże szklane oklejono maską samoprzylepną, wyciętą przy pomocy plotera laserowego, po czym poddano trawieniu w kwasie fluorowodorowym (HF). Uzyskano w ten sposób przelotowy otwór. Takie, gotowe podłoże, połączono z płytką krzemową techniką bondingu anodowego. Dopiero po tym procesie usunięto mostki techniczne, kończąc tym samym formowanie elektrod odizolowanych od siebie elektrycznie. Gotowy zespół odchylający przedstawiono na rys. 73.



Rys. 73. Wykonany, krzemowo-szklany oktopol.

Ze względu na anizotropię procesu mokrego trawienia krzemu monokrystalicznego, wynikowy kształt elektrod nigdy nie jest idealnym odwzorowaniem maski o dowolnym kształcie. Dobre odwzorowanie można uzyskać stosując proces suchego trawienia jonowego (DRIE), który wymaga użycia specjalistycznej aparatury niedostępnej w laboratorium. Oktopol wykonany w procesie trawienia mokrego, w powiększeniu, przedstawiono na rys. 74.

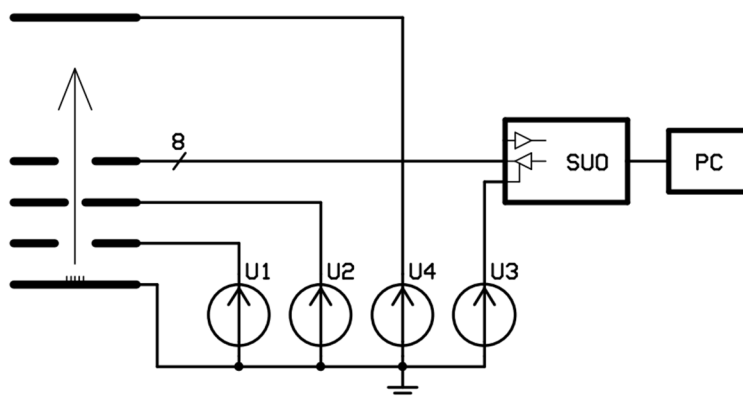


Rys. 74. Obraz SEM elektrod wykonanego oktopolu.

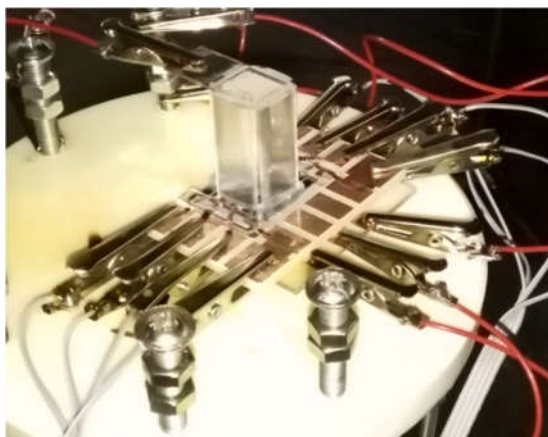
Tak wykonany oktopol poddano podstawowym testom - kontroli liniowości oraz czułości. W tym celu zestawiono układ pomiarowy, zawierający:

- działo elektronowe, złożone z emitera polowego i soczewki unipotencjalnej. Elementy te zostały wykonane w laboratorium i uruchomione wcześniej;
- badany oktopol podłączony do SUO;
- ekran w postaci szkła pokrytego przewodzącą warstwą tlenku indowo-cynowego (ITO) oraz luminoforu ZnS:Ag. Warstwę proszkowego luminoforu naniesiono na szkło z zawiesiny w alkoholu izopropylowym;
- szklany element dystansowy o długości 20 mm, umieszczony pomiędzy oktopolem i ekranem;
- kamerę, służącą do obserwacji plamki na ekranie.

Schemat zestawionego układu przedstawiono na rys. 75, natomiast jego zdjęcie na rys. 76.



Rys. 75. Schemat układu pomiarowego do wstępnej charakteryzacji oktopolu – zawiera działo elektronowe i ekran do obserwacji ruchu plamki.



Rys. 76. Oktopol gotowy do testów. Widoczny jest szklany element dystansowy z ekranem scyntylacyjnym na górze, a także płytki szklano epoksydowa (na dole) z zamocowanym oktopolem i źródłem elektronów.

Po dobraniu napięć, przy których obserwowana plamka była najmniejsza, uruchomiono układ odchylający. Zadano ruch plamki po okręgu o promieniu pola roboczego układu, aby wiązka była odchylana kolejno w każdym kierunku o największy możliwy kąt. Ruch rzeczywisty był analizowany przy pomocy programu „*Theremino Particle Detector*” [49]. Program ten jest przeznaczony do rejestrowania cząstek α z wykorzystaniem dowolnej kamery CCD, a jego zasada działania polega w uproszczeniu na „sklejaniu” kolejnych klatek filmu w jeden obraz. Uzyskany efekt przypomina więc zdjęcie zrobione przy dowolnie długim czasie naświetlania. Istotną różnicą jest tu osobna analiza każdego obrazu cząstkowego i wybieranie z niego wyłącznie fragmentów o odpowiednio wysokiej jaskrawości. Dzięki temu, tło obrazu jest jednolicie czarne nawet po długim czasie rejestracji przy braku całkowitej ciemności. „Zdjęcie”, będące wynikiem doświadczenia, pokazano na rys. 77. Dodano do niego okrąg dla ułatwienia oceny liniowości.



Rys. 77. Złożenie wielu zdjęć, ilustrujące ruch plamki po ekranie. Czerwony okrąg o średnicy 4,0 mm dodano dla ułatwienia oceny odwzorowania.

Wynik można uznać za zadowalający – oktopol o kształcie dalekim od idealnego okręgu działa liniowo. Jedyнным widocznym zniekształceniem jest nieznacznie mniejszy wymiar pionowy niż poziomy okręgu, co bardzo łatwo skorygować przez zwiększenie wzmocnienia w torze odchylenia pionowego o 8%. Średnica okręgu kreślonego przez plamkę wyniosła 3,8 mm, co przekłada się na odchylenia wiązki o kąt $5,5^\circ$. Daje to czułość układu równą $0,043^\circ/\text{V}$ przy energii elektronów wynoszącej 4 keV.

Niestety, wykorzystany w eksperymencie emiter polowy wykazał się niestabilnością emisji w dłuższym czasie a także nieregularnym przekrojem emitowanej wiązki. Postanowiono zastąpić go, na czas kolejnych testów poszczególnych fragmentów mikroskopu MEMS, działem elektronowym mikroskopu elektronowego Jeol JSM-IT100. Zmiana ta pozwoli badać właściwości zespołów przy wykorzystaniu dobrze zdefiniowanej, skupionej i stabilnej w czasie wiązki elektronów.

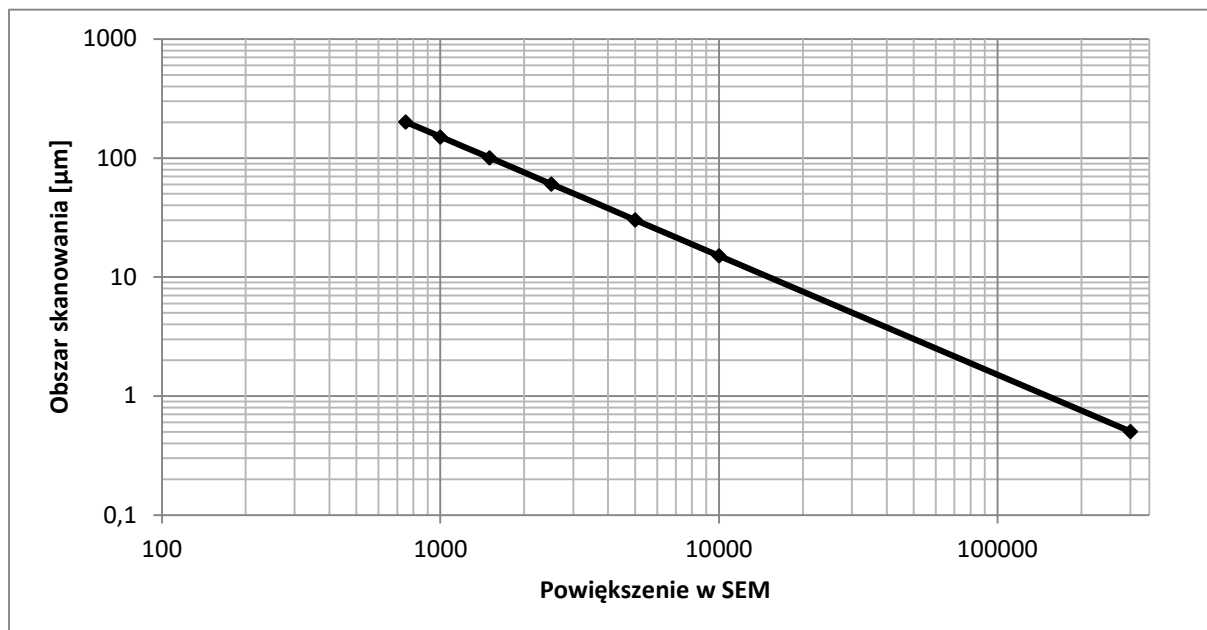
6.1.2. Charakteryzacja mikroskopu JSM-IT100 w roli źródła elektronów

Działanie skaningowego mikroskopu elektronowego polega na przemieszczaniu obserwowanego obszaru skupioną wiązką elektronów. Uzyskiwane powiększenie zależy od wielkości tego obszaru, czyli od kąta odchylenia wiązki. Im mniejszy jest ten kąt, tym mniejszy jest analizowany obszar, a więc większe jest jego powiększenie. Oznacza to, że zmieniając powiększenie, można zmieniać wielkość obszaru „oświetlanego” przez ruchomą wiązkę elektronową. Z punktu widzenia odpowiednio wolnego systemu pomiarowego (analizującego jeden punkt w czasie nie krótszym niż ramka obrazu systemu szybszego), taki obszar może być traktowany jako statyczna wiązka elektronowa o danej średnicy. W szczególnych warunkach można zatem wykorzystać mikroskop skaningowy jako precyzyjnie sterowane działło elektronowe, bez wprowadzania żadnych modyfikacji do jego konstrukcji czy systemów sterowania.

Celem opisanych tu pomiarów było określenie wielkości obszaru skanowania w funkcji wybranego powiększenia, a następnie sprawdzenie wpływu średnicy wiązki elektronowej na jakość obrazu uzyskanego własnym systemem obrazującym. Uzyskane wyniki powinny pozwolić na sprecyzowanie wymagań dotyczących wiązki emitowanej przez docelowe działło elektronowe własnej konstrukcji.

Zależność wielkości obszaru skanowania od powiększenia (rys. 78) wykreślono na podstawie zadanych powiększeń i odpowiadających im przekątnych pola widzenia mikroskopu Jeol IT-100. Założono przy tym, że obszar skanowania jest okrągły, a jego

średnica odpowiada długości przekątnej obrazu wynikowego. Jej długość obliczano na podstawie wyświetlanego paska skali.



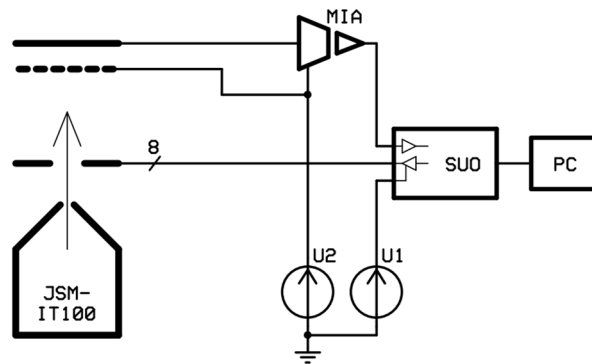
Rys. 78. Zależność obszaru skanowania od powiększenia ustawionego w mikroskopie elektronowym JSM-IT100.

Zgodnie z tym, co zostało wspomniane w poprzednim akapicie, uzyskana charakterystyka może być w szczególnych warunkach interpretowana jako zależność średnicy wiązki, widzianej przez autorski układ pomiarowy, w funkcji wybranego powiększenia. Zakres regulacji jest bardzo szeroki – od 500 nm do 200 μm .

6.1.3. Uruchomienie prostego systemu detekcji elektronów

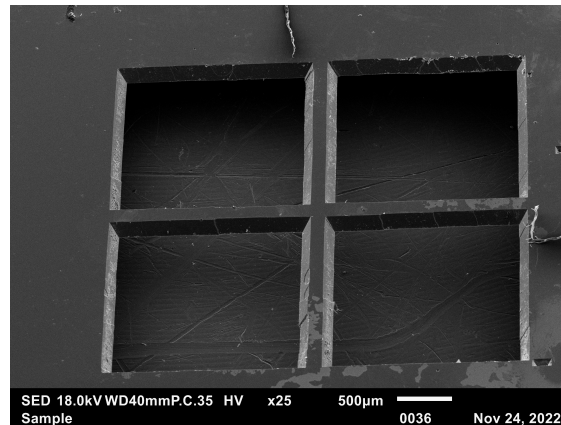
Wykorzystanie mikroskopu JSM-IT100 pozwoliło ominąć problem związany z polowym emiterym elektronów i przeprowadzić doświadczenia związane z obrazowaniem. Celem prac opisanych w tym rozdziale był pomiar prądu płynącego z najprostszego detektora elektronów w formie krzemowej płytki, sprawdzenie działania układów elektronicznych w torze wizyjnym mikroskopu skaningowego MEMS, a także przetestowanie oprogramowania wyświetlającego uzyskane obrazy. W ramach przygotowań zestawiono najprostszy układ elektronooptyczny, pozwalający zarejestrować sygnały elektryczne od obrazu cieniowego przewodzącej próbki (rys. 79). Do wzmacniania sygnałów z detektora – krzemowej płytki – wykorzystano izolowany wzmacniacz pomiarowy MIA-2. Próbkę, oznaczoną linią kreskową, podłączono do tego samego napięcia, którym jest polaryzowany detektor. Dzięki równym potencjałom na obu tych elektrodach, rejestrowany cień nie

powinien być w żaden sposób zdeformowany. W czasie pomiarów, napięcia U_1 oraz U_2 były równe 0 V.



Rys. 79. Schemat układu do testów systemu wizyjnego z wykorzystaniem wiązki elektronowej mikroskopu JSM-IT100. Próbkę oznaczono linią kreskową.

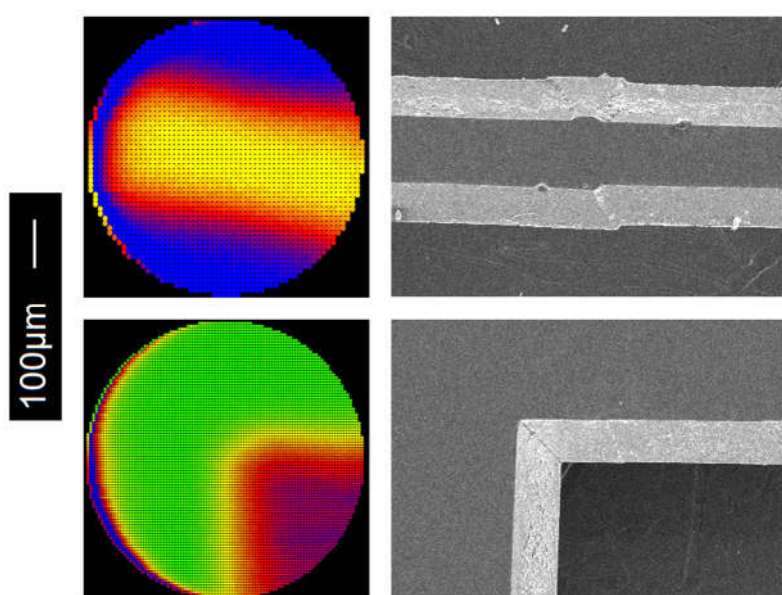
Jako próbkę wykorzystano kwadratowe okienko, wytrawione w podłożu krzemowym i podzielone na 4 części belkami o szerokości $250\ \mu\text{m}$ (rys. 80). Całą część elektronooptyczną układu umieszczono w komorze mikroskopu elektronowego JSM-IT100, celem wykorzystania go w roli źródła stabilnej wiązki elektronowej o znanych i stałych parametrach.



Rys. 80. Elektronowe zdjęcie krzemowej próbki, wykonane mikroskopem JSM-IT100.

Pomiary przeprowadzono przy największym możliwym powiększeniu w mikroskopie, tj. $300\ 000\times$, co odpowiadało wiązce o średnicy $500\ \text{nm}$. Napięcie przyspieszające ustawiono na takie, przy jakim pracowała kolumna z emitorem polowym - $4\ \text{kV}$. Prąd wiązki ustawiono na największy możliwy (parametr *probe current* = 100%), równy ok. $4\ \text{nA}$. Po „oświetleniu” płytki detektora wiązką elektronową, natężenie mierzonego prądu wyniosło właśnie tyle. $4\ \text{nA}$ to natężenie wystarczające do wysterowania wejścia układu MIA-2, więc podjęto próbę zarejestrowania obrazu. Wybrano tryb skanowania całego obszaru roboczego oktopolu, który,

przy odległości oktopol-próbka równej 2,5 mm powinien mieć średnicę ok. 0,5 mm. Szybkość skanowania wynosiła 650 punktów na sekundę, podczas gdy częstotliwość odświeżania obrazu w SEM JEOL była równa 50 Hz. Warunek niezbędny do tego, by ruchomą wiązkę mikroskopu traktować jako statyczną wiązkę o większej średnicy, nie był przez to spełniony. Obszar skanowania SEM miał jednak średnicę 500 nm, czyli był o 3 rzędy wielkości mniejszy od obszaru skanowania badanego systemu. Dzięki tak dużej różnicy, można było mimo wszystko uznać wiązkę SEM za nieruchomą. Wybrane, zarejestrowane obrazy przedstawiono na rys. 81. Zestawiono je ze zdjęciami tych samych fragmentów próbki, wykonanymi przy pomocy mikroskopu JEOL JSM-IT100.

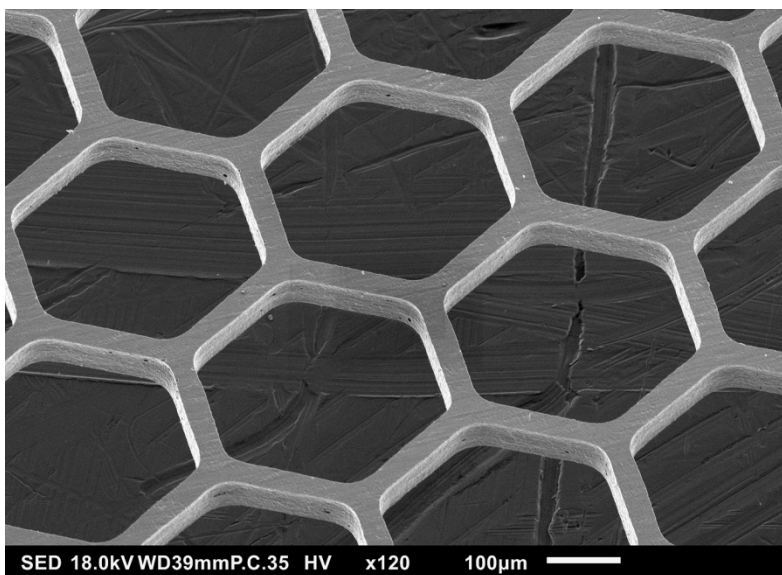


Rys. 81. Porównanie obrazów uzyskanych własnym systemem skanującym (po lewej) i mikroskopem JSM-IT100.

Sam fakt uzyskania obrazów świadczy o poprawnym działaniu toru wizyjnego oraz oprogramowania. Obraz belki krzemowej zajmuje, zgodnie z przewidywaniem, połowę obszaru roboczego. Rozróżnialne są zarówno poziome, jak i nachylone powierzchnie próbki. Te musiały się ujawnić za sprawą emisji elektronów wtórnych, co może wyjaśniać widoczne zaokrąglenie ostrego rogu ramki krzemowego okienka. Ten fragment próbki nie mógł rzucać cienia na detektor, w przeciwieństwie do rogu samego okienka, przy którym zaokrąglenie jest praktycznie niedostrzegalne. Widoczne obwódki na lewych brzegach uzyskanych obrazów mają związek z pracą samych układów elektronicznych. Przypuszczalną przyczyną ich powstania były szybkie zmiany napięć odchylających przy powrotach, sprzęgające się do toru wizyjnego przez pojemności montażowe.

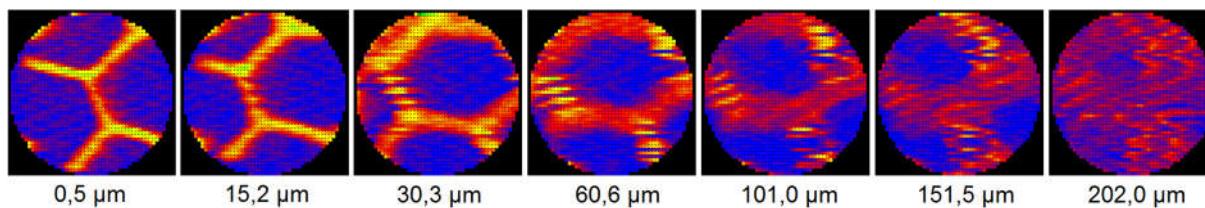
6.1.4. Wpływ średnicy wiązki na ostrość obrazu

Celem doświadczenia było sprawdzenie, jak zmienia się zdolność rozdzielcza mikroskopu w zależności od średnicy wiązki skanującej. Uzyskane wyniki pozwoliłyby określić wymagania stawiane wobec źródeł autoemisyjnych własnej konstrukcji, mających stanowić element miniaturowego SEM. W celu wykonania pomiarów, przygotowano układ niemal identyczny z opisanym w poprzednim podrozdziale. Tym razem jednak, w roli obserwowanej próbki wykorzystano precyzyjną, trawioną siatkę stalową o sześciokątnych oczkach (rys. 82). Jest to siatka sterująca wymontowana z uszkodzonego wyświetlacza VFD. Jej pręty mają przekrój kwadratowy o boku 33 μm . Brak ukośnych ścian powinien pozwolić na uniknięcie rozmyć obrazu spowodowanych emisją wtórną lub odbiciem elektronów, jakie zaobserwowano w punkcie 6.1.3.



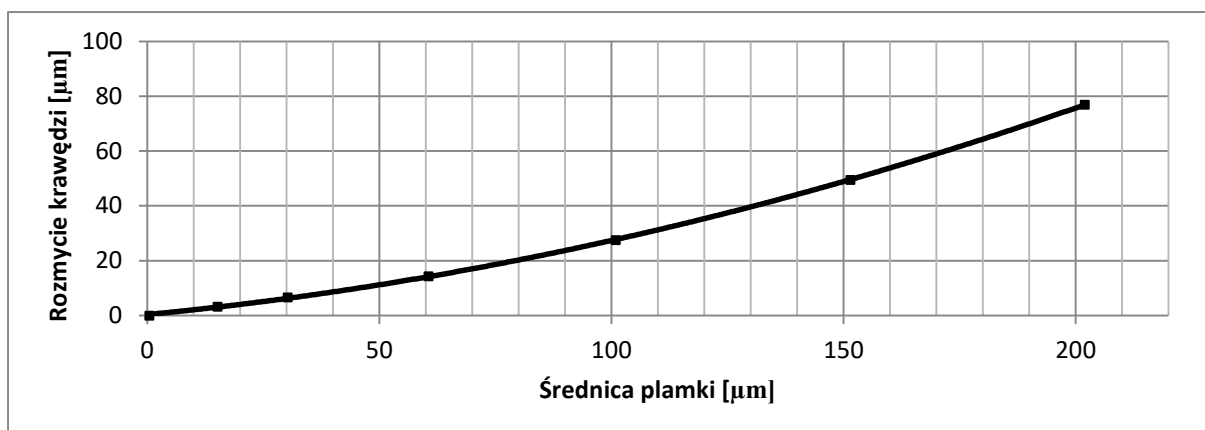
Rys. 82. Siatka wyświetlacza VFD, wykorzystana w roli próbki (obraz z JSM-IT100).

