



核子微探针技术的新进展

朱节清

(中国科学院上海原子核研究所 上海 201800)

摘 要 综述了核子微探针技术在显微分析和显微成像两方面的进展,一些应用新的显微成像技术的实例,说明了它对科学研究所起的重要作用.

关键词 核子微探针 离子束显微分析 离子束显微成像

25 年前,世界上第一台核子微探针在英国 Harwell 出现,随后许多原来用于核物理研究的小加速器相继增添了各种类型的核子微探针,并迅速发展成一门十分重要的现代核分析技术.它融合了核分析技术特有的高灵敏度和微束离子具有的三维空间分辨本领,为人们洞察微观世界提供了一种强有力的工具.至今,这项技术的发展方兴未艾,它的应用已渗透到许多科学领域.早期的应用主要是作为微量分析的工具,90 年代以来,离子束显微成像技术的发展更加引人注目.由于 MeV 离子束具有很小的散射和很高的贯穿本领,这些特点使得核子微探针在显微成像技术中发挥着无可匹敌的作用.核子微探针技术的发展主要表现在四个方面:空间分辨率不断提高、综合使用的核效应越来越多、应用领域更加广阔和研究人员日益增多.

核子微探针技术是从电子探针的概念发展而来的,但是 MeV 离子束产生的韧致辐射本底比电子低上千倍,作为 X 射线分析工具 (PIXE),它的检测极限比电子探针低得多.由于它的穿透性比电子高得多,在试样深部仍然能保持良好的空间分辨率,它不仅可分析试样表面的特性,而且还能反映表面下的深部信息,并提供试样特征的三维分布.微束离子具有精确的定向性,它使一些与入射角度敏感的离子束分析技术,例如弹性反冲分析 (ERDA)、卢瑟福背散射 (RBS) 和沟道效应

(Channelling) 等具有高精度和高分辨率的特性.微束核反应分析 (NRA) 能够以很高的灵敏度分析一些轻元素.它是其它微束核分析技术的补充手段.

上述各种微束核分析技术是基于离子数目的测量,考虑到统计误差,进行这些常规的分析需要足够的束流强度 ($> 100 \text{ pA}$). 在目前的加速器和离子源的条件,离子束强度达到 100 pA 的核子微探针的最佳空间分辨率是亚微米.近年来新发展的离子束显微成像技术是基于离子束能量的测量,而不是离子数目的测量,因此它们需要的束流强度非常小 ($\sim \text{fA}$). 在这种情况下,即使是目前的加速器和离子源的条件,纳米尺度的空间分辨率也能达到.

1983 年,澳大利亚 Melbourne 大学在微束 RBS 的基础上首先发展了沟道反差显微术 (CCM),它成为揭示晶体内部缺陷的有力工具.1987 年,美国 Eugene 大学发展了扫描透射离子显微术 (STIM),根据离子能量损失和样品面密度的简单关系,很容易获得样品密度的三维分布图,空间分辨率为 50 nm . 在 STIM 基础上,结合现代计算机辅助的拓扑技术 (CT),形成了具有强大威力的离子微束拓扑学 (IMT). 1991 年,美国 Livermore 和 Melbourne 大学合作建立了空间分辨率 $0.37 \mu\text{m}$ 的 IMT,可用来研究星际宇宙尘的三维密度分布,为太阳系的研究提供重要数据.将

IMT 技术结合到 PIXE 分析,可以对微小生物组织进行不需要切片的 3D-PIXE-CT 定量分析. 1991 年, Melbourne 发展了沟道 STIM 技术 (CSTIM), 实际上它是 CCM 和 STIM 的结合. 1989 年, 美国 Albany 大学首先提出高能离子束感生电荷 (IBIC) 成像技术. 一个 MeV 离子穿过活性区将产生电子-空穴对, 根据 P-N 结收集到的电荷脉冲, 可以获得有关活性区性能和分布的信息. IBIC 技术很快被用来测试大规模集成电路 (ULSI) 的所谓单事件免疫能力 (SEI), 即抵抗单粒子电离辐射造成 CMOS 逻辑单元状态错误的的能力, 这种状态错误将造成 COMS Memory 软件出错, 这种现象称为 Single Event Upset (SEU). ULSI 器件已广泛用于宇宙飞行, 它们将承受严重的宇宙线照射, 随着 ULSI 的尺寸缩小, SEI 能力下降, 它已成为发展高性能和高可靠度卫星电子技术的关键. 常规的微电子空间

