

# 粒子探针简介

刘振灏

粒子探针, 国外文章中称为 Nuclear microprobe, 我们这样称呼它, 是为了区别于电子探针 (electron microprobe), 区别于离子探针 (Ion microprobe)。它是将加速器提供的兆电子伏数量级的粒子束 (质子、 $\alpha$ 粒子或者其它重离子) 进一步准直和聚焦到微米数量级。当前世界上聚焦最好的可使束斑达0.5微米, 下一步的目标是0.1微米。

胞体中的含量或者在细胞各部分中的含量, 就需要微米或者亚微米的束流。

微米束轰击样品靶后, 配合核反应 (NRA), 卢瑟福背散射 (RBS) 和粒子激发 x射线发射 (PIXE) 等核探测技术, 并由电子计算机完成能谱记录、运算、储存和显示, 从而对被测样品进行微区分析和元素的微量分析。它不仅有良好的空间分辨 ( $\mu\text{m}$ ), 而且具有高的灵敏度 ( $\sim \text{ppm}$ ), 它还兼备有全 (或多) 元素、快速、无损等优点。所以在材料科学, 冶金, 矿物, 微电子学和生物医学等方面有着广阔的应用。

## 一、粒子探针概况

将加速器的束流聚焦到如此之细, 是为了许多应用工作的需要。例如在细胞生物学中, 微量元素起着重要的作用, 而细胞体的大小对动物细胞而言只有十来微米, 对植物细胞也仅30来微米, 为了探测测量元素在细

正因为它具有上述特点和广泛地应用, 从1970年开创粒子探针以来, 目前已有27台聚焦在20微米以下的装置, 其中3微米以下的有8台。(参见表一)

表一	粒 子 探 针		一 览		
单位 (国家)	透 镜 类 型	真空度 (托)	聚焦斑点 (微米)	加 速 器	应 用 范 围
Heidelberg M.P.I. 西 德	2-磁四极透镜	$10^{-7}$	1~2	6WV 串列静电加速器	生物, 地学
Karlsruhe K.F.K. 西 德	同 上	$10^{-7}$	1~2	3.5MV 静电加速器	材料, 生物
Amsterdam Vrije Univ. 荷 兰	同 上	$10^{-7}$	3×8	55英寸 回旋加速器	生物
Zürich E. T. H. 瑞 士	同 上	$3 \times 10^{-7}$	11×26	6MV 串列静电加速器	生物
Worcester polytech 美 国	消色差 2-磁四极透镜	/	4	2MV 静电加速器	半导体和固体物理 生物
Murray Hill Bell Lab. 美 国	3-静电四极透镜	/	12	2MV 静电加速器	/
Argonne National Lab. 美 国	同 上	/	20	2MV 串列静电加速器	/
Damstadt G. S. I. 西 德	3-磁四极透镜	$2 \times 10^{-8}$	3	直线加速器	生物、半导体和 固体物理
Harwell A.E.R.E 英 国	3/4-磁四极透镜	$10^{-6}$	2	3MV 静电加速器	生物、地学、材料、冶 金、腐蚀、催化、考古、 半导体和固体物理
Oxford Univ. 英 国	同 上	$10^{-6}$	1	6MV 串列静电加速器	生物