W ramach doświadczenia wykonano serię 7 zdjęć tego samego fragmentu siatki przy coraz mniejszych powiększeniach ustawionych w SEM JEOL. Uzyskane obrazy, uzupełnione o obliczone, teoretyczne średnice wiązki skanującej, przedstawiono na rys. 83. Ze względu na niedostateczną częstotliwość odświeżania SEM (50 Hz) w stosunku do szybkości skanowania badanego układu (650 pkt/s), na obrazkach pojawiła się mora. Pręty i oczka siatki są jednak rozróżnialne, zatem efekt ten nie stanowił poważnej przeszkody przy analizie wyników.



Rys. 83. Obrazy siatki uzyskiwane przez skanowanie wiązką elektronową o różnych średnicach.

W ramach analizy, na każdym ze zdjęć zmierzono, wyrażoną w pikselach, szerokość widocznej beleczki. Wykorzystano w tym celu program „Ali” – Analizator Liniowy opisany w rozdziale 5.7. Szerokość zmierzoną na zdjęciu, które uzyskano przy najmniejszej plamce, uznano za szerokość rzeczywistą, tj. 33 μm . Bazując na niej, obliczono wielkości rozmycia obrazów dla większych plamek. Uzyskaną w ten sposób charakterystykę przedstawiono na rys. 84.



Rys. 84. Zależność rozmycia krawędzi obserwowanego obiektu w funkcji średnicy wiązki skanującej.

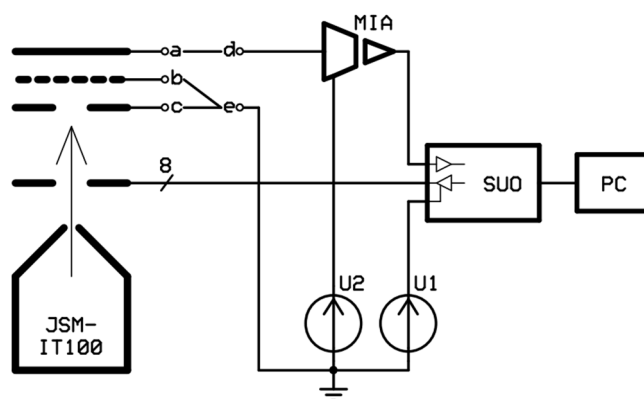
Wynika z niej jednoznacznie, że dla uzyskania obrazów dobrej jakości, oddających wiernie kształt próbki tego typu, średnica plamki powinna być mniejsza niż ok. 15 μm . Jednocześnie, jakkolwiek zarys kształtu próbki o detalach mających szerokość 33 μm jest rozpoznawalny nawet przy skanowaniu wiązką o pięciokrotnie większej średnicy, tj. 150 μm . Uzyskaną charakterystykę można wykorzystać w drugą stronę – jeżeli wiązka emitowana przez działło elektronowe ma średnicę 100 μm , to pozwoli ona dostrzec zarys przedmiotu o wymiarze 5 razy mniejszym, tj. 20 μm , lub wykonać wyraźne zdjęcie przedmiotu o wymiarze przynajmniej 2 razy większym, tj. 200 μm . Takie informacje mogą pozwolić na dobór odpowiedniej próbki w czasie testów systemu z własnym działem elektronowym o określonej średnicy wiązki.

6.1.5. Testy detektorów elektronów. Obrazowanie bezpośrednio, transmisyjne (STEM) oraz elektronami wstecznie rozproszonymi

Nie w każdym przypadku można wykorzystać próbkę w roli detektora elektronów, nie zawsze też można ustawić detektor za próbką. W mikroskopach bardzo często wykorzystuje się do obrazowania elektrony wstecznie rozproszone, wykrywane po stronie wyrzutni elektronów. W miniaturowym mikroskopie SEM przewidziano do sprawdzenia 3 rodzaje płaskich, miniaturowych detektorów:

- krzemową płytkę umieszczoną za próbką, a więc pozwalającą rejestrować sygnały od obrazu cieniowego/transmisyjnego;
- samą próbkę, jeśli jest przewodząca - w tych przypadkach detekcja następowałaby w sposób bezpośredni;
- krzemową płytkę z otworem, umieszczoną przed próbką. Otwór umożliwiałby wiązce pierwotnej dostęp do próbki, a sama płytka stanowiłaby detektor elektronów wtórnych oraz odbitych.

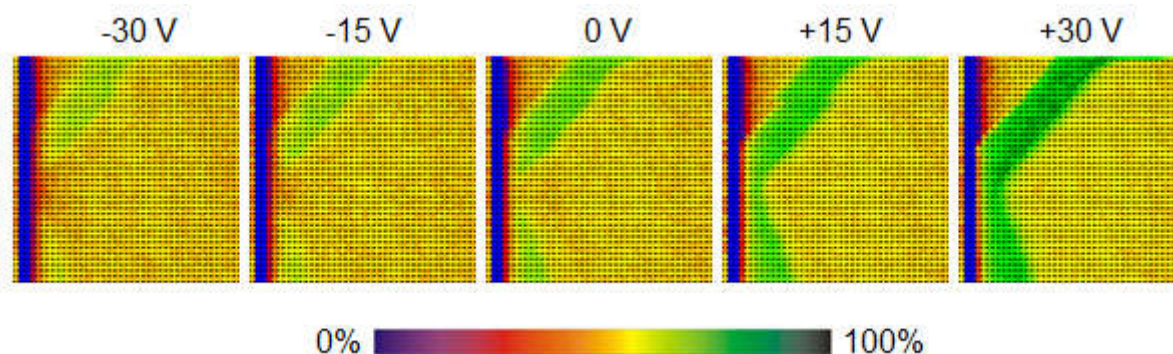
Celem doświadczenia była charakteryzacja każdego z trzech detektorów jako źródła sygnału wizyjnego. Zestawiono układ jak na rys. 85, z siatką o sześciokątnych oczkach (rys. 82) jako próbką do obserwacji. Sygnały z elektrod detekcyjnych wyprowadzono na złącze kołkowe, pozwalające dowolnie konfigurować układ połączeń ze wzmacniaczem. Dwie nieużywane elektrody podłączano zawsze do masy układu, podobnie jak oktopol ($U_1=0$ V).



Rys. 85. Schemat układu do charakteryzacji trzech rodzajów detektorów elektronów.

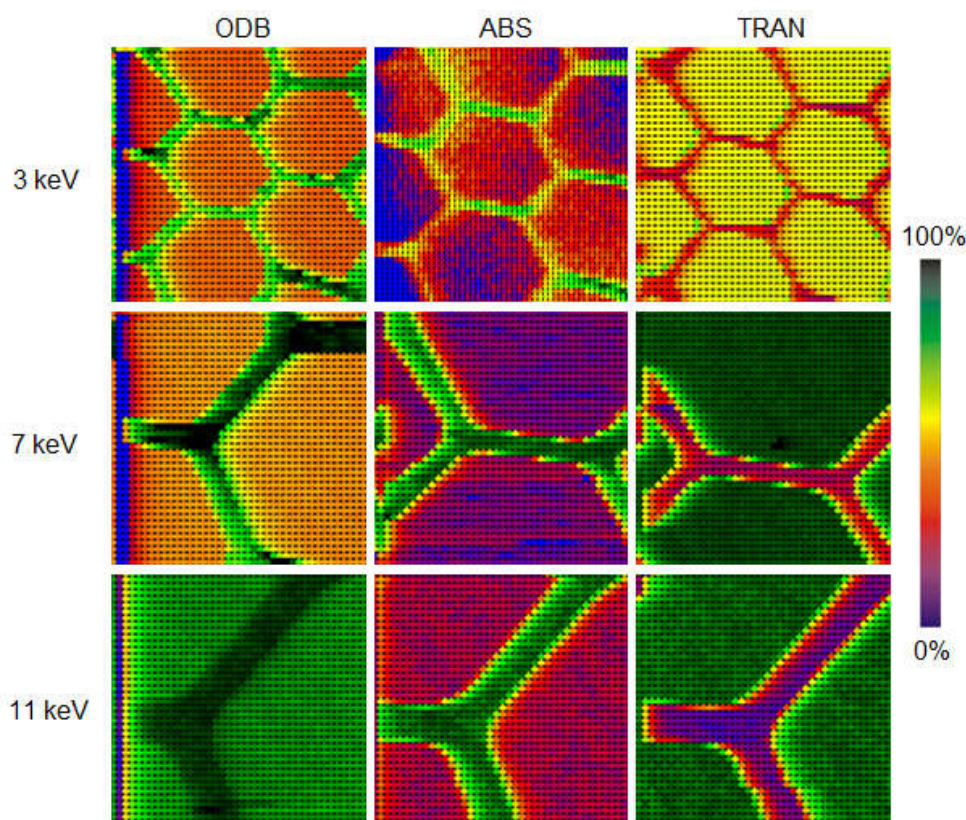
Pierwszy etap eksperymentu był badaniem wstępnym, mającym na celu określenie wpływu napięcia polaryzacji detektora (U_2) na jakość obrazu. Wykorzystując kolejno każdą z elektrod, wykonywano po 5 zdjęć siatki – każde przy innym napięciu U_2 , leżącym w zakresie $-30 \div +30$ V. Napięcie przyspieszające było równe 4 kV. Okazało się, że polaryzacja detektora nie ma zauważalnego wpływu na sygnały uzyskiwane z detektora

transmisyjnego oraz bezpośrednio z próbki. Wyraźne zmiany dawały się obserwować w przypadku detektora elektronów odbitych. Dodatnie napięcia poprawiały, natomiast ujemne – pogarszały kontrast obrazu. Rejestrowany sygnał musi zatem pochodzić od elektronów o niskich energiach – wtórnych lub odbitych od próbki. Wszystkie zarejestrowane obrazy przedstawiono na rys. 86 przy jednakowym ustawieniu skali barwnej.



Rys. 86. Obrazy uzyskane na podstawie sygnałów z detektora elektronów wtórnych przy różnych napięciach jego polaryzacji.

Drugi etap eksperymentu miał wykazać wpływ energii elektronów na pracę poszczególnych detektorów. Wszystkie pracowały spolaryzowane napięciem +30 V, które w czasie badania wstępnego okazało się korzystne. Ponownie, wykorzystując kolejno każdą z elektrod, wykonywano po 5 zdjęć siatki – tym razem przy różnych napięciach przyspieszających z zakresu $3 \div 11$ kV. Pierwsze, środkowe i ostatnie zdjęcie z każdej serii przedstawiono w zestawieniu na rys. 87. Ze względu na znaczne zmiany składowej stałej sygnału, skala barwna każdego zdjęcia musiała być dobierana automatycznie.



Rys. 87. Obrazy próbki uzyskiwane na podstawie sygnałów z poszczególnych detektorów przy różnych napięciach przyspieszających. ODB - detektor elektronów odbitych i wtórnych, ABS - detektor elektronów absorbowanych przez siatkę, TRAN - detektor transmisyjny.

Wzrost napięcia przyspieszającego wywołał poprawę jakości obrazu bezpośrednio z próbki (detekcja elektronów absorbowanych – ABS) oraz obrazu transmisyjnego (TRAN). Kontrast obrazu tworzonego przez elektrony odbite (ODB) uległ pogorszeniu. Przymuszczalnie, wyższe napięcie polaryzacji detektora pozwoliłoby przywrócić lepszy kontrast tego obrazu, jednak nie było to technicznie możliwe w zestawionym układzie pomiarowym.

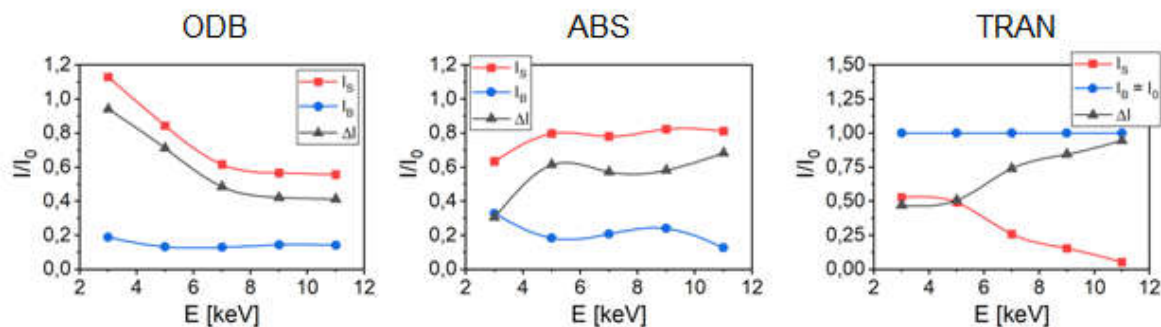
Detektor transmisyjny (TRAN) jest jedynym, który reaguje na elektrony mijające się z próbką. Pozostałe detektory wykrywają elektrony trafiające w próbkę lub będące następstwem trafienia. Z tego powodu, obraz z detektora transmisyjnego ma odwrócone kolory względem pozostałych.

Na wynikowych obrazach można dostrzec jeszcze jeden interesujący efekt: zmianę powiększenia w zależności od napięcia przyspieszającego. Nie ma ona związku z systemem detekcji, ale z układem odchylenia. Jego czułość maleje w miarę wzrostu energii elektronów,

a spadek czułości objawia się zmniejszeniem obszaru skanowania. To zaś wpływa na powiększenie całego systemu.

Wykorzystując możliwość wyświetlania natężenia prądu związanego z wybranym pikselem obrazu, jaką daje program „Przeglądarka CSV”, odczytano minimalne i maksymalne natężenia dla każdego z 5 zdjęć w 3 seriach. Dane te znormalizowano względem prądu wiązki elektronowej, mierzonego przez detektor transmisyjny w warunkach oświetlenia go przez 100% przekroju tej wiązki. Innymi słowy, za I_0 przyjęto natężenie prądu wywołane bezpośrednim trafieniem wiązki w płytkę krzemową. Opracowane dane przedstawiono

na wykresach (rys. 88), zaznaczając osobno przebieg prądu bez trafienia w siatkę (I_B), po trafieniu (I_S) oraz różnicę między tymi przebiegami (ΔI).



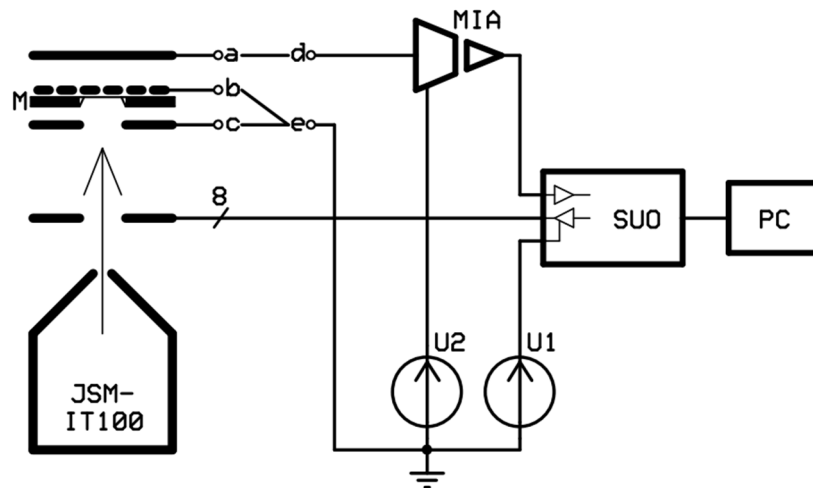
Rys. 88. Wykresy prądów płynących z detektorów w zależności od energii elektronów. Kolorem niebieskim zaznaczono natężenie prądu, gdy wiązka nie trafia w próbkę, natomiast czerwonym – gdy trafia. Czarna krzywa obrazuje różnicę między krzywymi: czerwoną i niebieską.

Wykresy potwierdzają obserwacje wzrokowe – wzrost energii elektronów miał pozytywny wpływ na amplitudy sygnałów z detektorów ABS i TRAN, oraz negatywny na amplitudę sygnału od elektronów odbitych lub wtórnych. Wyjaśnieniem tego zjawiska może być zmiana przekroju czynnego elektronów na zderzenie. Charakterystyka sprawności detektora ODB jest jednak korzystna w odniesieniu do mikrosystemu mającego pracować z niskimi energiami. Zarówno niskie energie jak i ta metoda detekcji są pożądane w miniaturowym mikroskopie elektronowym.

6.1.6. Obrazowanie przez cienką membranę wykonaną z azotku krzemu (Si_3N_4)

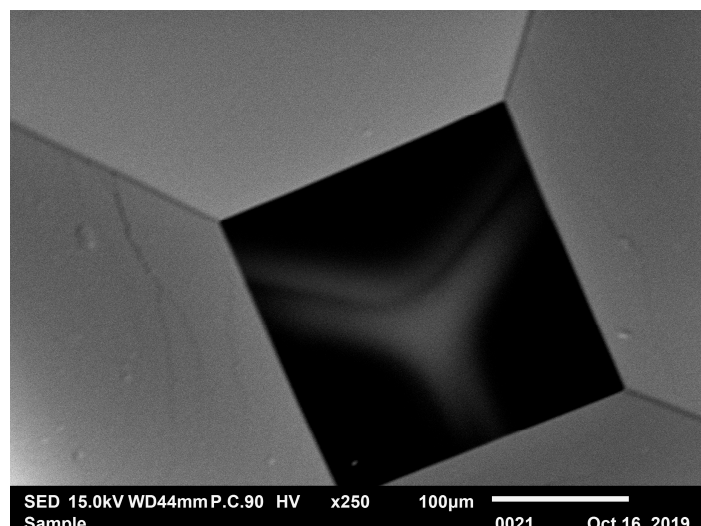
Skonstruowanie miniaturowego źródła elektronów o bardzo wąskiej wiązce elektronów pozwoliłoby na budowę samodzielnej, krzemowo-szklanej konstrukcji mikroskopu MEMS-SEM. Miniaturyzacja generuje jednak problem utrzymania próżni

wewnątrz struktury oraz umożliwienia wymiany próbek. Zastosowanie klasycznego rozwiązania, tj. służy lub całkowicie otwieranej komory, wiązałoby się z koniecznością podłączenia mikrostruktury do wydajnego, a więc klasycznego układu pompowego o dużych gabarytach. Alternatywą jest wykonanie struktury zamkniętej, w której próżnia zostaje wytworzona na etapie produkcji i później wymaga jedynie utrzymania przy pomocy getterów lub mikropompy jonowo-sorpcyjnej. Obserwację próbek zapewniałoby w takiej strukturze próżnioszczelne okienko w postaci cienkiej membrany z Si_3N_4 – próbki byłyby umieszczane na membranie po stronie atmosferycznej, a więc bez konieczności ingerowania w system próżniowy. Celem tego etapu prac było zweryfikowanie możliwości uzyskania obrazu próbki umieszczonej za membraną z azotku krzemu. Schemat układu pomiarowego, wykorzystanego do badań, przedstawiono na rys. 89.



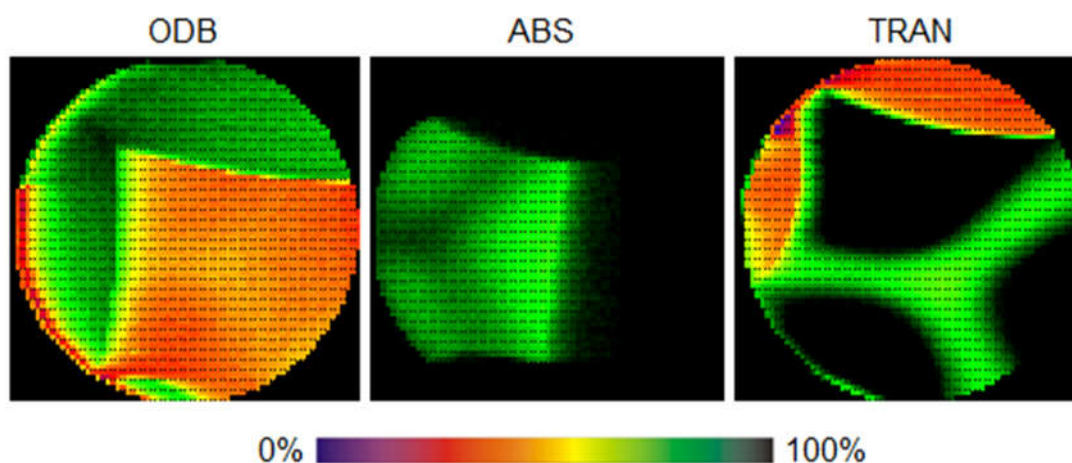
Rys. 89. Układ do obrazowania próbki (linia kreskowa) przez membranę (M) z azotku krzemu.

Próbkę – stalową siatkę o sześciokątnych oczkach – przyklejono do płytki z membraną. Ustawiono ją tak, by nad membraną znalazł się węzeł siatki. W celu zweryfikowania możliwości uzyskania obrazu próbki, w pierwszym doświadczeniu spróbowano wykonać jej zdjęcie przy pomocy mikroskopu JSM-IT100. Zarys kształtu zaczął się ujawniać dopiero przy napięciu przyspieszającym równym 10 kV, natomiast wyraźniejszy obraz (rys. 90) uzyskano przy 15 kV. Obrazowanie przez membranę okazało się więc możliwe, lecz przy wyższych, niż zakładane, energiach elektronów.



Rys. 90. Węzeł siatki widoczny przez membranę z azotku krzemu (JSM-IT100).

Kolejne doświadczenie prowadzono bez zmiany napięcia przyspieszającego, tj. 15 kV. Tym razem, celem była próba uzyskania obrazu na podstawie sygnałów z własnego układu obrazującego i sprawdzenie skuteczności każdego z trzech detektorów. Elektrode detekcyjną zawsze polaryzowano napięciem +30 V (najwyższym możliwym do uzyskania w zestawionym układzie) a pozostałe ustalano na potencjale masy. Po dostrojeniu nastaw kontrastu obrazu (dopasowania skali barwnej), otrzymano obrazy siatki zarówno z detektora transmisyjnego, z samej siatki, a także – co stanowiło największy sukces – z detektora elektronów odbitych (rys. 91).

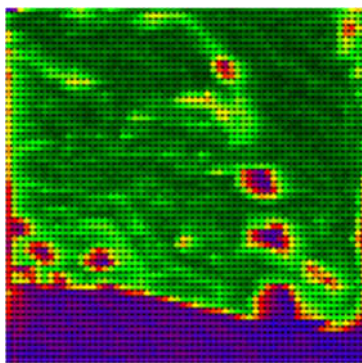


Rys. 91. Obrazy siatki uzyskane w układzie z membraną. ODB - detektor elektronów odbitych i wtórnych, ABS - detektor elektronów absorbowanych przez siatkę, TRAN - detektor transmisyjny.

Najlepszym kontrastem cechuje się obraz transmisyjny, otrzymany dzięki sygnałom z detektora znajdującego się za próbką. Jest to zrozumiałe, gdyż jedyną dodatkową przeszkodą na drodze elektronów, poza siatką, była membrana z Si_3N_4 . Obraz otrzymany

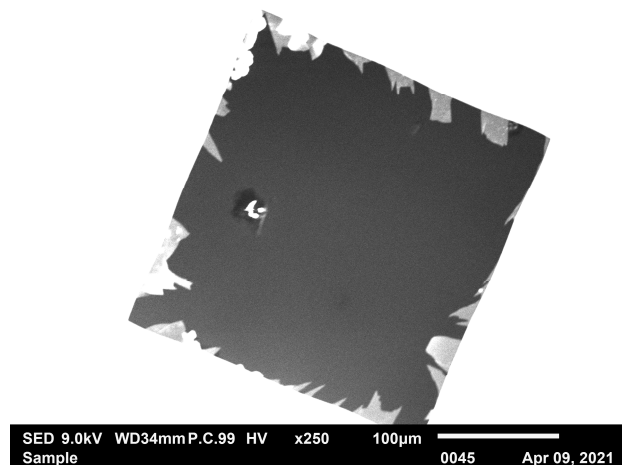
dzięki sygnałom z samej siatki jest mało kontrastowy i rozmyty. Amplituda sygnału z detektora nie przekraczała w tym przypadku 100 pA. Przypuszczalnie, za pogorszenie kontrastu mogła odpowiadać sama membrana i jej ramka, zachowująca się jak detektor elektronów odbitych od płytki detektora transmisyjnego. Podobnie niskim kontrastem cechuje się obraz z detektora elektronów odbitych i wtórnych, znajdującego się przed membraną. To jednak nie dziwi, gdyż na drodze niskoenergetycznych elektronów wykrywanych przez ten detektor, stoi membrana. Uzyskanie obrazu pozwalającego dostrzec kontury siatki pokazuje jednak, że nawet tak prosty detektor, jakim jest krzemowa płytka, może dawać użyteczny sygnał w systemie z membraną.