辐照试验只能观察整个芯片的 SEI, 用纳米 MeV 离子束可测量芯片中个别单元的 SEI, 以及它们的分布图像, 它对 ULSI 器件的发展将起重要作用. 1992 年, 瑞典 Lund 大学发展了核子微探针离子发光技术 (IL), 根据离子发光的光谱特性研究样品的化学状态、杂质和缺陷的分布等微区结构的信息. 用微束 IL 技术分析稀土元素, 它的灵敏达到 0.1 ppm, 比微束 PIXE 高两个数量级.

表 1 列出被核子探针采用的一些离子束与物质的相互作用, 以及它们首次报导的年代. 一台性能优良的核子微探针, 能够在一次实验中综合使用多种核效应, 同时获得微区结构内的多重信息. 为了达到这个目的, 不仅要有一个装有多种探测器的靶室 (见图示), 而且要有多站多参量数据获取系统, 其中一个例子是全定量扫描分析系统 (TQSA).

经过 20 多年的工作, 离子束的聚焦透镜

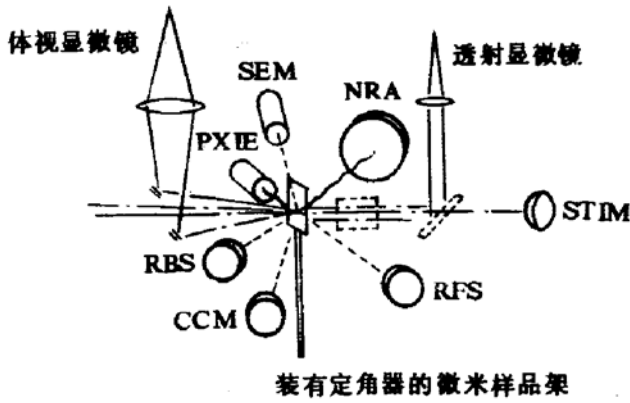
表 1 用于核子微探针的离子束与物质相互作用

| 相互作用方式 | 相关技术 | 代号 | 首次应用 |
|------------------|-------------|------------|------|
| 二次电子和 Auger 电子发射 | 二次电子成像 | SEI | 1972 |
| X 射线发射 | 粒子感生 X 射线发射 | PIXE | 1976 |
| 背散射 | (非)卢瑟福背散射 | (N)RBS | 1977 |
| 核反应 | 核反应分析 | NRA | 1977 |
| 弹性反冲 | 弹性反冲分析 | ERDA | 1983 |
| 沟道效应 | 沟道反差显微术 | CCM | 1983 |
| 前向散射 | 卢瑟福前散射 | RFS | 1985 |
| 能量损失 | 扫描透射显微术 | STIM | 1987 |
| 辐射损伤 | 离子束光刻术 | IBL | 1987 |
| 电子-空穴对产生 | 离子束感生电荷 | IBIC | 1989 |
| 沟道效应 | 扫描透射沟道显微术 | CSTIM | 1991 |
| 表面拓扑 | 离子束显微拓扑学 | IMT, 微束 CT | 1991 |
| 可见光发射 | 离子荧光显微成像 | IL | 1992 |

和离子光学系统已不断得以改进, 束斑空间分辨率已经从早期的 20 μm 下降了二个多量级. 聚焦透镜的主要像差可以归纳为三种: 离子束能散度引起的色差、透镜固有的球面像

差和四极透镜存在的各项寄生多极场造成的像差. 在目前已经达到的加速器束流最佳参数情况下, 考虑到上述各项像差, 理论上能够获得 100 pA 束流强度的最小束斑是 0.5 μm .

1990 年报导的 Oxford 核探针实际测量到的最佳分辨率 $FWHM = 0.32 \mu m$.