Meibourne Univ. 澳大利亚	4-磁四极透镜	$10^{-7}$	3	5MV 静电加速器	生物、地学、半导体和 固体物理
Bochum Ruhr Univ. 联邦德国	同 上	$5 \times 10^{-8}$	2	串 列 地那米加速器	生物
Emdhoven Univ. 荷兰	同 上	$10^{-6}$	20	回旋加速器	生物
Studsvik Atomenergi 瑞典	同 上	$10^{-6}$	5	6MV 静电加速器	生物
Lower Hutt I.N.S. 新西兰	同 上	$10^{-5}$	10	3MV 静电加速器	地学、考古、腐蚀、材料
Namur Univ. 比利时	同 上	$3 \times 10^{-7}$	5	2.5MV 静电加速器	材料、考古
Lund Univ. 瑞典	同 上	$10^{-5}$	6~8	3MV 静电加速器	生物、考古
Albuquerque Sandia. Univ. 美国	同 上	/	2	6MV 串列静电加速器	材料
Manitoba Univ. 加拿大	同 上	/	10	回旋加速器	材料、地学
Saclay C. E. A. 法国	同 上	$10^{-9}$	/	4MV 静电加速器	生物、冶金、材料
Los Alamos National Lab. 美国	超导螺线管	/	5	/	地学、材料
Cambridge Mass. M.I.T. 美国	同 上	/	10	4MV 静电加速器	生物
Oregan Univ. 美国	等离子体透镜	$10^{-7}$	5	5MV 静电加速器	生物
Manchester Univ. 英国	/	/	4	5.5MV 静电加速器	冶金
Kingston Queen's Univ. 英国	准直器	$5 \times 10^{-6}$	10	4MV 静电加速器	生物
Brookleyn col. 美国	同 上	$10^{-6}$	20	3.75MV 静电加速器	生物、地学、表面物理
Birmingham Univ. 英国	同 上	$2 \times 10^{-7}$	20 <sub>min</sub>	3MV 地那米加速器	冶金、地学、硅的沟道 效应

## 二、聚焦系统—准直和透镜

加速器引出的束流一般聚焦在毫米数量级，要把它进一步聚焦到微米数量级，一般先用准直器（狭缝或针孔）将束流变细，物点缩小，再进而用各种形式的透镜把它压缩为微米束。也有少数粒子探针仅使用准直器。但不使用透镜聚焦，会产生强的本底，而且到达靶上的束流也很弱，从而限制了它的应用范围。

这种准直、聚焦的典型范例是海德堡的装置（图1）。束流由加速器聚焦在第一个准直器处，它就是后面的微米束装置的物点，双组合磁四极透镜的焦距是12厘米，该四极透镜外径17厘米，但是它的四个磁极的内切圆孔径只有5毫米，场强可达400T/m，第

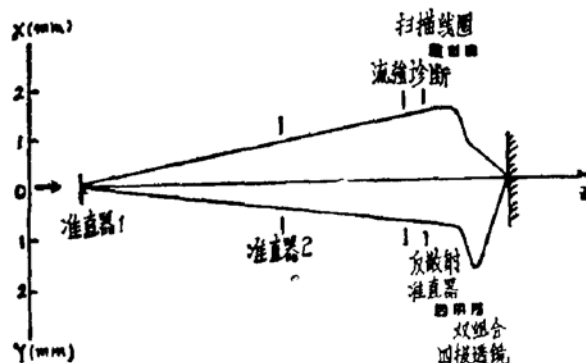


图1 海德堡的粒子探针装置示意图

二个准直器规定了透镜的接受度。

准直器是用碳化钨材料制成，入射面和出射面都进行仔细的抛光，不平整度在0.05微米范围内，入射角为 $10^\circ \sim 20^\circ$ ，出射角为 $3^\circ \sim 4^\circ$ ，宽为几十微米（参见图2）。这种形状的准直器只有很低的散射束流产生，被散射的束流环绕束斑产生一个光环，当准直器

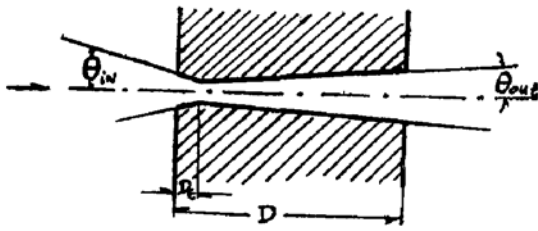


图2 准直器示意图

$\theta_{in} = 15^\circ$ ,  $\theta_{out} = 4^\circ$ ,  $D = 5\text{mm}$ ,  $D_E = 0.2\text{mm}$