Celem ostatniego doświadczenia z tej serii było sprawdzenie możliwości uzyskiwania obrazów próbek niebędących dużymi obiektami przewodzącymi. W pierwszym podejściu wykorzystano proszek żelazny o ziarnistości $<5\ \mu\text{m}$ (tzw. deweloper wykorzystywany w fotokopiarkach). Naniesiono go na powierzchnię membrany w postaci zawiesiny w alkoholu izopropylowym, który następnie odparowano. W trakcie dostrajania parametrów systemu skanującego wykonano niecałych 6 zdjęć, po czym proszek przestał być widoczny. Ostatnią pełną ramkę obrazu przedstawiono na rys. 92. Uzyskano ją na podstawie sygnału z detektora transmisyjnego.



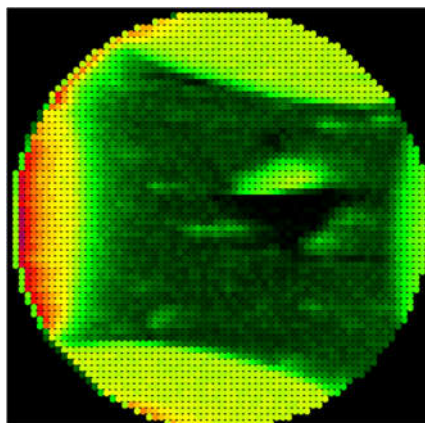
Rys. 92. Ostatni uzyskany obraz proszku żelaznego (fioletowe punkty) na membranie przed jej uszkodzeniem.

Inspekcja wykonana przy pomocy mikroskopu JSM-IT100 ujawniła przyczynę gwałtownej zmiany obrazu – rozpadnięcie się membrany. Na zdjęciu (rys. 93) widać jej strzępy przy brzegach ramki oraz jedno z ziaren proszku, leżące na detektorze transmisyjnym.



Rys. 93. Widok zniszczonej membrany uzyskany przy pomocy mikroskopu JSM-IT100. Widoczne są resztki membrany oraz drobina proszku, leżąca na położonym poniżej, detektorze transmisyjnym.

Wobec braku spójnej teorii wyjaśniającej przyczynę rozpadnięcia się membrany uznano, że mógł to być jednostkowy przypadek wynikający z wady w samej membranie. Podjęto drugą próbę przeprowadzenia doświadczenia, z tą różnicą, że tym razem naniesiono na membranę próbkę biologiczną - drożdże. Osadzono je w kropli wody, którą następnie odparowano. Tym razem membrana również pękła po zarejestrowaniu kilku obrazów, a proces jej pęknięcia był widoczny w czasie skanowania (ciemna plama na rys. 94).



Rys. 94. Membrana z drożdżami (jasne punkty) w trakcie pęknięcia (ciemny kształt).

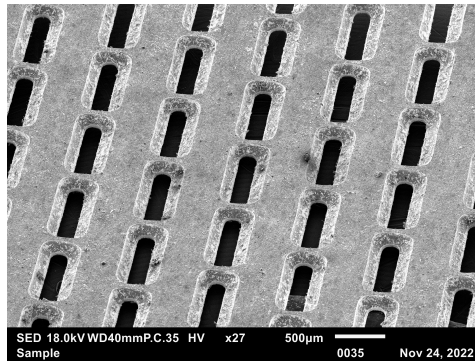
Si_3N_4 jest materiałem nieprzewodzącym o wysokiej twardości, a więc kruchym. Jedną z teorii wyjaśniających pęknięcie membran jest związana z punktowym jej nagrzewaniem przez drobinki proszku lub komórki trafiane przez wiązkę elektronów i powstawaniem zbyt dużych naprężeń termicznych. Oddzielone fragmenty membrany mogą być następnie odrzucane w wyniku oddziaływań elektrostatycznych (widoczne zniekształcenia obrazu są wynikiem elektryzowania się powierzchni membrany). Jest w tym jednak pewna niespójność, gdyż obserwacja drobin proszku na powierzchni membrany za pomocą mikroskopu JSM-IT100

z takimi samymi nastawami, jak przy „destruktywnym” skanowaniu, nie powodowała jej pęknięcia. Możliwe zatem, że proces ten jest bardziej złożony i obejmuje także zjawiska zmęczeniowe.

Statyczna wytrzymałość membran, określana jako dopuszczalna różnica ciśnień między jej stronami, wynosi ponad 200 kPa. Jest to dwa razy więcej niż wartość potrzebna przy zastosowaniu membrany w roli bariery próżnia-powietrze pod ciśnieniem atmosferycznym. Powietrze po jednej ze stron membrany mogłoby poprawić odprowadzanie ciepła i zapobiec pękaniu. W celu weryfikacji tej teorii, przeprowadzono próbę obrazowania proszku naniesionego na membranę, stanowiącą jedną ze ścian komórki zawierającej około 30 nL powietrza. Komórkę tę zamknięto przez bonding anodowy krzemowej płytki z membraną i szklanego podłoża. Pomyślnie przeszła ona proces odpompowania komory próżniowej oraz inspekcji mikroskopem JSM-IT100, pozwoliła także na zarejestrowanie kilkunastu obrazów własnym systemem. Obrazy te różniły się nieznacznie lepszym kontrastem od wcześniejszych, uzyskanych w warunkach próżni po obu stronach membrany, co jest bardzo korzystną obserwacją. Po pewnym czasie skanowania ponownie doszło do pęknięcia membrany. Czas ten był jednak kilkukrotnie dłuższy niż poprzednio. Jest możliwe, że stopniowe nagrzewanie się gazu w komórce ostatecznie pozwoliło na wzrost temperatury membrany, prowadzący do jej uszkodzenia. Wydłużenie trwałości oznacza jednak, że chłodzenie membrany przez swobodny dostęp powietrza atmosferycznego lub cieczy w układzie mikrofluidycznym, powinno całkowicie zapobiec jej pękaniu.

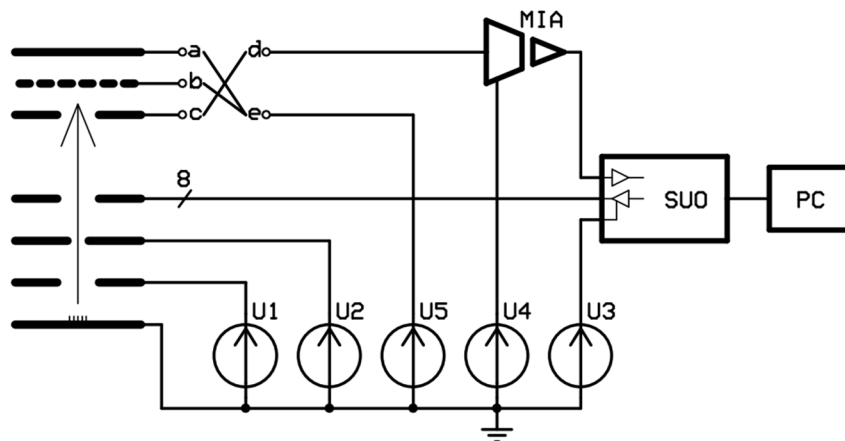
6.1.7. Konstrukcja miniaturowego mikroskopu skaningowego z własnym źródłem elektronów

Celem ostatniego z tu prezentowanych eksperymentów była próba uzyskania obrazu w samodzielnej (nie licząc systemu próżniowego) strukturze miniaturowego mikroskopu. W roli źródła elektronów wykorzystano emiter autoemisyjny z katodą w postaci krzemowej piramidki pokrytej nanorurkami węglowymi. Podczas jego testów udało się otrzymać dość stabilną w czasie emisję oraz żywotność przekraczającą godzinę, pod warunkiem nieprzekraczania prądu 50 nA. Średnica wiązki była równa między 100 a 200 μm . W związku z tym faktem, na podstawie wyników wcześniejszych badań wybrano odpowiednią próbkę do obserwacji. Była nią cienka stalowa blacha z wytrawionymi szczelinami (rys. 95) o szerokości 200 μm i długości 600 μm .



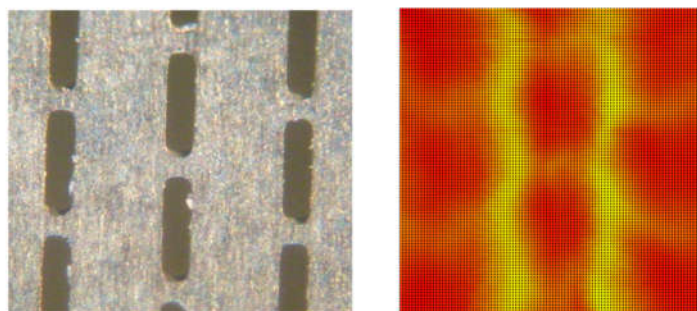
Rys. 95. Elektronowy obraz maskownicy kolorowego kineskopu - blachy stalowej z wytrawionymi szczelinami o szerokości 200 μm i długości 600 μm .

Ze względu na niską energię elektronów, wynikającą z technicznego ograniczenia napięcia przyspieszającego do 4 kV, nie umieszczono w układzie membrany z azotku krzemu. Wcześniejsze badania wykazały, że obrazowanie przez membranę wymaga prawie czterokrotnie wyższej energii oraz – przy aktualnie uzyskiwanej szybkości skanowania – nie jest możliwe w trybie ciągłym. Schemat złożonego układu pomiarowego przedstawiono na rys. 96.



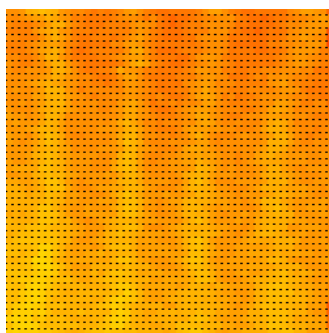
Rys. 96. Schemat częściowo samodzielnego, miniaturowego mikroskopu MEMS.

W tym przypadku, napięcia U1 oraz U2 służyły do sterowania pracą działa elektronowego. U2, jako napięcie przyspieszające, wynosiło 4 kV. U1 ustawiono tak, by uzyskać prąd emisji na poziomie 50 nA. Napięcie polaryzujące oktopol U3 było zbliżone do U2, z różnicą $\pm 30\text{ V}$ wynikającą z prób drobnej korekcji ogniskowania (oktopol wykorzystano jako jedną elektrod soczewki elektrostatycznej). Napięcie U5, polaryzujące nieużywane elektrody detekcyjne, ustalono na równi z napięciem przyspieszającym U2. Detektor polaryzowany był napięciem $U4 = U2 + 30\text{ V}$. Porównanie obrazu z mikroskopu optycznego z uzyskanym obrazem elektronowym (cieniowym) przedstawiono na rys. 97.



Rys. 97. Porównanie uzyskanego obrazu elektronowego transmisyjnego (po prawej) z obrazem z mikroskopu optycznego.

Uzyskane powiększenie było równe ok. $20\times$. Dostrzegalne są poziome poprzeczki o szerokości ok. $180\ \mu\text{m}$. Rozmycie obrazu pozwala oszacować, że rzeczywisty wymiar plamki na płaszczyźnie roboczej wynosił pomiędzy 300 a $500\ \mu\text{m}$. Mogło to być spowodowane degradacją ostrza katody i wynikającym z niej powiększeniem powierzchni emisji (zwiększeniem liczby miejsc, w których następowała emisja polowa). Podobny obraz uzyskano w drodze pomiaru prądu bezpośrednio z próbki. Amplituda sygnału z detektora elektronów odbitych była natomiast niższa niż $100\ \text{pA}$, co nie pozwoliło na uzyskanie wyraźnego obrazu stalowej siatki (rys. 98).



Rys. 98. Obraz siatki uzyskany na podstawie sygnału z detektora elektronów wtórnych.

Konstrukcja miniaturowego mikroskopu elektronowego jest zatem możliwa do realizacji, gdyż wszystkie jego elementy działają (w odpowiednich warunkach, możliwych do uzyskania). Obecnie, najpoważniejszą przeszkodą na drodze do zbudowania przyrządu o użytecznej zdolności rozdzielczej jest konieczność opracowania miniaturowego działła elektronowego, mogącego pracować przy energii min. $15\ \text{keV}$ i zapewniającego jak najmniejszą plamkę. Obserwacje komórek grzybów takich jak drożdże będą możliwe dopiero po osiągnięciu średnicy wiązki $1\ \mu\text{m}$ lub mniejszej. Być może będzie to wymagało gruntownej zmiany konstrukcji działła elektronowego.

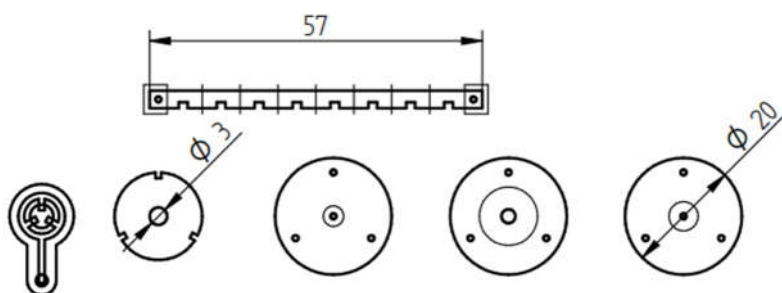
6.2. Miniaturowe spektrometry mas

Prace nad spektrometrami mas są prowadzone w Katedrze Mikrosystemów w ramach kilku projektów badawczych, w tym polsko-singapurskiego POL-SINIV/2/2018, oraz projektu dla Europejskiej Agencji Kosmicznej. Obejmują one szeroki zakres zastosowań tych przyrządów – od systemów pomiarowych w instalacjach przemysłowych, po instrumenty naukowe wysyłane na inne planety Układu Słonecznego. Ich zadaniem ma być wykrywanie oraz pomiar ilości określonych gazów wchodzących w skład mieszaniny, lub wykrywanie pewnych składników atmosfery ciał niebieskich. Największy nacisk kładziono na detekcję węglowodorów (m. in. metanu) oraz fosforowodoru. Prace prowadzono w zespole badawczym, złożonym m.in. z dr. inż. Piotra Szyszki, dr. hab. inż. Tomasza Grzebyka oraz prof. Jana Dziubana. W kolejnych rozdziałach opisano własny wkład w badania, które prowadzono nad spektrometrami o różnych konstrukcjach, w celu wybrania najkorzystniejszej z nich. Wyniki badań opisanych w tej części rozprawy zaprezentowano na konferencjach [61, 62, 63].

6.2.1. Spektrometr ruchliwości jonów

W tym rozdziale opisano prace projektowo-badawcze związane ze spektrometrem ruchliwości jonów. Ich celem było skonstruowanie prototypu przyrządu i doświadczalne określenie poziomów sygnałów, zarówno wejściowych jak i wyjściowego. Niewątpliwą zaletą spektrometrów ruchliwości jonów jest praca przy ciśnieniu atmosferycznym, gdyż zasada ich działania opiera się na pomiarze czasu, jaki potrzebuje dany rodzaj jonów na przebycie pewnej drogi w określonej atmosferze i polu elektrycznym. Nie ma więc konieczności stosowania układów pompowych, zapewniających odpowiednio niskie ciśnienie robocze. Wytworzone paczki jonów są umieszczane w strefie, w której działa na nie jednorodne pole elektryczne, powodujące wciąganie jonów w głąb strefy. Siła działająca na jony (o jednakowym ładunku) jest jednakowa. Separacja następuje na drodze różnic prawdopodobieństw zderzeń z cząstkami gazu obecnego w strefie. Im większa masa jonu, tym większy jego przekrój czynny za zderzenie i większa częstość zderzeń powodujących utratę prędkości. Lekkie i małe jony mogą zatem pokonać strefę dryftu szybciej niż jony ciężkie. Detektor umieszczony na końcu strefy wykrywa kolejne docierające cząstki, więc analiza zmian sygnału z detektora w czasie pozwala na określenie spektrum masowego.

Prototyp spektrometru zaprojektowano w taki sposób, by kluczowe elementy jego konstrukcji dało się wyfrezować z laminatu FR4 (rys. 99). Przy doborze zasadniczych wymiarów konstrukcji posłużono się danymi z publikacji „*Pulsed-Ionization Miniature Ion Mobility Spectrometer*” [37]. Wykonanie elementów pojedynczego przyrządu z laminatu znacząco zredukowało liczbę wymaganych operacji technologicznych. Opracowanie konstrukcji wykonywalnej w technice MEMS i pozwalającej na łatwe wytwarzanie masowe, odłożono na ewentualny, późniejszy etap.



Rys. 99. Projekt poszczególnych elementów spektrometru ruchliwości jonów, od góry od lewej: wspornik płytek strefy dryftu, dozownik gazu, jedna z ośmiu płytek strefy dryftu, płytki źródła jonów (2) i detektora. Cienkie linie oznaczają środki przerw izolacyjnych o szerokości 1 mm.

Projekt składa się z następujących elementów:

- wstawek (2 szt.) do wprowadzania gazów – płytek z wyfrezowanymi kanałami o szerokości i głębokości równej 1 mm, doprowadzającymi gaz do wnętrza spektrometru, oraz miejscem do przyłutowania miedzianej kapilary wlotowej;
- 8 płytek obszaru dryftu z otworami o średnicy 3 mm;
- 3 wsporników o długości 57 mm, służących do montażu płytek obszaru dryftu;
- 2 płytek źródła jonów
- płytki detektora.

Konstrukcję przyrządu podzielono na 3 części. Pierwszą z nich jest źródło jonów, złożone z dwóch okrągłych płytek. Stanowią one mocowanie wolframowego ostrza, wykonanego z zastrzonego drutu o średnicy 0,2 mm. Regulacja położenia ostrza względem pozostałych elektrod jest możliwa dzięki śrubie regulacyjnej, stanowiącej jednocześnie doprowadzenie napięcia.

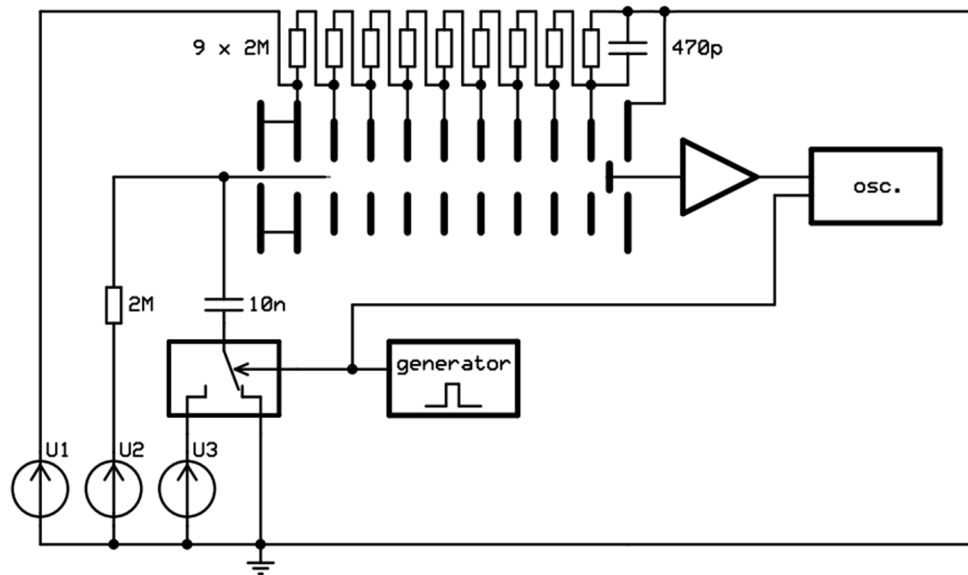
Drugim elementem jest obszar dryftu, złożony z 8 okrągłych płytek przyłutowanych do wsporników. Między nimi zainstalowano rezystory, służące do zapewnienia odpowiednich potencjałów na poszczególnych płytkach. Jako uszczelnienie obszaru dryftu przewidziano odcinki silikonowego wężyka, wciskane pomiędzy płytki.

Ostatnim, trzecim elementem spektrometru, jest detektor w postaci srebrzonej elektrody o kształcie łebka szpilki, umocowanej w ostatniej płytce z FR4. Wszystkie trzy części są ze sobą połączone mechanicznie haczykami, przypominającymi złącza bagnetowe. Pozwala to łatwo je rozdzielić np. w razie potrzeby wymiany ostrza. Złożony instrument, choć pozbawiony uszczelnień w obszarze dryftu oraz doprowadzeń gazów, przedstawiono na rys. 100.



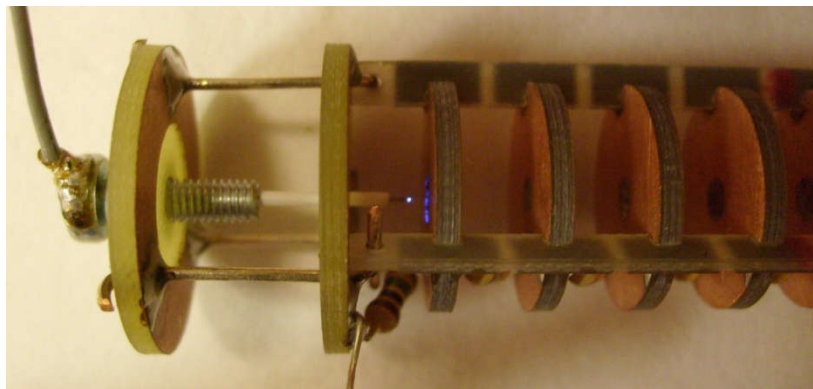
Rys. 100. Spektrometr ruchliwości jonów wykonany z laminatu szklano-epoksydowego.

Generowanie paczek jonów przy pomocy pulsującego wyładowania koronowego spróbowano osiągnąć tak samo, jak w literaturze źródłowej. Zastosowano dwa źródła zasilania: jedno stałoprądowe, drugie impulsowe, a ich napięcia wyjściowe zsumowano elementami R, C. Takie rozwiązanie pozwala sterować wyładowaniem koronowym bez konieczności przełączania pełnego napięcia pracy, wynoszącego w tym przypadku ok. 2,6 kV. Rozwiązanie układowe przedstawiono na schemacie systemu pomiarowego - rys. 101. Napięcie stałe U_2 ustawiono poniżej progu jonizacji o ok. 400 V. Przez kondensator dodawano do niego składową zmienną 800 Vpp, wytwarzaną przez zasilacz U_3 i przerywacz (rozdział 4.5) sterowany sygnałem prostokątnym z generatora funkcji. Prąd z detektora był wzmacniany przy pomocy układu opisanego w rozdziale 4.9 i rejestrowany przy pomocy cyfrowego oscyloskopu.



Rys. 101. Schemat układu pomiarowego do badań spektrometru ruchliwości jonów.