图示 多种探测器同时工作的核探针靶室

大幅度改善空间分辨率的途径有三条：使用高亮度离子源、改进加速器能散度和发展需要束流强度很小的显微成像技术。目前加速器大多使用射频离子源或双等离子源，

新发展的场致电离离子源和液体金属离子源能大幅度提高离子源的亮度。在 1994 年上海会议上，日本 Osaka 大学报导了用金属离子源制成 100 nm 束斑的核子微探针。最近，单级静电加速器的最佳能散度可达 $30 eV / 1 MeV$ ，根据计算，MeV 离子束空间分辨率，可以达到它的理论限：5 nm。

核探针技术起源于西欧，当时主要用于生物和医学研究。目前全世界约有核探针 80 台，随着世界经济东移，重点也向北美、澳洲和亚洲移动。它们的应用领域扩大到地球科学、材料科学和环境科学等。例如，1987 年的第一届国际核探针会议前后，日本新建的八台核探针全部被应用于微电子材料的研究。许多国家建立了主要目的用于地球科学研究的核探针，每年可分析数以万计的地质试样。

表 2 历届核子微探针国际会议的参加人数和论文数

| 国际会议 | 参加人数 | 参加国家和地区数 | 论文数 |
|----------------|------|----------|-----|
| 1987 Oxford | 70 | 14 | 47 |
| 1990 Melbourne | 60 | 13 | 72 |
| 1992 Uppsala | 70 | 17 | 80 |
| 1994 Shanghai | 97 | 23 | 104 |

表 3 核探针应用领域的比重(%)

| 国际会议 | 生命科学 | 地球科学 | 微电子 | 冶金和材料 | 艺术和考古 | 环境科学 |
|----------------|------|------|-----|-------|-------|------|
| 1987 Oxford | 52 | 17 | 7 | 17 | 7 | |
| 1990 Melbourne | 38 | 21 | 17 | 17 | 7 | |
| 1992 Uppsala | 20 | 36 | 21 | 15 | 4 | 4 |
| 1994 Shanghai | 27 | 30 | 11 | 17 | 6 | 9 |

在 1990 年第二届国际核探针会议上，人们预言：核探针的广泛应用将引起岩矿测试技术的一场革命。1990 年，世界著名刊物 Nuclear Instruments & Methods 发表了一幅全世界核子微探针的分布图，在这张图上，偌大的中国版图上还是一片空白。经过几年努力，我国核探针技术迅速发展，逐步赢得国际公认的先进性和权威性。1994 年 10 月，第四届国际

核探针会议在上海举行，会议空前热烈，参加会议的科学家和会上发表的论文都超过以前会议的 40% 左右。上海会议的论文集已由同一刊物 Nuclear Instruments & Methods 于 1995 年 9 月全文出版。表 2 列出历届国际会议参加人数和论文数，表 3 列出各届国际会议上核探针应用领域的比例。可以看出，自

(下转第 34 页)

Multitracer Technique and Prospects of Its Application

Qin Zhi Li Wenxin Yin Xinmin Zhang Xiang

Sun Tongyu Zhao Lili

(*Institute of Modern Physics, Chinese Academy of Sciences, Lanzhou 730000*)

Wang Xiaoxuan

(*Lanzhou University, Lanzhou 730000*)

Abstract The multitracer as a new radioanalytical techniques is introduced. The most recent progress of multitracer at RIKEN is reported in this paper. Finally, the possibility of studying this method at HIRFL is put forward.

Key Word multitracer technique

(上接第 24 页)

1992 年第三届国际会议以来,地球科学成为核探针的主要应用领域;在 1994 年四届国际会议上,环境科学崭露头角亦成为一个重要的应用领域.

Recent Progress of Nuclear Microprobe Technology

Zhu Jieqing

(*Shanghai Institute of Nuclear Research, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800*)

Abstract This paper reviews the recent progress of the nuclear microprobe technology in both micro-analysis and micro-imaging. Some examples of recent applications of its micro-imaging technology are enclosed to show the potentialities of the technology for a variety of scientific studies.

Key Words nuclear microprobe ion beam micro-analysis ion beam micro-imaging