设计得好时, 这种光环的束流强度只是束斑的千分之一。

四极透镜的极靴用50%的铁和50%的钴合金制成。圆柱状的极靴顶部要求进行精细的机械加工, 一般要好于 $\pm 5\mu\text{m}$ , 四个极的对称度以及两组极的同轴度都要求非常高(参见图3)。为了避免振动的影响, 要求把透镜放在固定很好的水泥台或者金属台架上。

透镜的类型详见表一。一般采用两组合

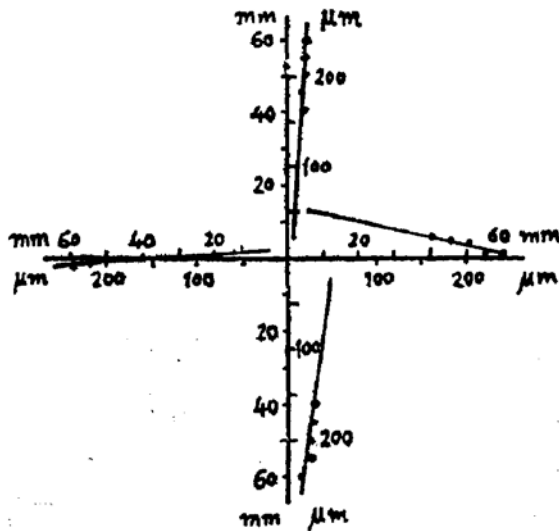


图3 四个极的理想位置是坐标轴。错位坐标放大了250倍。

或者多组合磁四极透镜, 为的是给出较大的缩小率, 两组合的优点是便于调到最佳, 稳定性也好。贝尔实验室使用三组合静电四极透镜, 给出很紧凑的结构, 但是磁和静电的四极透镜都有色差太大的固有弱点。美国麻省理工学院和洛斯·阿拉莫斯国立实验室发展了一种超导螺线管透镜, 使用一个较容易加工的圆筒透镜代替加工复杂的四极透镜本身就是一个进步, 洛斯·阿拉莫斯的粒子探针已把束流聚焦到5微米。近来又有一种等

离子体透镜出现, 它是由美国西北部的俄勒冈州立大学发展起来的, 使用捕集电子分布的方法来聚焦正离子束, 近来束斑达到 $5\mu\text{m}$ 时有 $0.33\text{nA}$ 的束流。这种透镜的引人之处不仅在于它聚焦重粒子并不要求更大的电场梯度, 而且理论上的象差可以被等离子体的形状所调节。

### 三、应用技术

离子束轰击样品表面后进行分析最常用的方法是粒子激发x射线分析(PIXE), 这是一种原子反应, 入射粒子使原子内层(K, L, M, ...)电子发生跃迁, 产生辐射发出x射线, 然后用Si(Li)探测器测量x射线的能谱, 因为不同元素对应于不同的特征能量x射线, 所以从测量的能谱中可以分析出对应的元素并决定它们的浓度。它有快速、多元素和灵敏度高的特点, 绝对灵敏度到 $10^{-12}$ 克, 相对灵敏度平均说来为 $10^{-6}$ (1ppm), 分析时所需样品只要 $\mu\text{g}$ 就够了。在PIXE的应用领域方面, 许多实验室早有扫描电子显微镜作为分析微量元素的工具。但是由于电子探针只给出软x射线, 并由于基体的吸收和表面不平度的影响, 通常粒子探针使用PIXE技术, 灵敏度要比电子探针高两个数量级以上。但是粒子探针的位置分辨目前只达到 $\sim 1\mu\text{m}$ , 电子探针却已获得 $< 1\mu\text{m}$ 的电子束。

利用粒子探针提供的束流在样品靶上产生的核反应(NRA), 可以探测氢, 它的同位素氘和氚, 以及其它较轻的元素和稳定的同位素。这是非核手段无法完成的。可供使用的核反应很多, 表二给出了英国哈威尔原子能研究中心的粒子探针所选用的核反应, 它们每年要操作上百个样品, 分析材料中轻元素的含量和分布。

粒子探针通过核反应测量轻元素大大优于电子探针的原因是:

- 1) 信号噪声比远远大于电子激发的x

表二 确定轻元素采用的核反应

元素	同位素	反应	材料	灵敏度 (wt. ppm)
H	<sup>1</sup> H	( <sup>11</sup> B, α)2α	金属	1000
		( <sup>3</sup> He, <sup>3</sup> He) <sup>1</sup> H	催化剂颗粒	<1000
	<sup>2</sup> H	( <sup>3</sup> He, P)α	钢, 钨合金, 碳	< 10
Li	<sup>3</sup> H	(α, n)α	钨合金	< 1
	<sup>7</sup> Li	(p, α)α	钢, B <sub>4</sub> C	100
Be	<sup>9</sup> Be	(α, n <sub>0</sub> ) <sup>12</sup> C	铜中扩散的铍	200
		(d, p <sub>0</sub> ) <sup>10</sup> Be		
B	<sup>10</sup> B	(d, p) <sup>11</sup> B	钢, 镍, 焊接	50
	<sup>10</sup> B	(α, p) <sup>13</sup> C		
	<sup>11</sup> B	(α, p) <sup>14</sup> C	硼化钢	100
	<sup>11</sup> B	(p, α)2α	钢	< 10
C	<sup>12</sup> C	(d, p <sub>0</sub> ) <sup>13</sup> C	金属、氧化物、焊件, 生物催化剂, 粒子对材料的疲劳, 核燃料	1
	<sup>13</sup> C	(d, p <sub>0</sub> ) <sup>14</sup> C	镍	40
N	<sup>14</sup> N	(d, p <sub>0</sub> ) <sup>15</sup> N	钢, 镍钢, TZM, 钢氮化物	20
	<sup>14</sup> N	(d, α) <sup>12</sup> C	金属氮化物	100
	<sup>15</sup> N	(p, αγ) <sup>12</sup> C	生物	100
O	<sup>16</sup> O	(d, p <sub>1</sub> ) <sup>17</sup> O	钢, 镍钢, 钒, 钨合金, 焊件, 氧化物, 核燃料	50
	<sup>16</sup> O	(d, p <sub>1</sub> γ) <sup>17</sup> O	已氧化的Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> , 金属, 核燃料	1000
	<sup>18</sup> O	(p, α <sub>0</sub> ) <sup>15</sup> N	已腐蚀的金属	100
F	<sup>19</sup> F	(p, α <sub>0</sub> ) <sup>16</sup> O	合成物	10
Si	<sup>28</sup> Si	(d, p <sub>0</sub> ) <sup>29</sup> Si	钢, 镍钢, TZM	200

射线;

2) 粒子探针能鉴别表面污染, 而x射线不可能;

3) 中、重元素的干扰是低的, 因为库仑位垒抑制了这些核的反应。而x射线分析, 低能轻元素的K层x射线谱被较重元素的L, M, N层的x射线能谱干扰;

4) 低能x射线的吸收修正是困难的, 而粒子探针核反应的阻止本领的修正是可靠的;

5) 氢和氦能用粒子探针的核反应测量, 而电子探针不能分析;

6) 粒子探针能分析同位素, 而电子探针不能。

哈威尔早期的工作已经完成了对<sup>18</sup>O和<sup>2</sup>H的分析工作, 目前已经完成了<sup>13</sup>C, <sup>15</sup>N和

<sup>7</sup>Li的测量工作, 这些稳定同位素的测定对于认识原始的自然界, 对于研究化学、物理、生物和核过程是很有帮助的。

背散射是粒子探针使用的又一核探测技术, 它可以决定样品的表面成分和元素随深度的分布, 还可以选择入射粒子的方向, 利用沟道效应, 研究结晶缺陷。这在微电子学方面有着广阔的应用。如用背散射技术研究离子注入多晶硅而形成的微观结构, 这种多晶硅用于许多集成电路中。

### 参 考 文 献

1. H. Kneis et. al., Nucl. Inst. & Meth. 197(1982)79—83
2. J. W. McMillan et. al., Nucl. Inst. & Meth. 197(1982)171—177
3. R. Nobile, Nucl. Inst. & Meth. 218 (1983)199