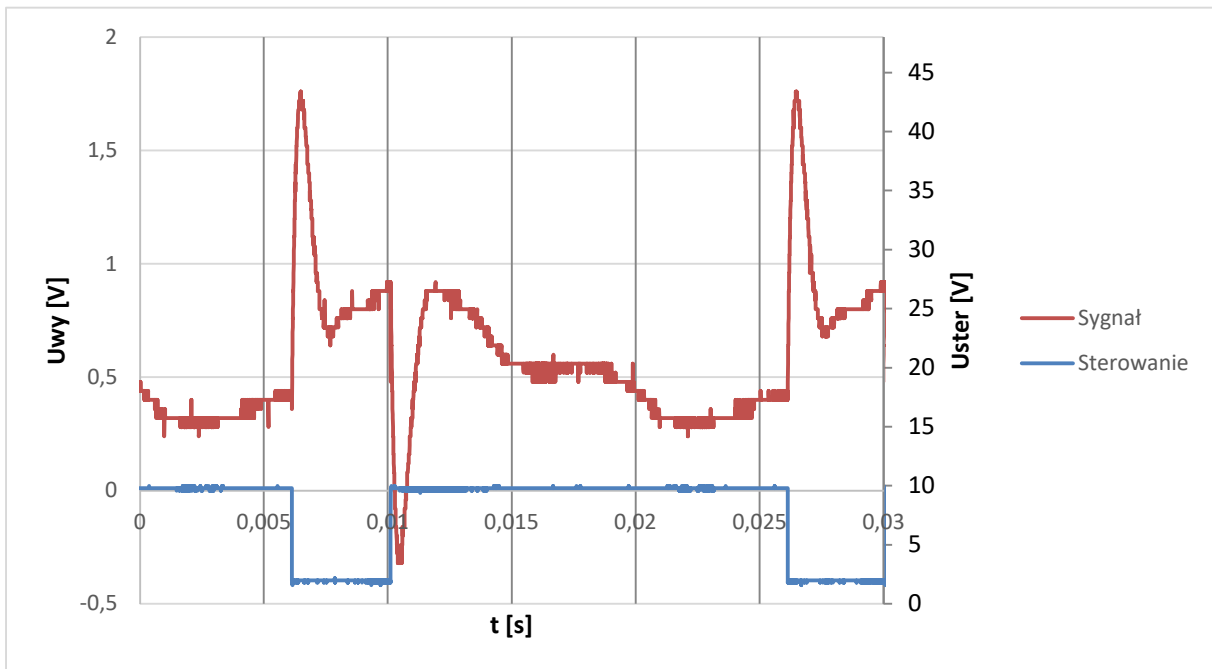
Pierwszym krokiem przy uruchamianiu spektrometru było takie ustawienie wolframowego ostrza, by uzyskać stabilne wyładowanie koronowe na jego czubku. Poprawność ustawienia sprawdzano przez zwiększanie samego napięcia U_2 aż do chwili uzyskania wyładowania iskrowego lub koronowego, zależnie od odległości ostrza od pierwszej elektrody strefy dryftu. Dobrano taką odległość, przy której napięcie U_2 wymagane do zapalenia stabilnego wyładowania koronowego (rys. 102) było najniższe (2,6 kV).



Rys. 102. Wyładowanie koronowe na czubku ostrza.

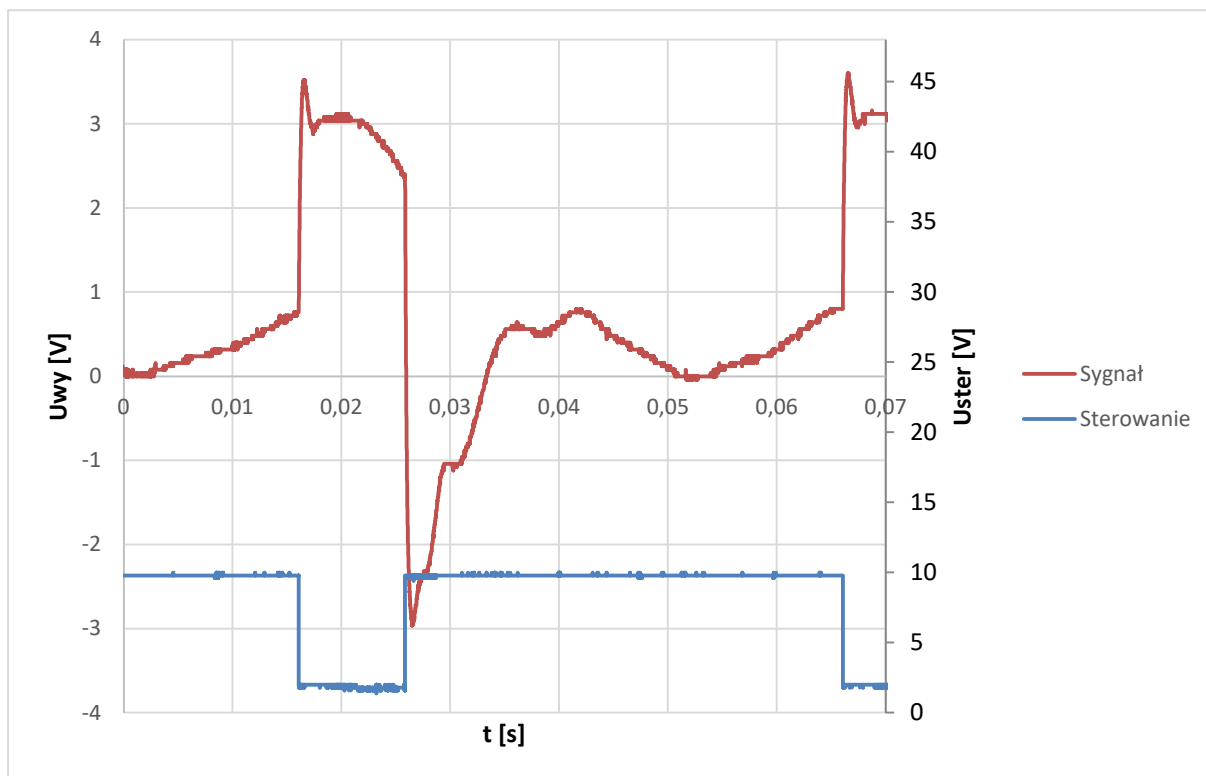
Po wyregulowaniu źródła jonów, spolaryzowano strefę dryftu napięciem $U_1 = 500$ V. Pozwoliło to stwierdzić, że obecność wyładowania powoduje stałą zmianę prądu mierzonego na elektrodzie detekcyjnej, a więc wywołuje ruch jonów. Kolejnym krokiem było obniżenie napięcia U_2 poniżej progu jonizacji i uruchomienie przerywacza zasilanego napięciem U_3 , w celu uzyskania wyładowania przerywanego. Następnie wyładowanie wygaszono,

zmniejszając napięcie U2 jeszcze bardziej, i zarejestrowano sygnał z detektora bez emisji jonów, ale przy pracującym układzie impulsowym (rys. 103).

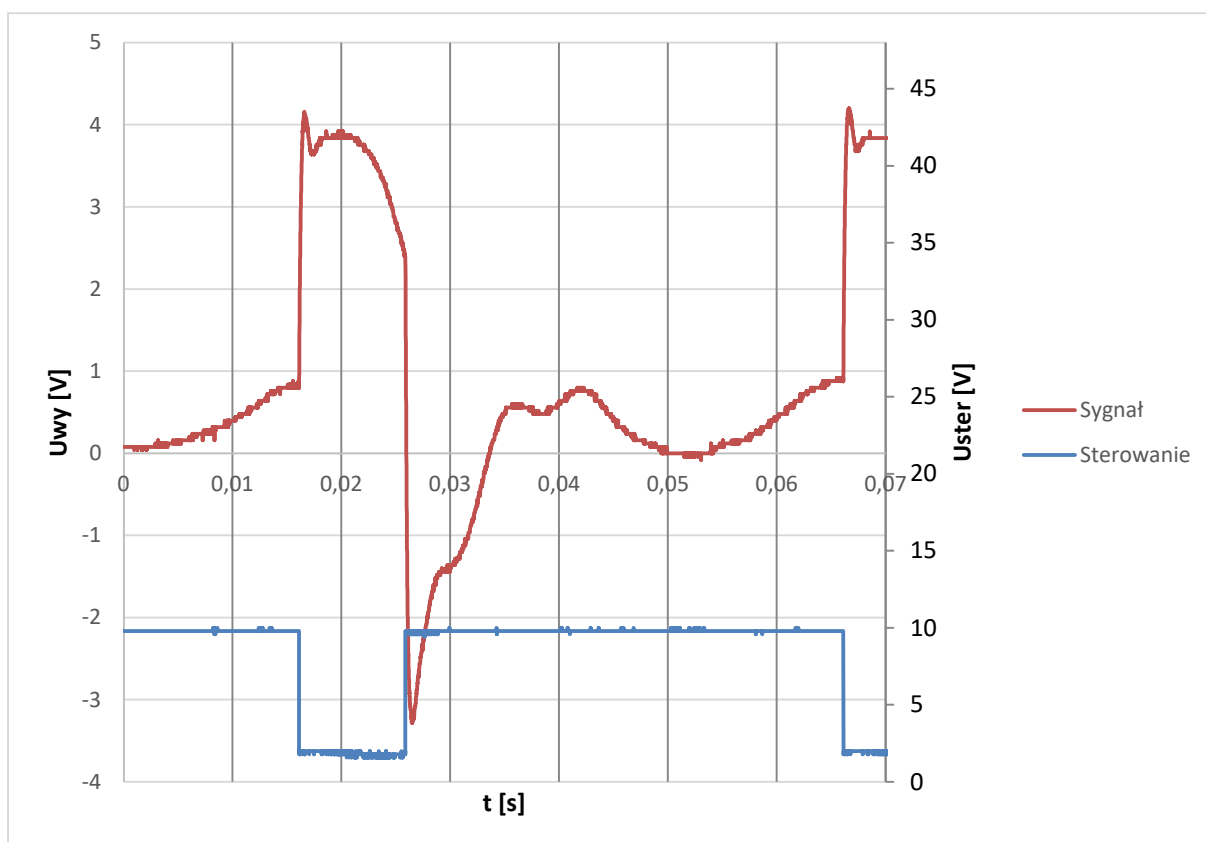


Rys. 103. Sygnał z detektora jonów (czerwony) przy braku jonów w układzie, ale pracującym układzie impulsowym. Przebieg na ostrzu źródła jonów (800Vpp) jest odwrócony względem sterującego (niebieski).

Ujawniły się przesłuchy od impulsów sterujących – przebiegu prostokątnego o amplitudzie 400 V i czasie narastania/opadania <math>< 50\text{ ns}</math>. Dają się zauważyć także regularne zafalowania przebiegu pomiędzy impulsami, będące najprawdopodobniej wynikiem odpowiedzi impulsowej użytego przedwzmacniacza. Kształt rejestrowanego sygnału uległ jednak wyraźnej zmianie po przywróceniu wyładowania – rys. 104. W dalszym ciągu obecne są przesłuchy oraz okresowe zafalowania, jednak można dostrzec przynajmniej jeden nowy „schodek”, zarejestrowany ok. 1 ms po wyłączeniu źródła jonów ($t=0,028\text{ s}$). Co więcej, schodek ten zanika po zmianie badanego gazu z powietrza na mieszaninę Penninga, tj. argon i neon (rys. 105).



Rys. 104. Sygnał z detektora jonów (czerwony) przy pracy w powietrzu. Przebieg na ostrzu źródła jonów jest odwrócony względem sterującego (niebieski).



Rys. 105. Sygnał z detektora jonów (czerwony) przy pracy w atmosferze argonu i neonu. Przebieg na ostrzu źródła jonów jest odwrócony względem sterującego (niebieski). Brak jest „schodka” w chwili $t=0,028$ s, widocznego na rys. 104.

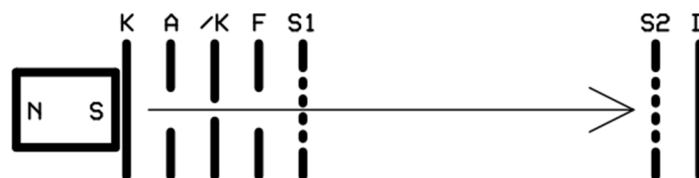
Próby przeprowadzone z innymi dostępnymi gazami – azotem i dwutlenkiem węgla – wykazały natomiast utratę stabilności lub zanikanie wyładowania koronowego w źródle jonów przy dużym stężeniu gazu. Mimo to, wynik wstępnego badania można było uznać za obiecujący, choć uzyskanie użytecznych parametrów spektrometru wymagałoby:

- skrócenia czasu trwania impulsu co najmniej do rzędu μs – znacznie poniżej czasu przelotu cząstek przez strefę dryftu, wynoszącą ok. 20 ms;
- zastosowania innego rodzaju wzmacniacza sygnału z detektora, np. wzmacniacza ładunkowego;
- opracowania systemu automatycznej stabilizacji wyładowania koronowego, by uniezależnić pracę przyrządu od składu badanej atmosfery.

Ze względu na złożoność zadań związanych z wymienionymi modyfikacjami a także większy stopień zaawansowania prac nad innymi rodzajami spektrometrów, prace nad spektrometrem ruchliwości jonów czasowo wstrzymano na tym etapie.

6.2.2. Spektrometr ToF

W tym rozdziale opisano prace nad spektrometrem czasu przelotu, *Time of Flight* – ToF. W przyrządzie tego typu, paczki jonów są poddawane działaniu siły elektrostatycznej, która nadaje cząstkom przyspieszenie zależne od ich masy. Następnie, cząstki dostają się do obszaru dryftu, w którym nie działa na nie żadna siła, a dzięki próżni (10^{-4} hPa) nie mają też miejsca częste zderzenia z innymi cząstkami. Różnice w prędkościach początkowych skutkują rozseparowaniem jonów – jony lżejsze, o wyższej prędkości początkowej, docierają do końca strefy dryftu szybciej, niż jony cięższe. Tam zostają wykryte przez detektor, a analiza zmian sygnału elektrycznego w czasie pozwala wykreślić spektrum masowe. Na rys. 106 przedstawiono podstawowy schemat spektrometru, zawierającego źródło jonów, strefę dryftu oraz elektrodę detekcyjną.



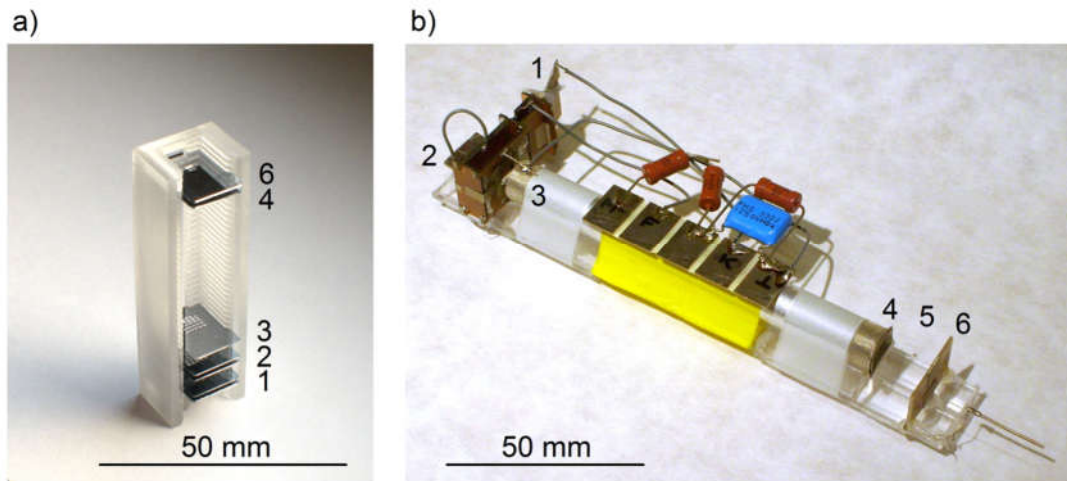
Rys. 106. Układ elektrod w spektrometrze ToF; K – katoda, A – anoda, /K – antykatoda, F – elektroda sterująca, S1 i S2 – siatki na końcach strefy dryftu, D – detektor jonów.

W przedstawionym przypadku, źródło jonów stanowią 3 elektrody: katoda (K), anoda (A) oraz antykatoda (/K). Gdy do anody zostaje przyłożone wysokie napięcie ($0,5 \div 2$ kV), a pozostałe elektrody są na potencjale masy, pojawia się między nimi ruch elektronów. Silne pole magnetyczne powoduje, że elektrony te poruszają się ruchem spiralnym, w czasie którego pokonują znacznie dłuższą drogę, niż odległość pomiędzy katodą i anodą. To zwiększa prawdopodobieństwo zderzenia elektronu z atomem gazu, który w jego wyniku zostaje zjonizowany. Źródło jonów działające na tej zasadzie zostało przetestowane i wykazało poprawną pracę w zakresie ciśnień od 10^{-6} do 1 hPa.

Elektroda F (formująca) jest elementem dwojakiego przeznaczenia. Polaryzowana niższymi napięciami, może służyć jako element układu optyki jonowej, pozwalającego na korekcję zbieżności wiązki. Przy odpowiednio wysokim napięciu, elektroda ta może pełnić funkcję elementu sterującego przepływem jonów.

Siatki S1 oraz S2 wyznaczają początek i koniec strefy dryftu, mając potencjał masy układu. Potencjał S1 można jednak zmieniać skokowo, w celu wykorzystania tej siatki, a nie elektrody F, do sterowania przepływem jonów. Potencjał S2 powinien być zawsze stały, by nie zakłócać ruchu jonów w strefie, a także nie zakłócać pracy detektora D, który jest przez nią ekranowany.

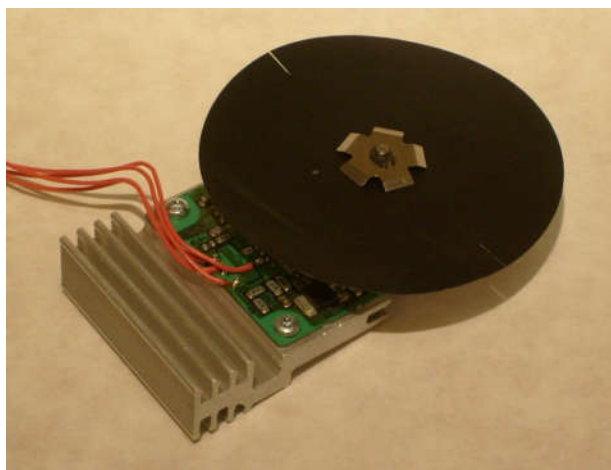
Układ podstawowy (rys. 107) może być rozwijany lub modyfikowany, na przykład przez dodanie płytki mikrokanalikowej przed elektrodą detekcyjną, wymianę detektora na inny lub obrócenie źródła jonów o pewien kąt i realizację dozowania jonów przez odchylenie wiązki.



Rys. 107. Testowane konstrukcje spektrometru ToF z dozowaniem jonów przez blokowanie (a) lub odchylenie (b) wiązki; 1 – ostrzowe źródło elektronów, 2 – obszar jonizacji i elektroda sterująca ruchem jonów, 3 – początek strefy dryftu, 4 – koniec strefy dryftu, 5 – miejsce na płytkę mikrokanalikową (zdemontowana i zabezpieczona po wyjęciu przyrządu z komory próżniowej), 6 – detektor elektronów.

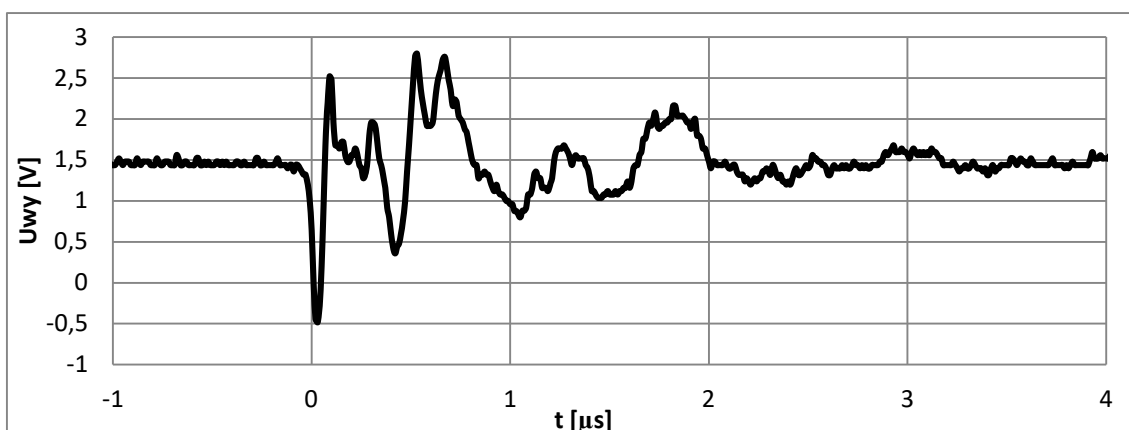
Ze względu na różne geometrie, każdy z badanych systemów polaryzowano indywidualnie dobranymi napięciami – 1 kV na anodzie, 0 V na katodach i od 200 do prawie 1000 Vpp na elektrodzie odpowiedzialnej za dozowanie. Problem stanowiły zakłócenia elektromagnetyczne, emitowane przez system dozujący i wpływające na pracę czułego układu pomiarowego, znajdującego się kilka centymetrów dalej. Szybkie zmiany napięcia na elektrodach dozujących, sięgające $40 \text{ kV}/\mu\text{s}$, wprzęgały się do systemu pomiarowego przez najmniejsze pojemności montażowe i zakłócały jego pracę.

W celu chwilowego ominięcia problemu, by przetestować system pomiarowy, zastąpiono elektrostatyczne sterowanie wiązką przerywaczem mechanicznym (rys. 108). Była to lekka tarcza o średnicy 80 mm, wycięta laserowo z folii samoprzylepnej, a następnie naklejona na krążek folii aluminiowej i umocowana na wale wysokoobrotowego silnika bezszczotkowego. Na krawędzi tarczy wycięto dwie szczeliny o szerokości $500 \mu\text{m}$, służące do przepuszczania krótkich paczek jonów.



Rys. 108. Mechaniczny przerywacz wiązki jonów.

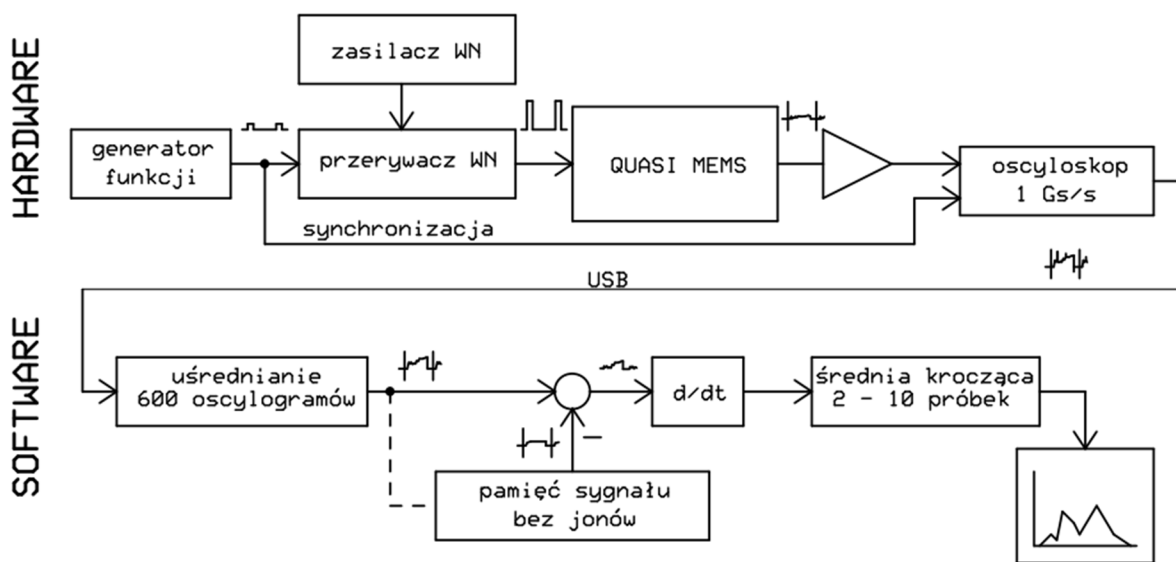
Tarcza, rozprędzona w próżni do prędkości 40000 min^{-1} , przepuszczała 1333 paczki jonów na sekundę. Czas trwania każdej z nich wynosił ok. $5 \mu\text{s}$, przy założeniu, że szerokość szczelin była porównywalna ze średnicą wiązki jonów. Brak szybkozmiennych napięć o wysokich amplitudach pozwolił zredukować poziom zakłóceń i po raz pierwszy zarejestrować sygnał z detektora (rys. 109), będący wynikiem wykrycia paczki cząstek.



Rys. 109. Prąd z detektora jonów w funkcji czasu, przy mechanicznym przerywaniu wiązki.

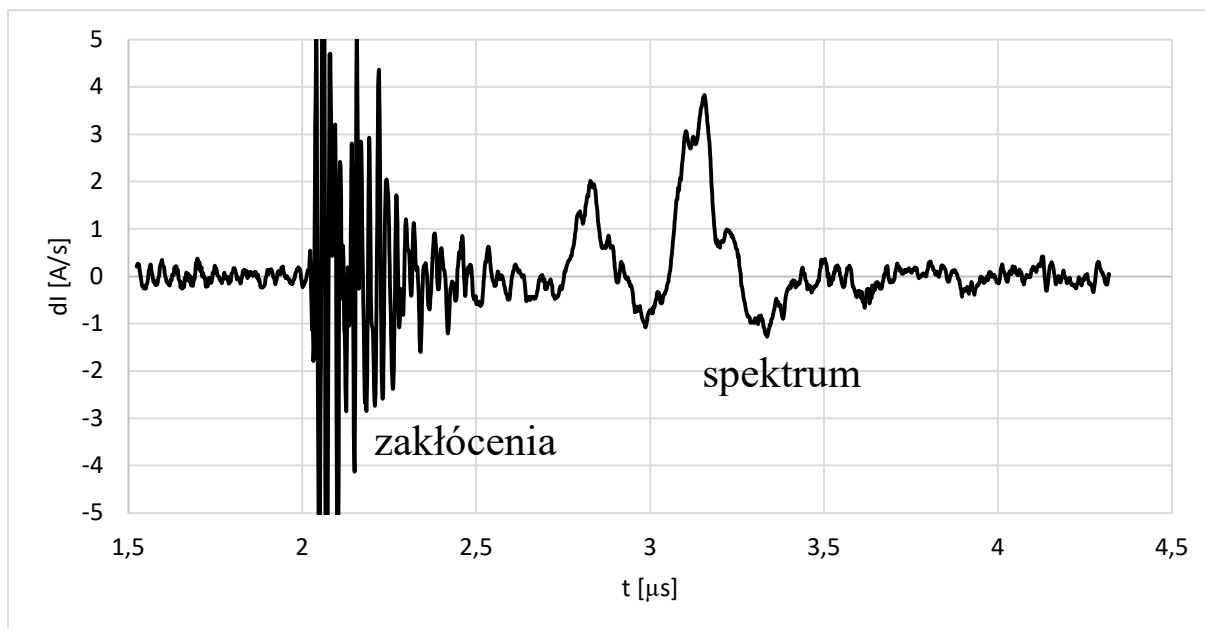
Choć zarejestrowany sygnał miał już kształt zbliżony do oczekiwanego, nie można go było uznać za wynik końcowy. Mechaniczny przerywacz wiązki nie mógł być traktowany jako rozwiązanie ostateczne, gdyż wymagał dużej przestrzeni, w której musiała być zapewniona próżnia. Ponadto, jako delikatny element ruchomy, wirujący z bardzo dużą prędkością, byłby narażony na uszkodzenia. Chłodzenie silnika pracującego stale w próżni także wymagałoby opracowania stosownych rozwiązań technicznych. Doświadczenie pozwoliło jednak na jednoznaczne określenie przyczyny obserwowanych wcześniej silnych zakłóceń, zamazujących cały sygnał użyteczny.

Problem zakłóceń w systemie sterowanym elektrostatycznie udało się rozwiązać w znacznym stopniu dopiero po zmodyfikowaniu stanowiska próżniowego, co pozwoliło na istotne skrócenie połączeń elektrycznych, oraz zastosowaniu ekranowanego detektora z przedwzmacniaczem i kilkustopniowej, cyfrowej obróbki sygnału. Na rys. 110 przedstawiono schemat całego układu pozyskiwania i przetwarzania danych, który pozwolił zredukować wpływ zakłóceń i przeprowadzić wstępną charakterystycję spektrometru.



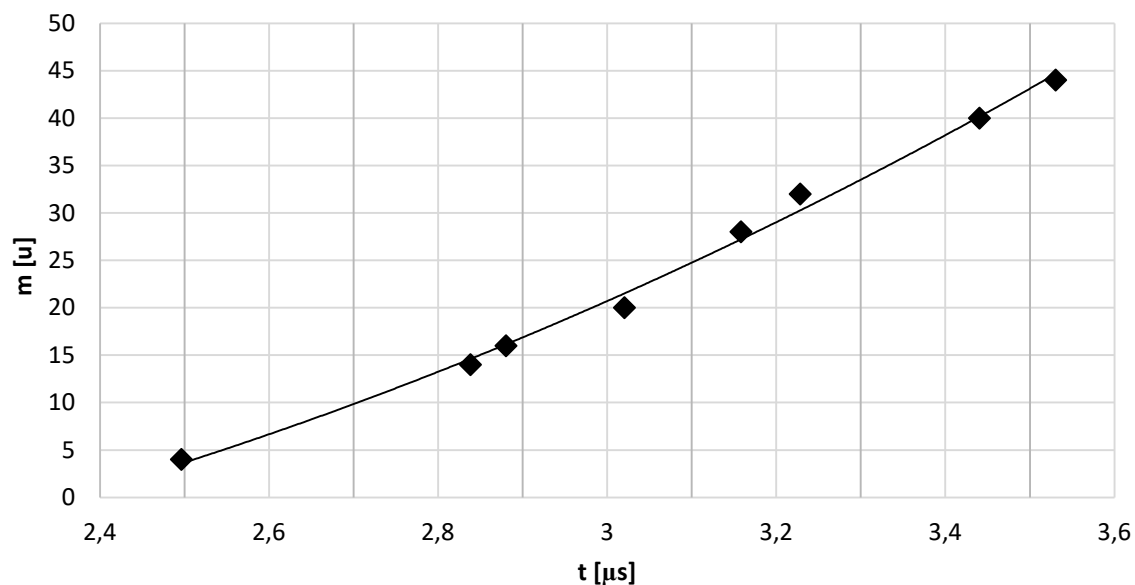
Rys. 110. Schemat blokowy spektrometru ToF. Nad drogą sygnału zaznaczono jego przybliżony kształt po każdym etapie przetwarzania.

System składa się z części sprzętowej oraz programowej. Do części sprzętowej należy układ generowania impulsów bramkujących (400 V_{pp}, 600 Hz – punkt 4.5), „quasi MEMS” struktura spektrometru wykonana częściowo techniką MEMS (elektrody) a częściowo technikami klasycznymi i druku 3D (mocowania elektrod, ekrany), przedwzmacniacz prądu jonowego ze zintegrowaną elektrodą detekcyjną (punkt 4.8), oraz oscyloskop Siglent SDS1104. Rejestrowane przebiegi, w formie serii kolejnych próbek z przetwornika oscyloskopu, przesyłane są do komputera. Szумы i przypadkowe zakłócenia są usuwane przez obliczanie średniej z 600 kolejnych oscylogramów. Stałe zakłócenia, m. in. silne szpilki indukowane przez system bramkujący, są usuwane przez odejmowanie od uśrednionych oscylogramów przebiegu zarejestrowanego przed włączeniem zasilania źródła jonów. Wynikowy sygnał jest różniczkowany, obliczana jest średnia krocząca kilku kolejnych próbek (ostatni etap redukcji szumów) a wynik prezentowany jest w formie wykresu dU(t) (rys. 111).



Rys. 111. Sygnał z detektora po obróbce, w funkcji czasu.

W celu charakteryzacji spektrometru zarejestrowano kilka takich wykresów dla znanych gazów, jak argon, hel, dwutlenek węgla, azot, tlen czy neon. Na ich podstawie wykreślono zależność masy atomowej od zmierzonego czasu przelotu (rys. 112).

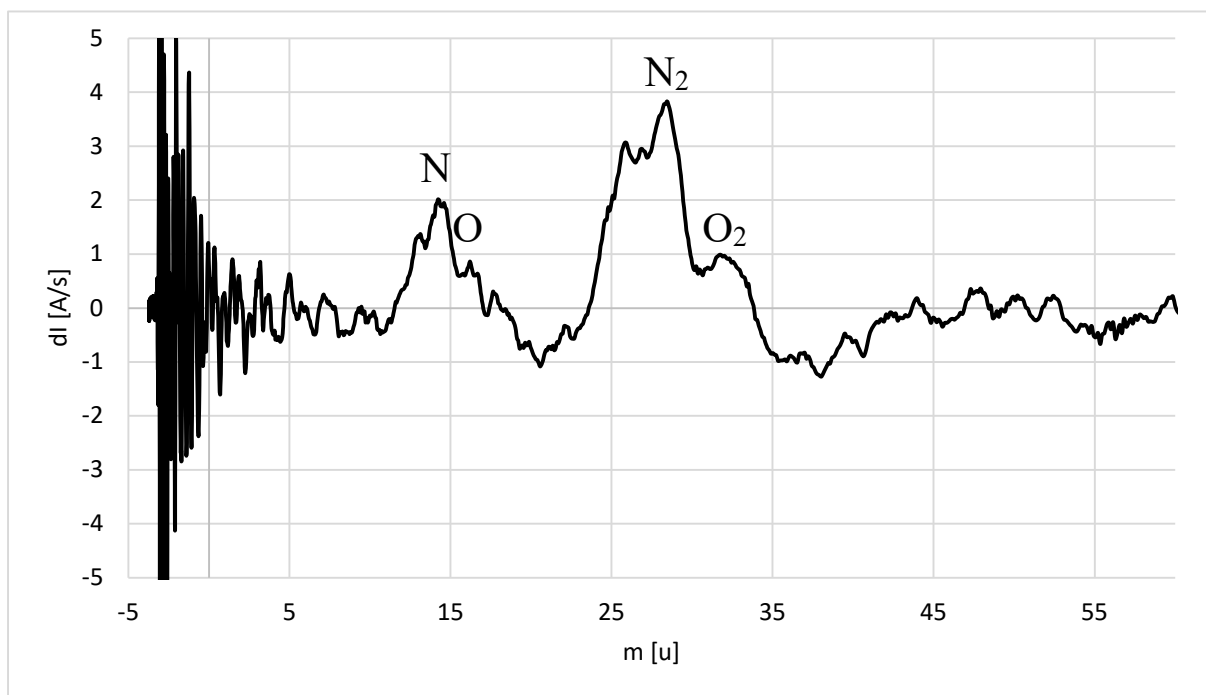


Rys. 112 Krzywa kalibracyjna spektrometru, wyznaczona na podstawie pomiarów znanych gazów

Relacja pomiędzy masą a czasem przelotu, w teorii ma postać $m=kt^2$, gdzie k jest stałą przyrządu. Do uzyskanej serii punktów dopasowano funkcję:

$$m = a(t-b)^2+c \quad (13)$$

gdzie stała $a=19,15$ jest związana z geometrią konstrukcji spektrometru, natomiast stałe $b=1,86 \mu\text{s}$ oraz $c=-3,72$ u wynikają ze specyfiki układów elektronicznych. Dzięki określeniu tej zależności, możliwa była próba rozpoznawania mieszanin nieznanymi gazów na podstawie zmierzonego przebiegu. Przykładowy rezultat uzyskany dla powietrza przedstawiono wraz z opisami na rys. 113.



Rys. 113. Widmo masowe powietrza uzyskane spektrometrem ToF.

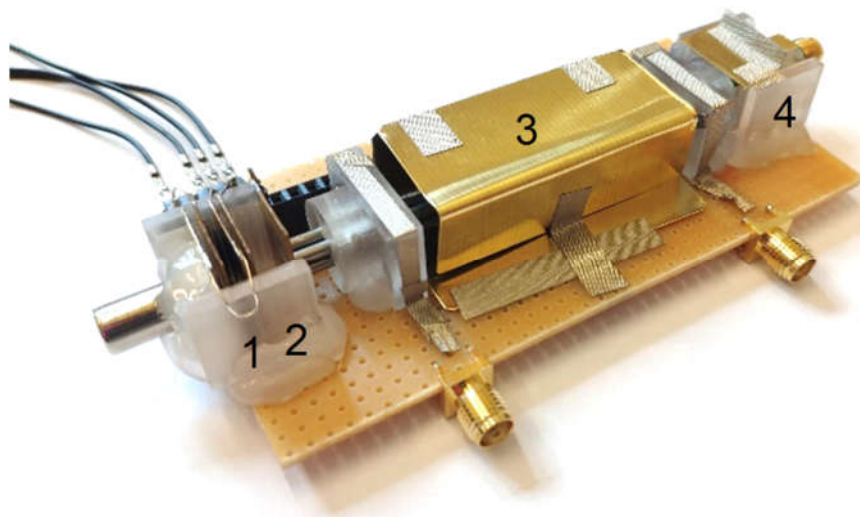
Można tutaj rozróżnić nie tylko sygnały pochodzące od zjonizowanych atomów tlenu i azotu, ale także od zjonizowanych cząsteczek N_2 i O_2 . Nie wszystkie gazy da się jednak rozpoznać, za sprawą nadal widocznych zakłóceń spowodowanych przez system bramkujący. Minimalna masa możliwa do rozpoznania jest w tym momencie równa ok. 8 u.

6.2.3. Spektrometr kwadrupolowy

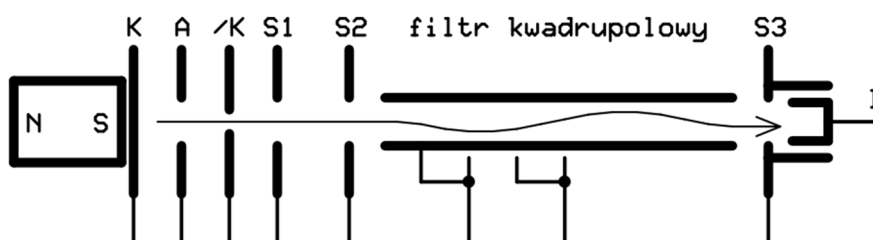
W tym rozdziale pokrótce opisano konstrukcję i charakterystykę jednego ze skonstruowanych spektrometrów z filtrem kwadrupolowym. Spektrometry tego typu rozdzielają jony według ich mas (ściślej – stosunków mas do ładunków) dzięki kombinacji dwóch składowych pola elektrycznego, wytwarzanego pomiędzy czterema elektrodami prętowymi [50]. Składowa wielkiej częstotliwości powoduje powstanie pułapki jonowej, w osi której zostają uwięzione cząstki o małych masach. Im mniejsze jest natężenie pola elektrycznego wielkiej częstotliwości, tym mniejsza jest masa cząstek, które mogą zostać uwięzione w osi filtru i wzdłuż niej dostać się do detektora. Trajektoriami cięższych jonów jest w danych warunkach niestabilna i kończy się ich rozładowaniem po oddaleniu od osi i zderzeniu z jedną z elektrod filtru. Składowa stała pola elektrycznego odpowiada natomiast za filtrowanie mas najmniejszych, których mała bezwładność nie pozwala na utrzymanie się ich blisko osi filtru. Tym sposobem, pole w.cz. pełni rolę filtru górnoprzepustowego, a pole o stałym natężeniu działa jak filtr dolnoprzepustowy. Odpowiednie dobranie natężeń jednej i drugiej składowej pozwala odfiltrowywać jony nawet o bardzo wąskim zakresie m/z . Jeżeli obie składowe pola elektrycznego będą zmieniane w czasie pomiaru, to sygnały z detektora pozwolą wykreślić całe spektrum masowe.

Zaletą filtrów kwadrupolowych jest brak emisji szerokopasmowych zakłóceń, jaka ma miejsce np. w systemach z pomiarem czasu przelotu. Przechodzenie filtru może odbywać się powoli, co pozwala na wydłużenie czasu pomiaru prądu wywołanego przepływem cząstek o danej masie i zwiększenie w ten sposób stosunku sygnału do szumu. Wśród wad można wymienić za to względnie dużą złożoność układów sterowania, wynikającą z konieczności generowania wielu różnych sygnałów sterujących.

Na rys. 114 przedstawiono wygląd przyrządu, którego uruchomienie oraz wstępną charakterystykę opisano w niniejszym rozdziale. Była to struktura otwarta, wymagająca uruchamiania w komorze próżniowej. Jej schemat widoczny jest na rys. 115.



Rys. 114. Jeden z wariantów spektrometru kwadrupolowego; 1 - elektrody źródła jonów, 2 - elektroda ogniskująca, 3 - filtr kwadrupolowy w ekranującej obudowie, 4 - detektor jonów (konstrukcja i fotografia dr. inż. Piotra Szyszki).

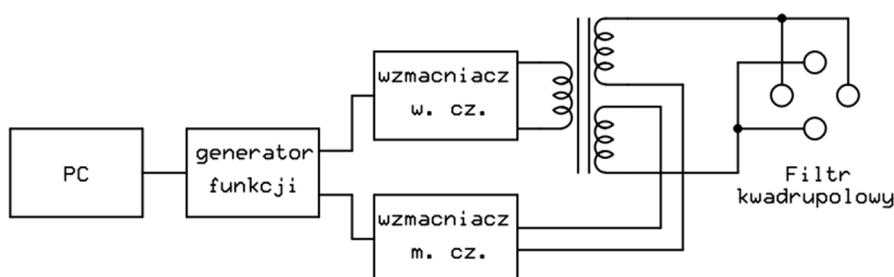


Rys. 115. Układ elektrod w spektrometrze kwadrupolowym; K – katoda, A – anoda, /K – antykatoda, S1 i S2 – elektrody ogniskująco-ekranujące, S3 – siatka ekranująca, D – detektor jonów.

Przyrząd złożony jest z następujących bloków funkcjonalnych:

- źródła jonów identycznego jak w spektrometrze ToF (6.2.2), składającego się z trzech elektrod (katody K, anody A i antykatody /K) oraz magnesu zapewniającego wydłużenie drogi elektronów w obszarze jonizacji;
- dwóch elektrod S1 i S2, tworzących wraz z antykatodą soczewkę unipotencjalną formującą wiązkę jonów;
- filtru kwadrupolowego, zbudowanego z 4 stalowych prętów umocowanych w precyzyjnych uchwytach;
- elektrody ekranującej S3;
- kubka Faradaya, stanowiącego detektor jonów.

Do zasilania i przestrajania filtra kwadрупolowego zastosowano układy elektroniczne, opracowane i skonstruowane przez członków zespołu badawczego. Jednym z wykorzystanych modułów był wzmacniacz m.cz. z wyjściem różnicowym, opisany w tej rozprawie (rozdział 4.6). Równolegle z nim działa wzmacniacz w.cz. (transformatorowy układ push-pull klasy A), a sygnały z obu modułów są sumowane w obrębie specjalnie wykonanego transformatora (rys. 116). Rolą transformatora jest także zwiększenie amplitudy napięć wielkiej częstotliwości – rekordowo osiągnięto ponad 1,2 kV przy częstotliwości 8 MHz. Tak wysokie napięcie powinno pozwolić na filtrowanie nawet zjonizowanych cząsteczek o bardzo dużych masach, a nie tylko atomów.

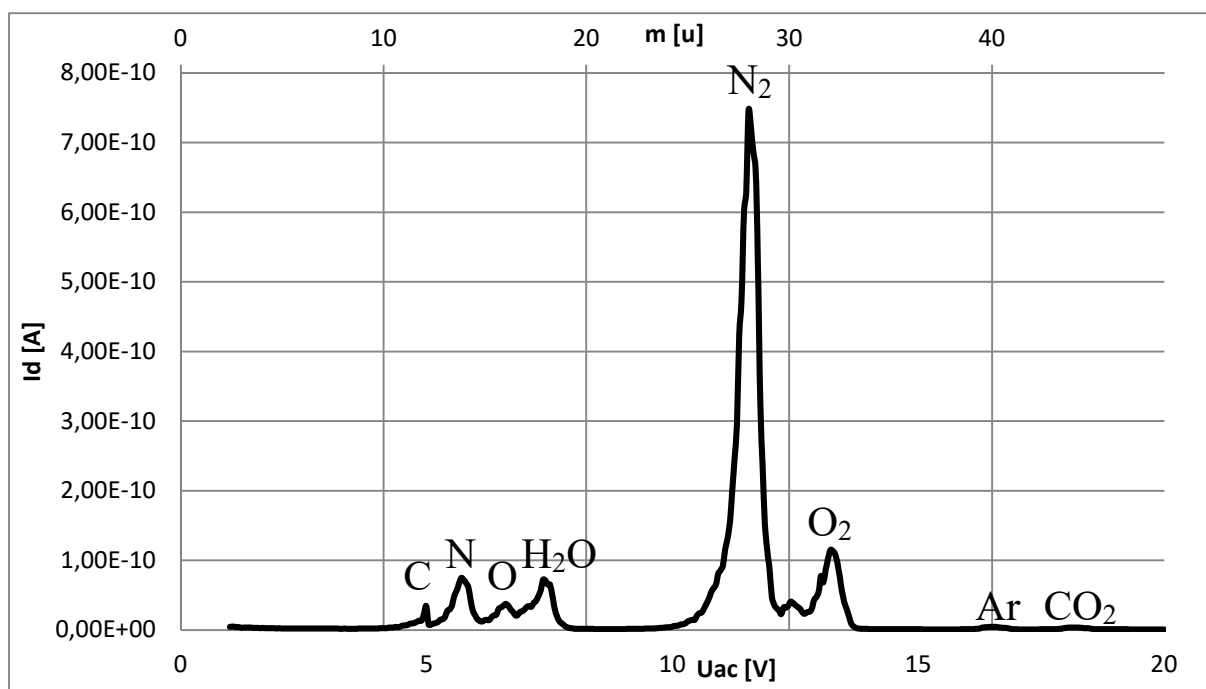


Rys. 116. Schemat blokowy układu zasilania filtra kwadрупolowego.

Zastosowanie generatora funkcji typu DDS w roli źródła sygnałów m.cz. i w.cz. pozwoliło na łatwe zbudowanie automatycznego systemu pomiarowego sterowanego komputerowo. Program komputerowy ustawiał coraz większe amplitudy sygnałów sterujących, po czym mierzył prądy jonowe przy użyciu SMU Keithley 237 i zapisywał je w pliku. Analiza widm masowych kilku znanych gazów (azot, tlen, argon) pozwoliła na określenie korelacji między amplitudą napięcia wielkiej częstotliwości a masą jonów przedostających się do detektora. Zależność ta jest liniowa i ma postać

$$m [u] = kU [V] \quad (14)$$

gdzie k jest stałą spektrometru, równą w tym przypadku 2,4253. Przykładowe spektrum masowe powietrza, uzyskane skonstruowanym przyrządem, przedstawiono na rys. 117.



Rys. 117. Spektrum masowe powietrza zmierzone spektrometrem kwadrupolowym.

Na podstawie otrzymanego wykresu można określić szerokość połówkową spektrometru, wynoszącą około 1 u. Nie są widoczne żadne zakłócenia, a krzywa pozwala nie tylko na określenie rodzajów gazów, wchodzących w skład badanej atmosfery, ale także ich ilości. To wymaga jednak wyskalowania przyrządu. Niezbędna jest rozbudowa stanowiska pomiarowego o system precyzyjnego dozowania gazów i porównawczych pomiarów składu atmosfery. Prace nad dalszą charakteryzacją spektrometru kwadrupolowego oraz nowymi wersjami układów sterujących, trwają.

6.3. Miniaturowe źródło rentgenowskie

W tym rozdziale opisano własne badania nad miniaturowym źródłem rentgenowskim, prowadzone w ramach projektu NCN nr UMO-2021/41/B/ST7/01615. Były to głównie wstępne badania materiałowe, których cel stanowiła ocena właściwości różnych materiałów, mogących znaleźć zastosowanie w źródle promieniowania lub w systemie jego detekcji. Wyniki opisanych prac przedstawiono na konferencji [64].

6.3.1. Badania materiałów scyntylacyjnych

W ramach przygotowań do projektu mikroźródła X, sprowadzono łącznie 11 rodzajów materiałów scyntylacyjnych oraz gotowych scyntylatorów, mających stanowić część systemu detekcji promieniowania.

Materiałami scyntylacyjnymi były luminofory (*Phosphor Technology ltd.*) w postaci proszku:

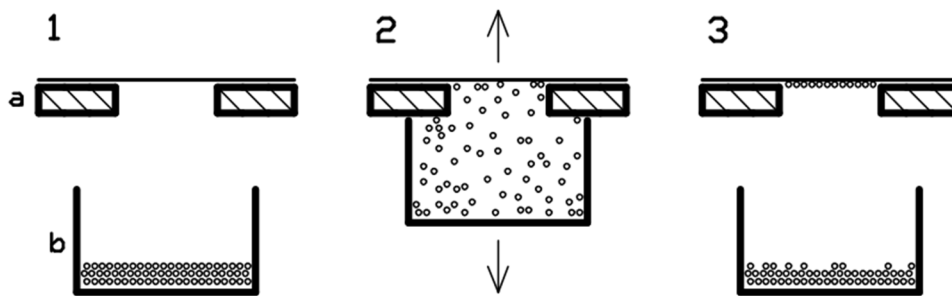
- $Gd_2O_2S:Eu$,
- $Gd_2O_2S:Pr$,
- $Gd_2O_2S:Tb$,
- $Y_2O_2S:Tb$,
- $(Zn,Cd)S:Ag$,
- $ZnS:Ag$,
- oraz dwa rodzaje luminoforów o nieujawnionym składzie, stosowane w lampach rtęciowych (LRF).

Wśród gotowych scyntylatorów znalazły się:

- Hamamatsu J6679 (kryształ CsI:Ti na płycie obrazodowej),
- Hamamatsu J8734 (kryształ CsI:Ti na podłożu z węgla amorficznego),
- Scintacor Luminex (sprasowany luminofor $Gd_2O_2S:Tb$ na podłożu z tworzywa sztucznego),
- fragment podłoża, na jakim wykonywano świecące w ciemności tabliczki – drogowskazy np. do wyjścia awaryjnego.

Celem badań opisanych w tym rozdziale było porównanie czułości i sprawności wszystkich wymienionych materiałów, pozwalające wybrać materiał najlepszy do dalszych badań nad mikroźródłem.

Pierwszym etapem prac było przygotowanie scyntylatorów z luminoforów w postaci proszku, które w tej postaci są mało praktyczne. Wykonano kilka prób nanoszenia proszku na szklane płytki lub folie z tworzyw sztucznych, obejmujących osadzanie z zawiesiny w różnych cieczach lub osadzanie na lepkiej powierzchni. To właśnie ta druga metoda okazała się skuteczna, powtarzalna oraz oszczędna. Zilustrowano ją na rys. 118.



Rys. 118. Kolejne kroki nanoszenia równej warstwy luminoforu na powierzchnię folii. 1a – ramka z naklejoną folią samoprzylepną, 1b – pojemnik z proszkiem, 2 – nanoszenie przez potrząsanie, 3 – gotowa warstwa.

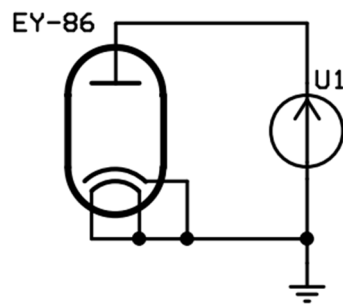
Najpierw przygotowano zestaw ramek (krok 1, a), wyfrezowanych z laminatu FR4 bez folii miedzianej. Wybór materiału był podyktowany jego dobrymi właściwościami przy pracy w próżni – nie stwierdzono wyraźnej emisji gazów. Następnie, na każdą ramkę równo naklejono kawałek taśmy samoprzylepnej „Scotch”. Małą ilość luminoforu do naniesienia umieszczono w pojemniku „Eppendorf” (krok 1, b). W drugim kroku, do wylotu pojemnika przyłożono ramkę z taśmą i potrząsnęto całym takim zestawem. Po oddzieleniu pojemnika (krok 3), na powierzchni taśmy pozostała cienka, równomierna warstwa luminoforu. Tak przygotowane scyntylatory przedstawiono na rys. 119.



Rys. 119. Wykonane scyntylatory z 8 rodzajów luminoforów.

Drugim etapem prac było przygotowanie stanowiska i testowego źródła promieniowania X o niskiej energii, równej przewidywanej energii emisji mikroźródła (tj. $10 \div 20$ keV). Jako, że celem badania była zgrubna ocena czułości materiałów, nie stawiano wobec testowego źródła wysokich wymagań poza stabilnością w czasie. W roli źródła wykorzystano zatem kenotron EY-86 – wysokonapięciową diodę próżniową. Lampy tego typu są nadal łatwo dostępne (stan na 2022 rok) i znane z możliwości słabej emisji miękkiego promieniowania X [51]. Mimo, iż EY-86 jest diodą pośrednio żarzoną, a więc zawierającą termoemisyjne źródło elektronów, wykorzystano ją bez podłączenia żarzenia (rys. 120). Słaba, połowa emisja elektronów, powinna pozwolić na osiągnięcie wysokiego

napięcia anodowego bez przepływu prądu o natężeniu sięgającym miliamperów i ryzyka termicznego zniszczenia anody lampy.



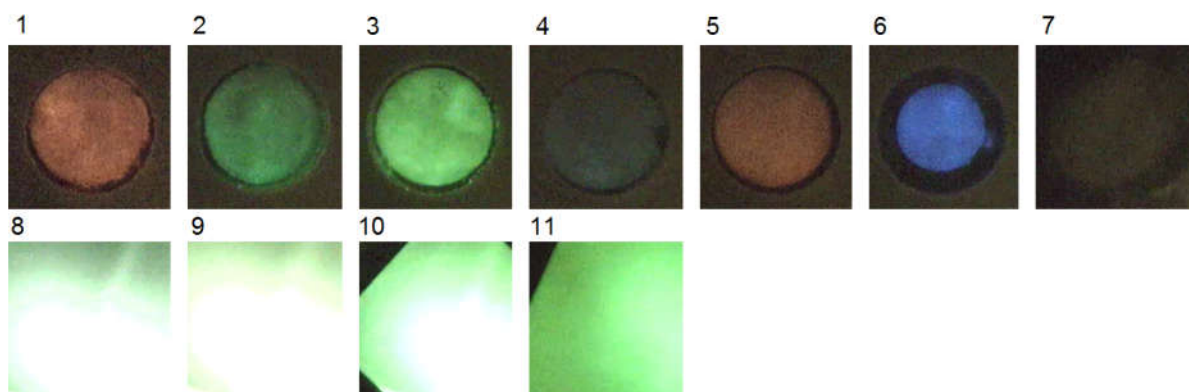
Rys. 120. Układ zasilania kenotronu EY-86 dla uzyskania emisji rentgenowskiej.

Diodę umieszczono w komorze próżniowej, którą w tym przypadku wykorzystano wyłącznie w celu podstawowej ochrony przed promieniowaniem jonizującym. Ściany komory, wykonane z płyt stalowych o grubości min. 15 mm, są równoważnikiem 5 mm ołowiu. Wymagana grubość osłony dla aparatów rentgenowskich, pracujących przy napięciu do 125 kV, wynosi natomiast 2 mm Pb [52]. Przedni wizjer komory zasłonięto kawałkiem blachy ołowianej o grubości 2 mm, natomiast nad wizjerem górnym umieszczono przemysłową kamerę HD wysokiej czułości (model ACH-WTD6000) z obiektywem Computar 5÷50 mm (f1:1,3), pozwalającą na obserwację wnętrza komory. Do pomiarów mocy dawki zastosowano dozymetr osobisty Atomtex AT3509B z sensorem półprzewodnikowym, a także kontrolnie licznik Geigera-Müllera „Polaron Prypec RKS-20.03” (*Полярон Припяць РКС-20.03*). Diodę zasilono z zasilacza wysokonapięciowego własnej konstrukcji (urządzenie będące jej rozwinięciem opisano w rozdziale 4.1). Przy napięciu 20 kV, oba przyrządy wskazały moc dawki (moc równoważnika dawki pochłoniętej) na poziomie 50 $\mu\text{Sv/h}$ w odległości 50 mm od lampy. Nie zarejestrowano przy tym zmiany poziomu promieniowania na zewnątrz stalowej komory, stanowiącej osłonę. Obserwacje przy pomocy systemu wizyjnego wykazały natomiast, że szkło bańki lampy świeci słabym, niebieskim światłem, pod wpływem emisji X. Z tego powodu oklejono lampę nieprzezroczystą, czarną taśmą (rys. 121), by światło emitowane przez bańkę lampy nie przeszkadzało przy pomiarach jaskrawości świecenia scyntylatorów.



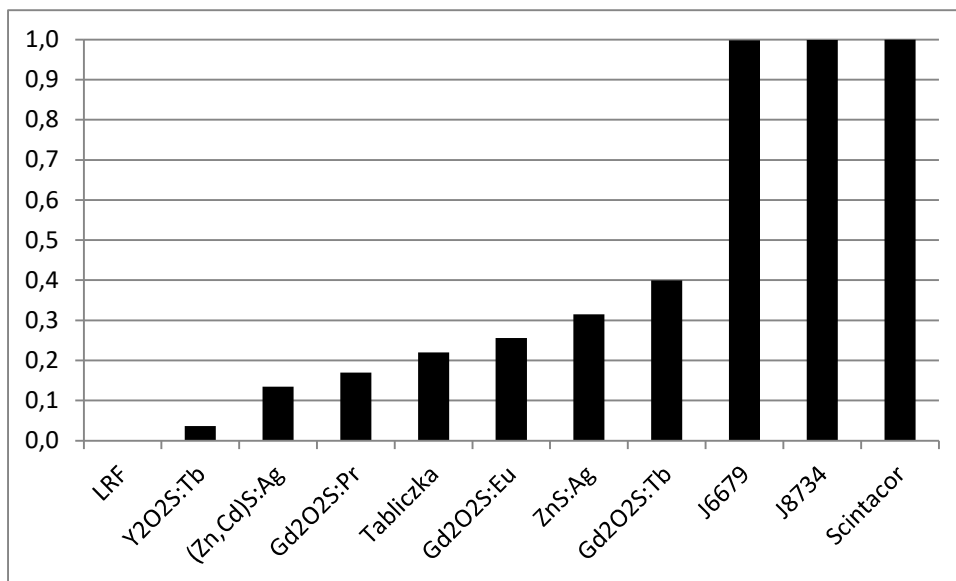
Rys. 121. Kenotron EY-86 przygotowany do emisji X (górny) oraz sama lampa (dolna).

Trzeci etap badań polegał na ustawianiu kolejnych scyntylatorów w jednakowej odległości od lampy, włączaniu napięcia anodowego 20 kV po zamknięciu komory i rejestrowaniu obrazu przy pomocy kamery z wyłączonym układem automatycznej regulacji wzmocnienia. Uzyskane obrazy zestawiono na rys. 122 - w górnym rzędzie dla luminoforów na taśmie samoprzylepnej, w dolnym dla pozostałych materiałów.



Rys. 122. Świecenie materiałów scyntylacyjnych przy jednakowym pobudzeniu: 1 – $Gd_2O_2S:Eu$, 2 - $Gd_2O_2S:Pr$, 3 - $Gd_2O_2S:Tb$, 4 - $Y_2O_2S:Tb$, 5 – $(Zn,Cd)S:Ag$, 6 – $ZnS:Ag$, 7 – luminofor do lamp rtęciowych LRF, 8 – Hamamatsu J6679, 9 – Hamamatsu J8734, 10 – Scintacor Luminex, 11 – podłoże do tabliczek świecących w ciemności.

W celu umożliwienia dokładnego porównania, przy pomocy programu AJAS (rozdział 5.6) zmierzono na każdym ze zdjęć jaskrawości obszarów o jednakowej powierzchni. Za jaskrawość „tła” przyjęto wynik dla materiału nr 7 (luminofor do LRF), gdyż jako jedyny nie wykazał on świecenia. Poziom ten odjęto od wszystkich wyników, które następnie znormalizowano względem najwyższej jaskrawości materiału nr 10 (Luminex). Otrzymane dane zestawiono w formie wykresu (rys. 123).



Rys. 123. Porównanie jaskrawości świecenia scyntylatorów przy jednakowym pobudzeniu promieniowaniem rentgenowskim.

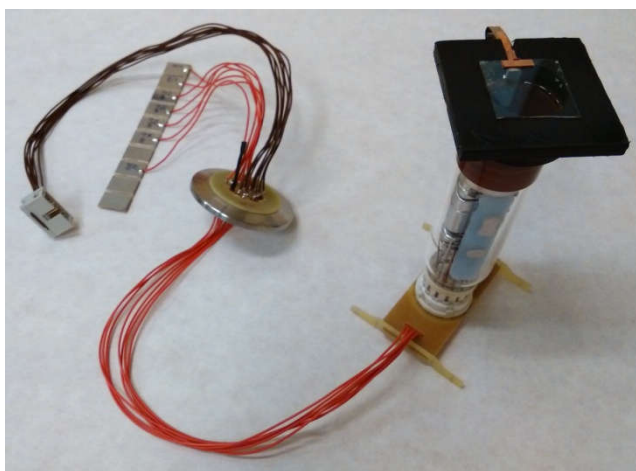
Otrzymane dane jednoznacznie wskazują, że przy energii pobudzenia poniżej 20 keV, najwyższą czułość wśród luminoforów wykazuje Gd₂O₂S:Tb. Jego jaskrawość stanowi jednak nie więcej niż 40% jaskrawości gotowych scyntylatorów z jodku cezu (J6679 i J8734) lub sprasowanego Gd₂O₂S:Tb. Różnice w tej grupie są na wykresie niewidoczne, co wynika z osiągnięcia końca zakresu pomiarowego kamery. „Surowa”, średnia jaskrawość obszarów zmierzona przy pomocy programu AJAS, przekraczała w ich przypadku poziom 254. Oznacza to, że wiele pikseli miało maksymalną jaskrawość (255) a tylko nieliczne były ciemniejsze. Obecność ciemniejszych pikseli oznacza jednak, że poziom jaskrawości nie mógł znacznie przekroczyć zakresu. Z tego powodu uznano, że wszystkie 3 scyntylatory mają porównywalną czułość. Dokładne rozróżnienie i tak nie byłoby w tym przypadku celowe, gdyż każdy ze scyntylatorów ma zupełnie inne właściwości mechaniczne (jak sztywność, wymiary, możliwość cięcia), więc to one będą miały pierwszeństwo przy wyborze scyntylatora do danego zastosowania.

6.3.2. Charakteryzacja anod

W ramach projektu, w laboratoriach Katedry Mikrosystemów wykonano krzemowe anody do mikroźródła X, mające postać membran o grubości ok. 15 μm. Ze względu na fakt, że prążki w widmie emisyjnym czystego krzemu nie występują przy energiach wyższych od 2 keV [53], elektrody te pokryto warstwami metalicznymi: Cu, Mo, Ni, Ta, W. Warstwy nanoszono techniką PVD, odmierzając 3 różne czasy ekspozycji membrany: 1, 2 lub 4 minuty. Otrzymano w ten sposób zestaw 15 próbek – po 3 różne grubości warstwy każdego

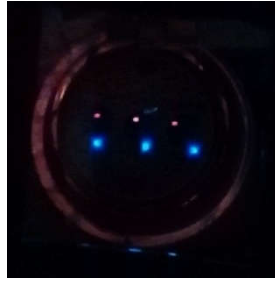
z 5 metali. Celem doświadczenia opisanego w tym rozdziale była ocena emisji promieniowania rentgenowskiego z przygotowanych próbek pobudzanych wiązką elektronową. Uzyskane wyniki miały pozwolić na określenie, który rodzaj pokrycia oraz jaka jego grubość jest optymalna do zastosowania w roli anody mikroźródła X.

Przygotowania do przeprowadzenia doświadczenia obejmowały skonstruowanie odpowiedniego stanowiska pomiarowego oraz dobór stabilnej w czasie wyrzutni elektronów. Emitery polowe, konstruowane obecnie w Katedrze (tj. w 2022 roku), jeszcze nie mają odpowiednio wysokiej stabilności ani dostatecznie długiej żywotności. Wobec tego, w celu przeprowadzenia doświadczenia wymagającego stabilnej emisji, postanowiono posłużyć się działem elektronowym z kolorowej lampy kineskopowej. Emitery tego typu są jeszcze łatwo dostępne, bardzo tanie, a jako produkt seryjny – powtarzalne i stabilne. Działo elektronowe, odcięte od lampy kineskopowej razem z szyjką, uzupełniono o stosowną podstawkę z przyłączeniami elektrycznymi oraz kołnierz po stronie anody (rys. 124). Elementy te wykonano z litego polietylenu oraz laminatu szklano-epoksydowego, ze względu na dobrą pracę tych materiałów w próżni.



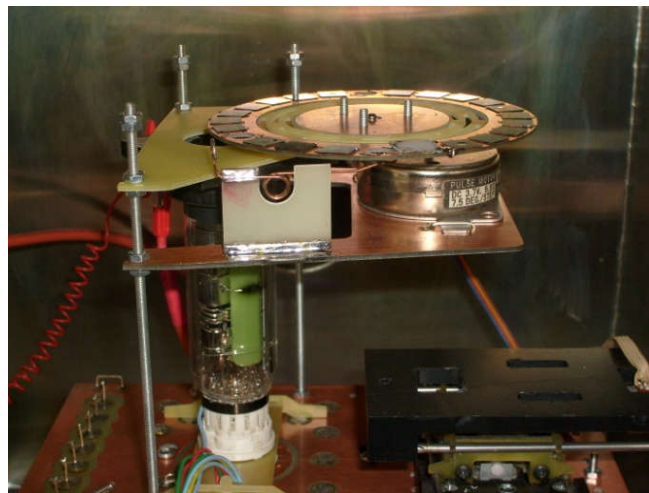
Rys. 124. Odcięte od kineskopu działo elektronowe, przygotowane do uruchomienia w komorze próżniowej.

W celu sprawdzenia, czy kineskopowa wyrzutnia elektronów zachowała sprawność mimo kilkudniowego kontaktu z powietrzem, przeprowadzono jej próbne uruchomienie. Na polietylenowym kołnierzu zamocowano szklaną płytkę pokrytą przewodzącym tlenkiem indowo-cynowym (ITO), który połączono z wyprowadzeniem anody. Po odpompowaniu komory, włączeniu żarzenia oraz podaniu napięć na poszczególne siatki i anodę, na powierzchni szklanej płytki pojawiły się trzy jaskrawe plamki (rys. 125). Oznaczały one, że wszystkie 3 wyrzutnie elektronowe są sprawne.

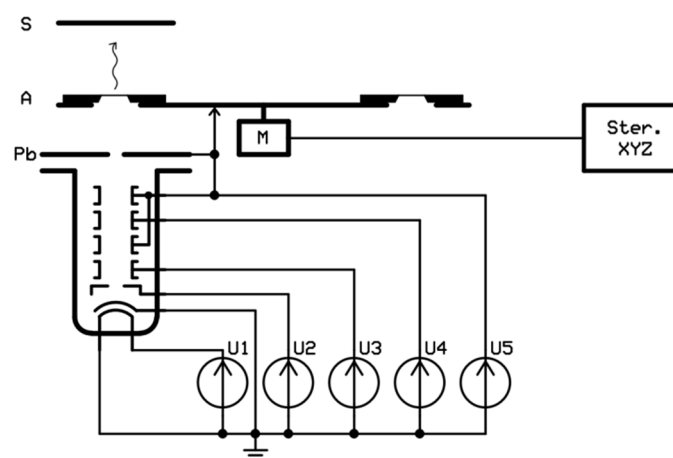


Rys. 125. Plamki widoczne na ITO po uruchomieniu działa elektronowego (niebieskie). W tle widoczne jest światło pochodzące od żarników przy katodach.

Wyrzutnię, manipulator obrotowy (4.11.2) z próbkami i pozostałe elementy układu umocowano w komorze próżniowej, dzięki specjalnie przygotowanemu zestawowi płytek i prętów gwintowanych (rys. 126). Schemat zestawionego układu pomiarowego przedstawiono na rys. 127.



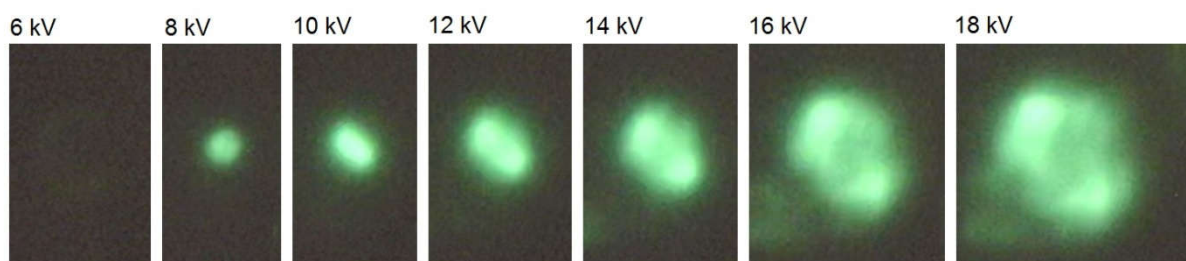
Rys. 126. Fragment układu pomiarowego do porównywania emisji rentgenowskiej z anod o różnych pokryciach. Widoczne jest działło elektronowe i obrotowy stolik z umieszczonymi na nim próbkami. Brakuje półeczki ze scyntylatorem.



Rys. 127. Schemat układu pomiarowego do porównywania emisji rentgenowskiej z anod o różnych pokryciach. Pb – przesłona ołowiana, A – anody umieszczone na obrotowym stoliku, S – scyntylator.

Nad działem elektronowym zawierającym 3 wyrzutnie umieszczono ołowianą przesłonę (Pb) gwarantującą, że tylko jedna wiązka elektronowa wywoła emisję rentgenowską z właściwego obszaru membrany. Same membrany (A) oraz kontrolną płytkę pokrytą ITO umieszczono na manipulatorze obrotowym i połączono elektrycznie z zasilaczem anodowym. W roli scyntylatora S wykorzystano kawałek materiału Luminex, a jego świecenie obserwowano przez wizjer komory przy pomocy kamery przemysłowej ACH-WTD6000.

Po odpompowaniu komory próżniowej i uruchomieniu wyrzutni elektronowej ($U_1 = 6,3 \text{ V}$, $U_2 = 20 \text{ V}$, $U_3 = 135 \text{ V}$, $U_4 = 2,1 \text{ kV}$, $U_5 = 15 \text{ kV}$) odczekano 10 minut dla ustabilizowania się parametrów pracy. Następnie, wykonywano zdjęcia plamki widocznej na scyntylatorze kolejno dla każdej próbki, przy napięciach U_5 równych 6, 8, 10, 12, 14, 16 i 18 kV. Przykładową serię dla membran z pokryciem tantalowym, nanoszonym przez 2 minuty, przedstawiono na rys. 128. Widoczne powiększanie się plamki było związane ze zmianą ogniskowej elektronowego układu skupiającego, wywołanej zmianami napięcia anodowego. Z uwagi na to, że korekcja ogniskowania wymagałaby (w przypadku tego egzemplarza wyrzutni) podniesienia napięcia U_4 znacznie powyżej 2,5 kV, będącego granicą wytrzymałości izolatora w przepuszczeniu komory próżniowej, korekt tych zaniechano.

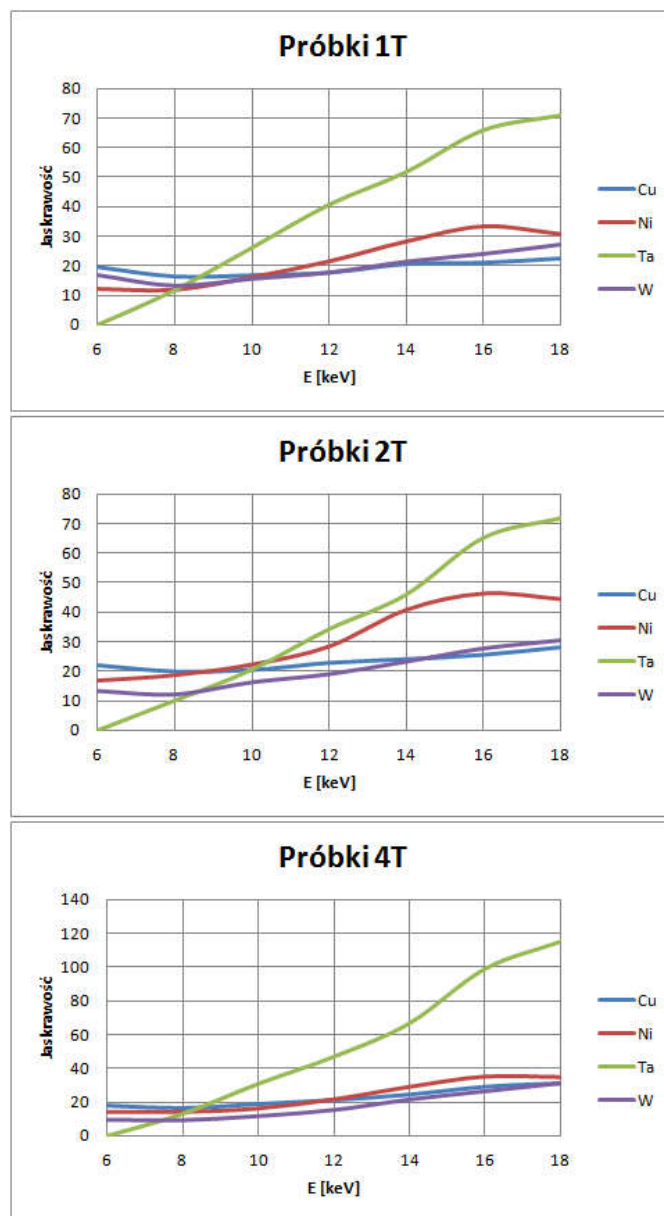


Rys. 128. Świecenie scyntylatora wywołane przez emisję rentgenowską z anody pokrytej tantalumem, w zależności od napięcia anodowego.

Przed rozpoczęciem pomiarów jaskrawości przy pomocy programu AJAS, odrzucono całą serię pomiarową uzyskaną z membran pokrytych molibdenem, gdyż nie zaobserwowano na nich wyraźniej emisji rentgenowskiej. Ponadto, samo pokrywanie krzemu molibdenem okazało się bardzo trudne technicznie przez znaczną różnicę współczynników rozszerzalności termicznej obu materiałów.

Pomiaru jaskrawości obrazu dokonywano w każdym przypadku na jednakowej powierzchni, nieznacznie większej niż rozmiar plamki przy $U_5 = 18 \text{ kV}$. Dzięki takiemu podejściu zniwelowano wpływ wielkości plamki na odczyt. Wynikiem jest liczba opisująca

średnią jaskrawość pikseli, a więc leżąca w zakresie $0 \div 255$. Dla poprawy klarowności wykresów (rys. 129), od przedstawionych na nich wyników odjęto poziomy czerni, tj. najniższej jaskrawości pikseli zarejestrowanej przy wyłączonej emisji elektronów.



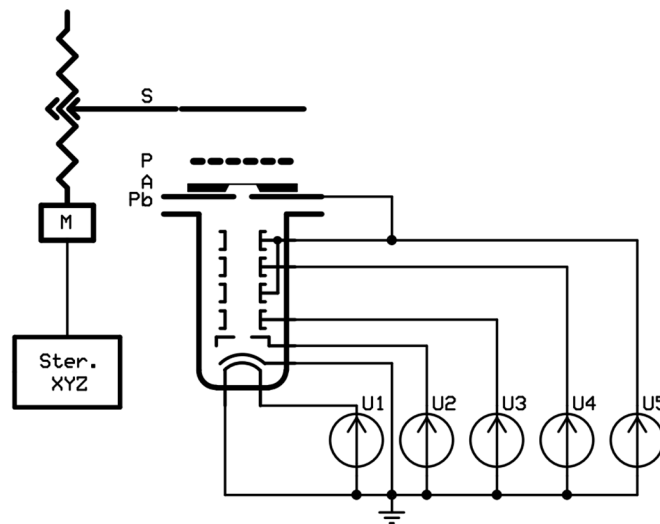
Rys. 129. Porównanie jaskrawości scyntylatora Luminex w funkcji napięcia anodowego dla anod o różnych rodzajach i grubościach pokrycia (T = czas ekspozycji w procesie nanoszenia warstwy, 1 min.)

Z uzyskanych wykresów wynika jednoznacznie, że pokrycie tantalowe zapewnia najsilniejszą emisję rentgenowską, a zwiększanie grubości jedynie poprawia ten parametr (przynajmniej w zakresie do 4 minut ekspozycji na pary metalu). Drugim, wartym uwagi materiałem jest nikiel. W jego przypadku daje się zauważyć optimum parametrów nanoszenia (2 minuty) oraz pracy (16 kV). Pozostałe metale wykazują bardzo słabą emisję, wywołującą świecenie nieznacznie przekraczające poziom szumu na zdjęciach. Jej poprawna ocena

wymagałoby zastosowania innej metody, np. pomiaru mocy emitowanej dawki dedykowanym przyrządem. Nie dysponowano jednak odpowiednim dozymetrem mogącym pracować w próżni. Mimo to, uzyskane wyniki pozwoliły na selekcję materiałów używanych do pokrywania anod.

6.3.3. Charakteryzacja wiązki rentgenowskiej

Celem prac opisanych w tym rozdziale była charakteryzacja wiązki emitowanej przez źródło o anodzie krzemowo-tantalowej, tj. określenie wielkości punktu, z którego następuje emisja, a także profilu wiązki. W ramach przygotowań do przeprowadzenia doświadczenia, złożono układ pomiarowy jak na rys. 130.

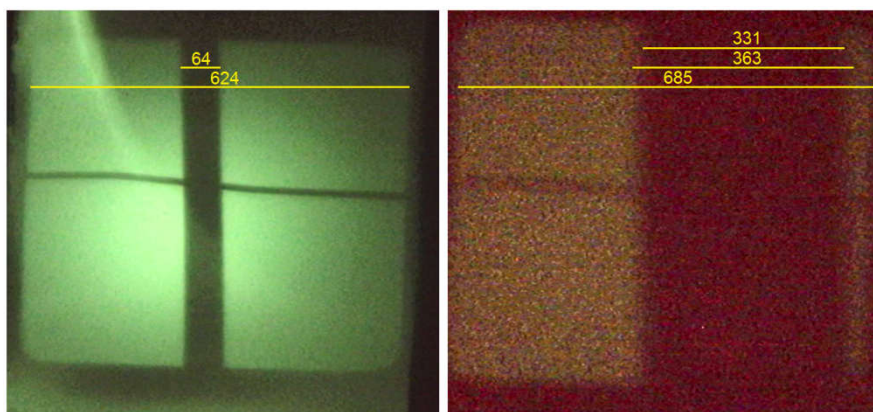


Rys. 130. Układ do charakteryzacji wiązki rentgenowskiej. Napęd liniowy M umożliwia zmianę odległości scyntylatora S od źródła promieniowania i próbki (P).

W roli stabilnego źródła elektronów wykorzystano termoemisyjne działło elektronowe, pochodzące z kolorowej lampy kineskopowej (inne niż w 6.3.2). Przy próbnym uruchomieniu z ekranem w postaci szklanej płytki pokrytej ITO, dobrano napięcia zasilające, przy których plamka widoczna na ekranie była najmniejsza (średnica ok. $500 \mu\text{m}$) przy napięciu anodowym $U_5 = 20 \text{ kV}$ – $U_1 = 6,3 \text{ V}$, $U_2 = 1 \text{ V}$, $U_3 = 100 \text{ V}$, $U_4 = 2,4 \text{ kV}$. W docelowym układzie, wyrzutnię przykryto przesłoną ołowianą (Pb) z blachy o grubości 2 mm, na której umieszczono membranę (A) z pokryciem tantalowym o największej dostępnej grubości (4 minuty ekspozycji w procesie PVD). Membranę oraz przesłonę podłączono do napięcia anodowego. Około 2,5 mm nad membraną umieszczono próbkę (P) – stalowy pręt o średnicy 1,5 mm. Scyntylator S (Scintacor Luminex) umocowano na manipulatorze XY (4.11.1), którego jedną oś wykorzystano do kontroli położenia

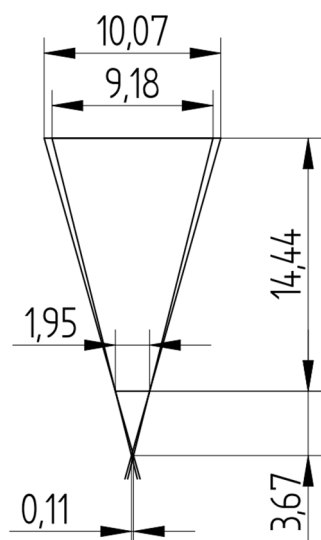
scyntylicatora wzdłuż osi układu. Świecenie rejestrowano czułą kamerą przemysłową ACH-WTD6000, umieszczoną na zewnątrz komory próżniowej.

W celu określenia wielkości punktu, z którego następuje emisja X, z otrzymanego nagrania wybrano dwie klatki (rys. 131). Pierwsza została zarejestrowana przy minimalnej (ok. 1 mm) odległości od próbki, druga przy odległości największej, przy której jeszcze była widoczna cała szerokość próbki (14,44 mm powyżej pierwszego miejsca).



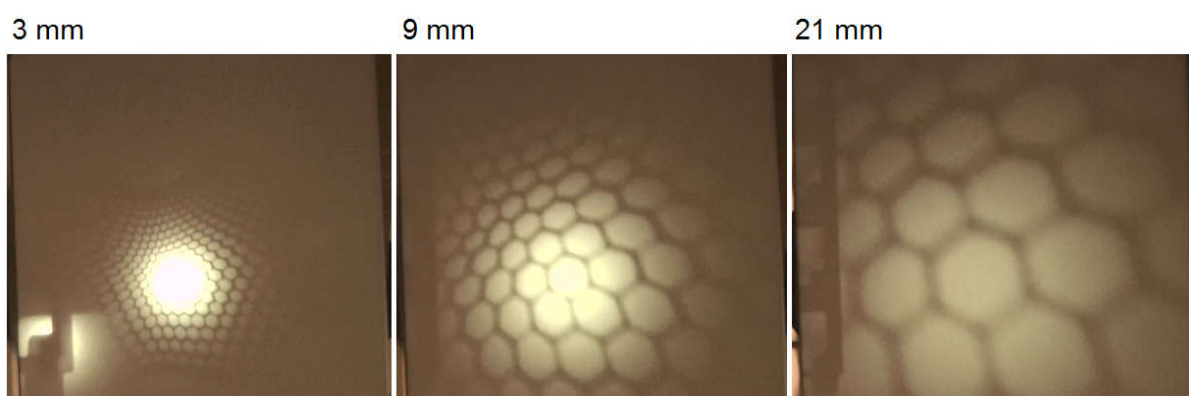
Rys. 131. Zmiana wielkości oraz jaskrawości obrazu na ekranie przy małej i dużej odległości ekranu od źródła i obserwowanego przedmiotu.

Na wybranych obrazach zmierzono (wyrażone w pikselach) szerokości cieni oraz ramki ze scyntylicatorem. Przy pomiarach wykorzystano program ALi, który ułatwił określenie szerokości rozmycia obrazu na prawym zdjęciu. Za wartości progowe przyjęto 20 i 80% zmiany jaskrawości. Na podstawie stosunku szerokości cienia próbki do szerokości ramki ze scyntylicatorem (19 mm), obliczono szerokości obrazów próbki w milimetrach. Wynosiły one odpowiednio 1,95 mm oraz 10,07 mm (20% zmiany) / 9,18 mm (80% zmiany). Węższy z obrazów uznano za ostry, z racji niewielkiej odległości od próbki, przy której go zarejestrowano. Metodą wykreślną wyznaczono średnicę punktu emitującego promieniowanie rentgenowskie (rys. 132), która wyniosła w tym przypadku 110 μm . Rzeczywista średnica mogła być nieznacznie mniejsza, ze względu na niewielki błąd wynikający z założenia idealnej ostrości węższego cienia próbki. Kontrolnie wyznaczono też odległość od powierzchni membrany do miejsca pierwszego pomiaru, która wyniosła 3,67 mm. Jest to wynik bardzo zbliżony do wartości 3,5 mm, otrzymanej ze zgrubnych pomiarów, wykonanych w czasie montażu stanowiska.



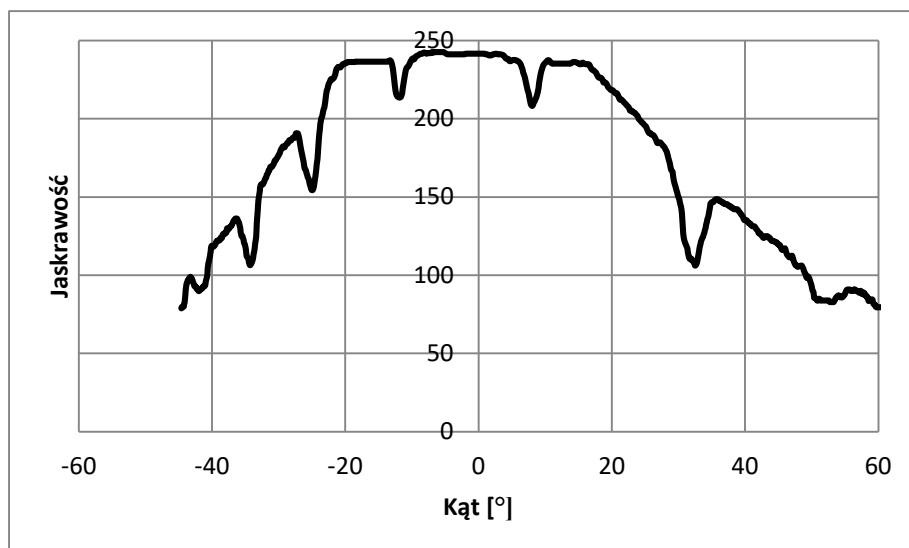
Rys. 132. Wykreślony sposób wyznaczenia przybliżonej średnicy miejsca emisji (wymiary w milimetrach).

W kolejnym etapie badań przystąpiono do wyznaczenia profilu wiązki rentgenowskiej, tj. określenia kierunkowości źródła. W tym przypadku wykorzystano scyntylator J8734 ze względu na jego duże wymiary ($50 \times 50 \text{ mm}^2$) i wysoką sztywność przy niewielkiej masie. Próbkę – stalowy drut – wymieniono na stalową siatkę o $300 \mu\text{m}$ oczkach, stosowaną w wyświetlaczach lampowych. Była ona potrzebna do eksperymentu pobocznego, którego celem było sprawdzenie możliwości do uzyskania powiększenia obrazu przedmiotu. Wyniki – powiększone obrazy zarejestrowane przy różnych odległościach od siatki – przedstawiono na rys. 133. Rekordowe powiększenie, przy którym obraz nadal był dobrze rozpoznawalny, wyniosło $46\times$.



Rys. 133. Zmiana wielkości plamki w zależności od położenia ekranu względem źródła.

Na podstawie środkowego obrazu, wykorzystując program ALi, wykreślono charakterystykę jaskrawości w funkcji kąta, mierzonego między osią optyczną układu a odcinkiem łączącym punkt emisji i miejsce pomiaru jaskrawości na płaszczyźnie scyntylatora (rys. 134).



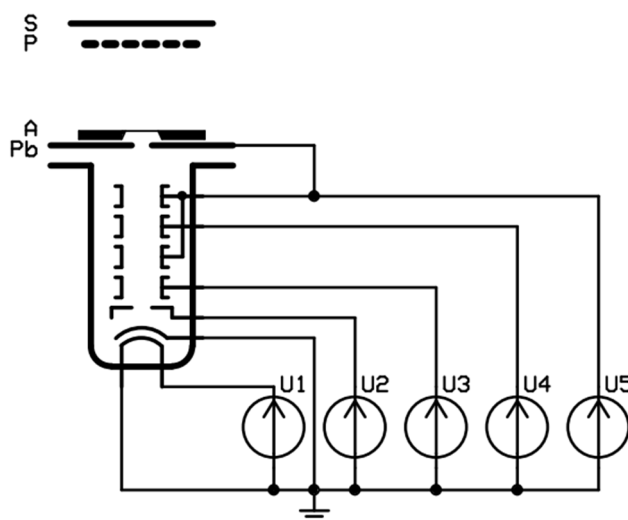
Rys. 134 Profil wiązki rentgenowskiej w odległości 9 mm od źródła. Widoczne wcięcia są cieniami prętów siatki umieszczonej w celu pomiaru możliwych do uzyskania powiększeń obrazu.

Na charakterystyce widoczne jest wyraźne wypłaszczenie w przedziale $\pm 20^\circ$. Zmierzona jaskrawość nie przekraczała tam poziomu 250, zatem nie wynika ono z osiągnięcia końca zakresu (255) w systemie wizyjnym. Przyczyną może być natomiast osiągnięcie nasycenia w samym materiale scyntylacyjnym, gdyż nie ma powodu, dla którego obwiednia wykresu nie miałaby mieć kształtu krzywej Gaussa. Charakterystyka daje jednak cenną informację o znacznej rozbieżności wiązki rentgenowskiej mimo pobudzenia praktycznie równoległą wiązką elektronową. Widoczne wcięcia, będące cieniami prętów siatki, pozwalają łatwo porównać kształt krzywej z widoczną jaskrawością obrazu (rys. 133). Siatka jest na nim dobrze widoczna nawet w miejscach, w których była oświetlana pod kątem $50-60^\circ$.

6.3.4. Obrazowanie próbki biologicznej

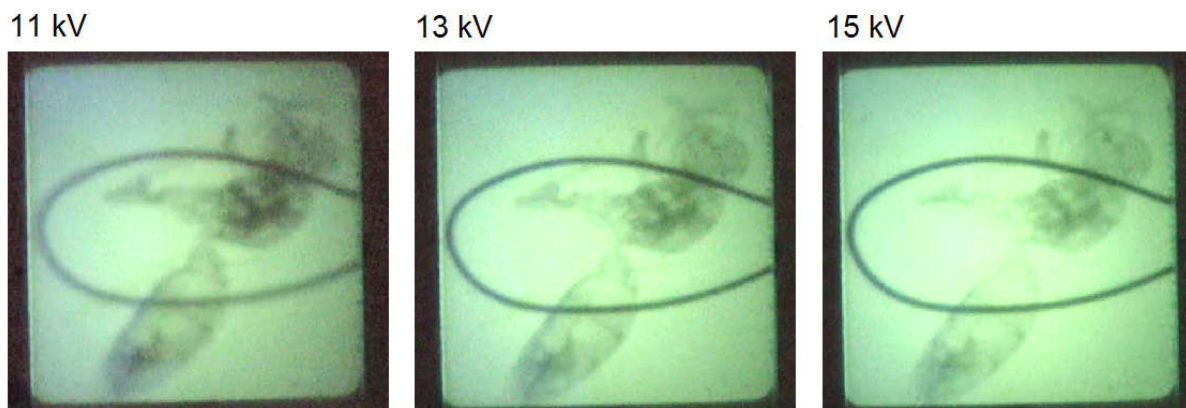
Celem prostego doświadczenia, opisanego w tym rozdziale, było sprawdzenie możliwości prześwietlania niewielkich próbek biologicznych i zbadanie wpływu energii fotonów X na jakość obrazu. Doświadczenie przeprowadzono przy użyciu układu jak na rys. 135, składającego się z wyrzutni termoemisyjnej, przesłony ołowianej (Pb) z membraną pokrytą warstwą tantalu (A), próbki oraz scyntylatora Luminex (S). Preparat

P stanowiła zaszuszone osy (osa dachowa – *Vespula germanica*). Umieszczono ją bezpośrednio pod scyntylatorem, oddalonym od membrany o 15 mm.



Rys. 135. Schemat układu do obrazowania próbek biologicznych P.

Obrazy, ujawniające się na ekranie scyntylacyjnym, rejestrowano czułą kamerą przemysłową. Z serii zdjęć, wykonanych przy energiach z zakresu $7 \div 17$ kV, wybrano 3 najwyraźniejsze (rys. 136).



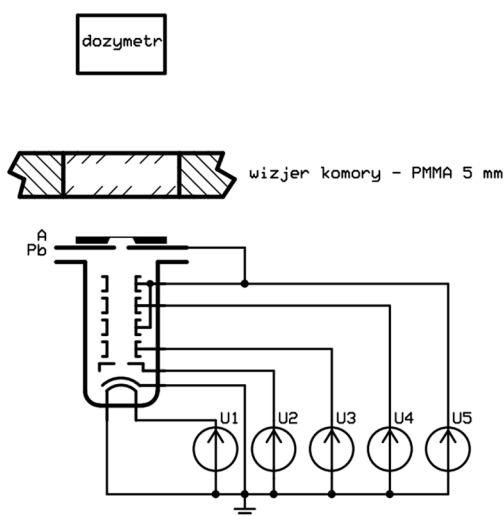
Rys. 136. Zdjęcia rentgenowskie osy przy różnych napięciach anodowych.

Poniżej 11 kV pojawiały się wyraźne problemy z ostrością obrazu, wynikające z braku możliwości dostatecznego skupienia wiązki elektronowej, emitowanej przez wykorzystaną wyrzutnię. Poza tym, obraz stawał się na tyle ciemny, że wymagał ustawienia najwyższej czułości kamery ($200 \mu\text{Lx}$), a to objawiało się zwiększeniem poziomu szumów. Powyżej 15 kV znikły natomiast szczegóły obserwowanej próbki – obraz stawał się prześwietlony. Wniosek z doświadczenia jest jednak taki, że konstruowane mikroźródło rentgenowskie

powinno być bardzo dobre do prześwietlania próbek tego typu, gdyż zakres $11 \div 15$ keV mieści się w przewidywanym zakresie energii emitowanego promieniowania.

6.3.5. Próba wytrzymałości termicznej

Celem ostatniego doświadczenia, przeprowadzonego z wykorzystaniem źródła termoemisyjnego, było sprawdzenie wytrzymałości anody krzemowo-tantalowej, a także pomiar możliwej do uzyskania w takim układzie mocy dawki promieniowania. Złożono układ jak na rys. 137 - wewnątrz komory próżniowej znajdowało się tylko działo termoemisyjne oraz testowana anoda, umieszczona na ołowianej przesłonie. Około 50 mm nad wizjerem komory próżniowej (ze względu na niedostosowanie przyrządu do pracy w próżni), a 100 mm nad anodą, ustawiono dozymetr Atomtex AT3509B. W trakcie doświadczeń prowadzonych przy napięciu anodowym do 20 kV, przy którym natężenie prądu anodowego nie przekraczało $30 \mu\text{A}$, dozymetr ustawiony w tym miejscu nie wskazywał więcej niż $0,20 \mu\text{Sv/h}$, tj. około 3 razy więcej niż promieniowanie tła w laboratorium.



Rys. 137. Schemat układu do badania wytrzymałościowego anody.

W doświadczeniu zwiększono temperaturę termokatod, podnosząc napięcie żarzenia U_1 z 6,3 V do 10 V. Napięcia siatek pozostawiono takie, przy jakich wyrzutnia pracowała poprawnie, tj. $U_2 = 1$ V, $U_3 = 100$ V, $U_4 = 2,4$ kV. Napięcie anodowe U_5 stopniowo zwiększano aż do momentu, w którym na krawędziach membrany i przesłony zaczęła się ujawniać niekontrolowana emisja polowa, tj. 24 kV. Prąd anodowy osiągnął natężenie ok. $200 \mu\text{A}$, a dozymetr wskazał moc dawki na poziomie 48 mSv/h – 700000 razy więcej niż promieniowanie tła w tym miejscu. Należy przy tym zaznaczyć, że emitowane było promieniowanie rentgenowskie miękkie, skutecznie tłumione przez stalowe ścianki komory

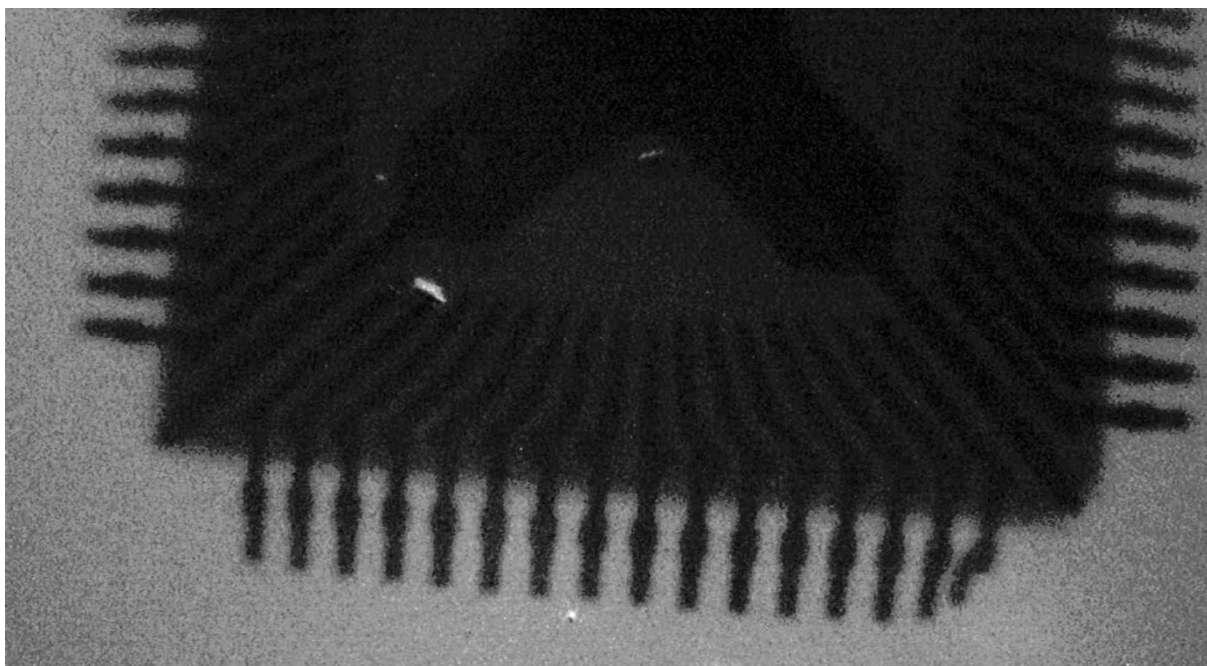
próżniowej oraz stalowy kołnierz otaczający akrylowy wizjer. Krzemowo-tantalowa anoda nie uległa uszkodzeniu w czasie trwania testu, wynoszącym 5 minut.

Po zaobserwowaniu tak silnej emisji postanowiono przeprowadzić jeszcze jeden eksperyment, polegający na zbudowaniu prostej kamery rentgenowskiej i próbie wykonania zdjęć przedmiotów położonych na akrylowym wizjerze komory. Wykorzystano tutaj kamerę ACH-WTD6000 oraz okrągły scyntylator J6679, pasujący średnicą do jej obiektywu (Computar 5÷50 mm, f1:1,3). Modyfikację układu pomiarowego przedstawiono na rys. 138.



Rys. 138. Modyfikacja układu pomiarowego, pozwalająca na wykonywanie zdjęć rentgenowskich kamerą przemysłową. K – kamera, S – scyntylator J6679, F – folia aluminiowa zapewniająca światłoszczelność obudowy, P – próbka.

Ostrość obrazu ustawiono na powierzchni scyntylatora S, po czym zasłonięto jego drugą stronę folią aluminiową (tzw. „spożywcza”) F. Folia wraz z obudową zapobiegała dostawaniu się światła do wnętrza tak wykonanej kamery rentgenowskiej. Ustawiono ją nad wizjerem komory próżniowej, a w wąskiej przestrzeni pomiędzy wizjerem i okienkiem kamery umieszczono układ scalony w obudowie TQFP. Uzyskane zdjęcie rentgenowskie układu przedstawiono na rys. 139. Drugą próbką był miniaturowy zawór pneumatyczny wykonany z tworzywa sztucznego, którego pokrętko jest umocowane metalowym wkrętem. Zdjęcie tego wkrętu, znajdującego się pod warstwą 10 mm tworzywa sztucznego, przedstawiono na rys. 140.



Rys. 139. Zdjęcie rentgenowskie układu w obudowie TQFP, uzyskane przy napięciu anodowym 24 kV.



Rys. 140. Zdjęcie rentgenowskie wkrętu tkwiącego w plastikowym detalu, uzyskane przy napięciu anodowym 24 kV.

Tantalowa membrana nie została uszkodzona także przy tych, dodatkowych eksperymentach, co świadczy o możliwości jej wykorzystania do budowy źródeł rentgenowskich o znacznie większej mocy, niż planowana. Źródła te mogłyby być stosowane do inspekcji urządzeń mikroelektronicznych oraz innych, niewielkich konstrukcji. Należy

jednak opracować odpowiednio wydajne, miniaturowe emitery elektronów, które mogłyby zastąpić działło termoemisyjne, wykorzystane w opisanych doświadczeniach.

Wysoką czułością i dobrą jakością obrazu wykazała się kamera rentgenowska, zbudowana ze scyntylatora obrazowodowego J6679 oraz kamery przemysłowej o wysokiej czułości. Przy cenach typowych kamer rentgenowskich osiągających poziom dziesiątek tysięcy euro, może to być korzystna alternatywa.

Obecnie, dalsze badania związane z miniaturowym źródłem rentgenowskim, związane są m.in. z:

- pomiarami widma emisyjnego stosowanych anod;
- konstrukcją zintegrowanego, miniaturowego źródła elektronów;
- opracowaniem własnej konstrukcji spektrometru rentgenowskiego.

7. Podsumowanie

W czasie realizacji niniejszej pracy doktorskiej prowadzono badania nad 3 rodzajami miniaturowych urządzeń, wykorzystujących do działania wiązki cząstek naładowanych: skaningowym mikroskopem elektronowym, spektrometrem mas oraz miniaturowym źródłem promieniowania rentgenowskiego. Działania związane z każdym z wymienionych instrumentów obejmowały prace projektowe, technologiczne i badawcze, związane z elektroniką, programowaniem oraz z samymi systemami elektrono- i jonowiazkowymi. Należy jednak podkreślić, że opracowanie kompletnych urządzeń było i jest nadal zagadnieniem bardzo złożonym, realizowanym przez cały zespół badawczy, a rolą autora tej pracy było skupienie się przede wszystkim nad aspektem elektronicznym. Dzięki wykonaniu autorskich układów zasilania, sterowania i akwizycji sygnałów możliwe było w niektórych wypadkach usprawnienie działania mikrosystemów, poprawa ich parametrów, a w wypadku innych – w ogóle pierwsze uruchomienie i wstępna ich charakteryzacja.

Podczas badań związanych z miniaturowym mikroskopem skaningowym, opracowano i scharakteryzowano wiele jego elementów:

- miniaturowy układ odchylający wraz ze sterowaniem;
- systemy detekcji elektronów i pomiaru prądów elektronowych;
- systemy służące do rejestrowania prądów i wyświetlania wyników w postaci obrazów.

Ponadto, zweryfikowano możliwość uzyskiwania zdjęć próbek przez cienkie membrany i sprawdzono wytrzymałość membran, mających pełnić rolę interfejsu próżnia-atmosfera. Określono wymagania, jakie musi spełniać działo elektronowe, w zależności od żądanej zdolności rozdzielczej mikroskopu. Wreszcie, skonstruowano prawie samodzielny, miniaturowy mikroskop skaningowy i uzyskano przy jego pomocy pierwsze obrazy próbek. Uzyskane wyniki opublikowano w 3 artykułach naukowych [54, 55, 56] oraz przedstawiono na prezentacjach konferencyjnych [57, 58, 59, 60].

Prace nad spektrometrem mas obejmowały trzy różne typy tych urządzeń: spektrometr ruchliwości jonów, czasu przelotu oraz spektrometr z filtrem kwadrupolowym. Ze względu na wykonywanie zadań w większym zespole, opisy zawarte w niniejszej rozprawie były skupione wokół tylko tych projektów i badań, nad którymi bezpośrednio pracował jej autor. W przypadku spektrometru ruchliwości jonów opracowano prototyp konstrukcji przyrządu oraz układy elektroniczne, niezbędne do przeprowadzenia podstawowych pomiarów.

Uzyskano wyniki wskazujące na działanie zbudowanego przyrządu, jednak świadczące o konieczności wprowadzenia istotnych modyfikacji w jego konstrukcji.

Podobnie przebiegały prace nad spektrometrem czasu przelotu. Skonstruowano kilka wersji przyrządów tego typu, różniących się sposobem sterowania wiązką jonów, wymiarami obszaru separacji i sposobem detekcji cząstek. Jedną z nich udało się uruchomić i scharakteryzować. Uzyskano wstępne spektra masowe, choć nie udało się wyeliminować w pełni zakłóceń, które mocno ograniczają zastosowanie miniaturowego przyrządu tego typu. Wynik prac prezentowano na konferencji PowerMEMS [61].

Wśród spektrometrów, najbardziej obiecujące wyniki dały badania nad spektrometrem z filtrem kwadrupolowym. Dzięki opracowanym układom sterowania udało się uzyskać za pomocą tego przyrządu bardzo czytelne spektra pozbawione szumów i zakłóceń. Osiągnięto wąską szerokość połówkową. Dalsze prace nad tym przyrządem pozwolą go w pełni wyskalować i wykorzystać do analizowania składu atmosfery. Wyniki uzyskane do tej pory zaprezentowano na konferencjach [62, 63].

W ramach prac związanych z miniaturowym źródłem rentgenowskim przeprowadzono serię badań materiałowych, pozwalających na dobór najkorzystniejszego, spośród analizowanych, pokrycia anody. Ponadto, porównano właściwości wielu materiałów scyntylacyjnych pod kątem ich zastosowania do detekcji niskoenergetycznego promieniowania X. Opracowano także systemy do rejestrowania obrazów (prześwietleń) rentgenowskich i sprawdzono z jego pomocą możliwość obrazowania drobnych próbek biologicznych oraz syntetycznych. Przy użyciu działa elektronowego o wysokim prądzie emisji przeprowadzono testy wytrzymałościowe badanej anody, a także zmierzono możliwą do uzyskania moc dawki, znacznie przekraczającą założenia projektowe. Część wyników badań nad miniaturowym źródłem X zaprezentowano na konferencji [64].

Wyniki uzyskane z przeprowadzonych badań oraz opracowane konstrukcje nie kończą prac nad kompletnymi instrumentami, ale stanowią dobry punkt wyjścia do dalszych prac badawczo-rozwojowych, skupionych na nierozpatrywanych dotąd aspektach działania miniaturowych przyrządów pomiarowych, pracujących z cząstkami naładowanymi. Wydaje się jednak, że po dokonaniu niezbędnych modyfikacji konstrukcyjnych samych urządzeń MEMS (np. zastosowaniu stabilnego źródła elektronów), opracowane układy elektroniczne jak i metodyka sterowania wiązką są na tyle dopracowane, że w niezmienionej formie będą mogły być zastosowane w urządzeniach docelowych.

8. Literatura

- [1] <https://www.futaba.co.jp/en/product/vfd>, dostęp z dn. 28.10.2021
- [2] A.K. Agarwal; G. Augustine; V. Balakrishna, *SiC electronics*, International Electron Devices Meeting. Technical Digest, ISBN 0-7803-3393-4
- [3] Stefan Gundacker, Arjan Heering, *The silicon photomultiplier: fundamentals and applications of a modern solid-state photon detector*, *Physics in Medicine & Biology* 65, 2020, s.1 – 30
- [4] <https://www.nobelprize.org/uploads/2018/06/ruska-lecture.pdf>, dostęp z dn. 28.10.2021
- [5] https://nanohub.org/resources/26535/download/App_Intro_PK10_PG.pdf, dostęp z dn. 28.10.2021
- [6] Tomasz Blachowicz, Andrea Ehrmann, *3D Printed MEMS Technology—Recent Developments and Applications*, *Micromachines* 11(4), 2020, s. 434
- [7] http://www.elektronikjk.com/elementy_czynne/lampy/BTW150-2.pdf, dostęp z dn. 8.12.2021
- [8] H. Szymański, K. Friedel, W. Słówko, *Urządzenia elektronowięzkowe*, WNT, Warszawa 1990
- [9] https://www.polon-alfa.pl/sites/default/files/polon/pliki/jonizacyjna_czujka_dymu.pdf, dostęp z dn. 17.02.2022
- [10] Mirosław Maziejuk i in., *Różnicowa spektrometria ruchliwości jonów - zastosowania oraz perspektywy rozwojowe*, *Analityka*, 4/2014
- [11] E. Aisberg, *Telewizja – ależ to bardzo proste!*, WNT, Warszawa 1970
- [12] Witold Michał Posadowski, *Niekonwencjonalne układy magnetronowe do próżniowego nanoszenia cienkich warstw*, Oficyna Wydawnicza PWR, 2001, s. 17 – 22
- [13] <https://home.agh.edu.pl/~kakol/efizyka/w16/main16a.html>, dostęp z dn. 18.01.2022
- [14] <https://www.pfeiffer-vacuum.com/en/know-how/introduction-to-vacuum-technology/fundamentals/mean-free-path/>, dostęp z dn. 18.01.2022
- [15] Leonard Niemcewicz, *Lampy elektronowe*, WKŁ 1967, s. 47
- [16] L. L. Alves, K. Bartschat, S. F. Biagi et. al., *Comparisons of sets of electron–neutral scattering cross sections and swarm parameters in noble gases: II. Helium and neon*, *Journal of Physics D – Applied Physics*, 2013, s. 6
- [17] <http://www.techniklexikon.net/d/einzellinse/einzellinse.htm>, dostęp z dn. 7.02.2023
- [18] https://scask.ru/a_lect_f_phis6.php?id=83, dostęp z dn. 7.02.2023

- [19] Jan Hejna, *Detektory elektronów w elektronowych mikroskopach skaningowych wysokopróżniowych*, Oficyna wydawnicza PWR, Wrocław 2010
- [20] <https://uelektrika.ru/sovety-elektrika/fotoelektronnyy-umnozhitel-fyeu/>, dostęp z dn. 13.01.2023
- [21] https://www.hamamatsu.com/content/dam/hamamatsu-photonics/sites/documents/99_SALES_LIBRARY/etd/MCP_assembly_TMCP0003E.pdf, dostęp z dn. 24.02.2023
- [22] Alfredo Vázquez Carazo, *50 Years Of Piezoelectric Transformers. Trends In The Technology*, Materials Research Society symposia proceedings, Materials Research Society, 2011
- [23] Eddy Wells, *Comparing magnetic and piezo electric transformer approaches in CCFL applications*, Analog Applications Journal, Texas Instruments Inc., 2002
- [24] В. Суханов, А. Киреев, *Стержневые лампы*, Радио 7/1960, s. 34
- [25] <http://ruqrz.com/sterzhnevye-radiolampy-valentina-avd/> dostęp z dn. 23.03.2023
- [26] Shuai Tang, Jie Tang, Ta-Wei Chiu, Wataru Hayami, Lu-Chang Qin, *A HfC nanowire field emission point electron source*, 34th International Vacuum Nanoelectronics Conference, IEEE, 2021
- [27] Xiuyuan Shao, Avinash Srinivasan, Wei Kean Ang, Anjam Khursheed, *A high-brightness large-diameter graphene coated point cathode field emission electron Source*, Nature Communications, 2018, vol. 9, s. 1-8
- [28] T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga; J. A. Dziuban, *MEMS-Type Self-Packaged Field-Emission Electron Source*, IEEE Transactions on Electron Devices, vol. 62, issue 7, 2015
- [29] M. Krysztof, T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, K. Adamski, J. Dziuban, *Electron optics column for a new MEMS-type transmission electron microscope*, Bulletin of the Polish Academy of Sciences, Technical Sciences vol. 66, no. 2, 2018, s. 133
- [30] M. Krysztof, *Field-emission electron gun for a MEMS electron microscope*, Microsystems & Nanoengineering vol. 7, no. 43, 2021
- [31] Eiichi Tomono, Hidetoshi Miyashita, Takahito Ono, Masayoshi Esashi, *Fabrication of einzel lens array with one mask RIE process for electron micro-optics*, IEEE, 2009, proc. Of Transducers, s. 853-856
- [32] A.C. Zonnevylle, C.Th.H. Heerkens, C.W. Hagen, P. Kruit, *Multi-electron-beam deflector array*, Microelectronic Engineering 123 (2014), s. 140–148
- [33] Hak Kim, Changho Han and Jinkwang Kim, *Full MEMS monolithic microcolumn for wafer-level arrayal*, Journal of Vacuum Science & Technology B 22, 2004, s. 2912

- [34] R. Saini, Z. Jandric, J. Gammell, S.A.M. Mentink, D. Tuggle, *Manufacturable MEMS miniSEMs*, *Microelectronic Engineering* 83, 2006, s. 1376–1381
- [35] J. P. Hauschild, E. Wapelhorst, J. Muller, *Mass spectra measured by a fully integrated MEMS mass spectrometer*, *International Journal of Mass Spectrometry* 264, 2007, s. 53–60
- [36] Eric Wapelhorst, Jan-Peter Hauschild, Jorg Muller, *Complex MEMS: a fully integrated TOF micro mass spectrometer*, *Sensors and Actuators A* 138, 2007, s. 22–27
- [37] Jun Xu, W. B. Whitten, and J. M. Ramsey, *Pulsed-Ionization Miniature Ion Mobility Spectrometer*, *Anal. Chem.* 75, 2003, s. 4206-4210
- [38] Raanan A. Miller, Erkinjon G. Nazarov, Gary A. Eiceman, *A MEMS radio-frequency Ion mobility spectrometer for chemical vapor detection*, *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 91, 2001, s. 301-312
- [39] <https://www.darpa.mil/news-events/2015-08-11>, dostęp z dn. 3.02.2023
- [40] Charlotte Wehner, Julian Merrick, Bradley Shirley, Brandon Weatherford, Garrett Mathesen, Emilio Nanni, *RF Properties and Their Variations in a 3D printed Klystron Circuit and Cavities*
- [41] T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, *Miniature ion-sorption vacuum pump with CNT field-emission electron Source*, *J. Micromech. Microeng.* 23, 2013
- [42] M. Krysztof, T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, J. Dziuban, *Transmission electron microscope on-the-chip – a reality or mystification?*, *Baltic URSI Symposium (URSI)*, Poland, 2018, s. 252-253
- [43] Michał Krysztof, Tomasz Grzebyk and Anna Górecka-Drzazga, *Preliminary research on imaging in MEMS electron microscope*, *Meas. Sci. Technol.* 31, 2020, s. 1-7
- [44] Piotr Szyszka, Tomasz Grzebyk, Anna Górecka-Drzazga and Jan A. Dziuban, *A concept of MEMS mass spectrometer*, *XV International Scientific Conference on Optoelectronic and Electronic Sensors*, IEEE, 2018
- [45] Ödön Ferenczi, *Zasilanie układów elektronicznych*, WNT, Warszawa 1988, s. 210
- [46] Marcin S. Białas, *Opracowanie i badanie systemu odchylenia mikro wiązki jonowej*, praca magisterska pod nadzorem dra inż. Artura Wiatrowskiego, WEMiF PWr, 2018
- [47] Marcin S. Białas, Artur Wiatrowski, Witold Słówko, *Digitally controlled deflection of the electron beam with the miniature octupole unit*, *Measurement Science & Technology*, 2020, vol. 31, nr 4, art. 045405, s. 1-7
- [48] Ling-Feng Shi, Fu-Bo Liu, Hui-Sen He, Xiang-Yu Mao, *Design of adaptive dead-time control circuit for resonant half-bridge driver*, *International Journal of Electronics*, 2013, s. 1320

- [49] https://physicsopenlab.org/wp-content/uploads/2016/05/Theremino_ParticleDetector_ENG.pdf, dostęp z dn. 17.11.2018
- [50] https://www.uts.utoronto.ca/~traceslab/PDFs/MassSpec_QuadsInfo.pdf, dostęp z dn. 26.05.2022
- [51] https://danyk.cz/rtg_en.html, dostęp z dn. 10.03.2023
- [52] E. Szkultecka, *Bezpieczeństwo jądrowe i ochrona radiologiczna*, Warszawa 1991, s. 139
- [53] Mieczysław Jeżewski, Józef Kalisz, *Tablice wielkości fizycznych oraz pomocnicze tablice matematyczne*, PWN, Warszawa 1957, s. 248
- [54] Marcin S. Białas, Tomasz P. Grzebyk, Michał Krysztof, Anna Górecka-Drzazga *Signal detection and imaging methods for MEMS electron microscope*, *Ultramicroscopy*, 2023, vol. 244, art. 113653, s. 1-10
- [55] Michał Krysztof, Marcin S. Białas, Piotr Szyszka, Tomasz P. Grzebyk, Anna Górecka-Drzazga, *Fabrication and characterization of a miniaturized octupole deflection system for the MEMS electron microscope*, *Ultramicroscopy*, 2021, vol. 225, art. 113288, s. 1-8
- [56] Michał Krysztof, Marcin S. Białas, Tomasz P. Grzebyk, Anna Górecka-Drzazga *Atmospheric pressure electron detection method for MEMS electron microscope*, *IEEE Electron Device Letters*, 2022, vol. 43, nr 5, s. 813 – 815
- [57] Marcin S. Białas, Michał Krysztof, Piotr Szyszka, Anna Górecka-Drzazga, *Steering of electron beam in MEMS electron microscope*, 89th IUVESTA Workshop : Biological and soft matter sample preparation for high resolution imaging by high vacuum techniques, 19th - 24th May 2019, Zakopane, Poland, 2019, s. 45-45.
- [58] Michał Krysztof, Marcin S. Białas, Anna Górecka-Drzazga *Imaging of samples through the thin silicon nitride membrane using low energy electron beam*, 89th IUVESTA Workshop : Biological and soft matter sample preparation for high resolution imaging by high vacuum techniques, 19th - 24th May 2019, Zakopane, Poland, 2019, s. 76-76.
- [59] Michał Krysztof, Marcin S. Białas, Anna Górecka-Drzazga, *Microfluidic device for biological samples imaging with use of a miniature MEMS transmission electron microscope*, The 23rd International Conference on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences (μ TAS 2019), 27-31 October, 2019, Basel, Switzerland, The Chemical and Biological Microsystems Society, 2019, s. 130-131.
- [60] Michał Krysztof, Marcin S. Białas, Anna Górecka-Drzazga, *Design and testing of an Einzel lens for MEMS transmission electron microscope*, 13th Conference „Electron Technology” ELTE ; 43rd International Microelectronics and Packaging IMAPS Poland

Conference, 4-6 September 2019, Wrocław, Poland, technical digest, International Microelectronics and Packaging Society Poland, Chapter, 2019, s. 1-2.

[61] Marcin S. Białas, Jakub Jendryka, Jan Sobków, Szymon Zakrent, Piotr Szyszka, Tomasz P. Grzebyk *Miniature ToF mass spectrometer with an integrated glow-discharge ion Source*, 2021 20th International Conference on Micro and Nanotechnology for Power Generation and Energy Conversion Applications (PowerMEMS), 6-8 December 2021, Exeter, United Kingdom, IEEE, cop. 2021. s. 152-155

[62] Piotr Szyszka, Jakub Jendryka, Marcin S. Białas, Tomasz P. Grzebyk *Towards 3D printed compact Quadrupole mass spectrometer with MEMS components*, 2021 20th International Conference on Micro and Nanotechnology for Power Generation and Energy Conversion Applications (PowerMEMS), 6-8 December 2021, Exeter, United Kingdom, IEEE, cop. 2021. s. 144-147.

[63] Piotr Szyszka, Tomasz P. Grzebyk, Marcin S. Białas, Anna Górecka-Drzazga, Jan Dziuban, Dihan Hasan, Chengkuo Lee, *Towards portable MEMS mass spectrometer*, 2019 19th International Conference on Micro and Nanotechnology for Power Generation and Energy Conversion Applications (PowerMEMS), 2-6 December 2019, Krakow, Poland, IEEE, cop. 2019. s. 1-4.

[64] Paweł Urbański, Marcin S. Białas, Michał Krysztof, Tomasz P. Grzebyk, *Mems X-ray source: electron-radiation conversion*, 2022 21st International Conference on Micro and Nanotechnology for Power Generation and Energy Conversion Applications (PowerMEMS), 12-15 December 2022, Utah, Salt Lake City, USA, IEEE, 2022, s. 42-45.

Podziękowania

Prace realizowane w ramach niniejszej rozprawy doktorskiej były finansowane w ramach 4 grantów:

- NCN OPUS 11: Miniaturowy transmisyjny mikroskop elektronowy typu MEMS (nr grantu: 2016/21/B/ST7/02216),
- NCN OPUS 21: Punktowe źródło promieniowania rentgenowskiego MEMS (nr grantu: 2021/41/B/ST7/01615),
- NCBR: Chip-scale MEMS micro-spectrometer for monitoring harsh industrial gases (nr grantu: POL-SINIV/2/2018),
- ESA: MEMS based mass spectrometry (ESA Contract No. 4000138011/22/NL/KML).