

# 场离子显微镜原子探针系统校正

王 琦 T.J.Kinkus\* 任大刚

(中国科学院金属研究所)

〔摘要〕 本文从方法和实验讨论场离子显微镜原子探针系统的校正, 提出一种新的方法并得到较好的参数, 还分析了影响仪器参数精度的因素, 对比各种方法的优缺点。

## 一、引 言

场离子显微镜原子探针 (APFIM) 系统在国内已有较大发展, 现有四台直线飞行管道型的该种系统。这种仪器在表面成份、微区成份<sup>[1]</sup>和深度分析<sup>[2]</sup>方面有很重要的应用, 而这些应用大部份都基于原子探针的飞行质谱, 因此, 飞行质谱的准确性就是一个关键问题。为了获得较高的质量分辨率, 必须校准仪器参数, 这对仪器的正常使用具有重要意义。

## 二、校 准 方 法

原子探针中, 质谱峰的计算如下:

$$M = C (V_d + \alpha V_p) (T - T_0)^2 \quad (1)$$

式中,  $M$  是质荷比,  $C$  是和物理常数及飞行距离有关的参量,  $V_d$  和  $V_p$  分别是直流高压 (KV) 和高压脉冲 (KV),  $T$  是计时器测得的时间 ( $\mu S$ ),  $T_0$  是脉冲信号从样品到计时器所需时间  $T_s$  和探测器信号到计时器所需时间  $T_D$  之差, 它只取决于系统的几何结构 (见图 1)。设  $T_c$  是计时器测得的时间, 则真实时间  $T_R$  为:  $T_R = T_c - (T_D - T_s)$ ,  $T_0$  就是式中的  $T_D - T_s$ 。 $\alpha$  是脉冲分压前的系数。当脉冲加到样品时, 高频脉冲会在样品端点产生反射<sup>[3]</sup>, 其前半部反射后将叠加在后半部份上, 这样实际加在样品上的脉冲高压大于表头值,  $\alpha$  就是这个修正参数<sup>[4]</sup>。一般  $1 < \alpha < 2$ 。可将式 (1) 改写为:

$$T = \sqrt{\frac{M}{C(1+\alpha F)V_d}} + T_0 \quad (2)$$

式中,  $F = V_p/V_d$  是脉冲百分比。

对于式 (2) 有两种不同的处理方法。一是把  $\frac{M}{(1+\alpha F)V_d}$  看成变量<sup>[5]</sup>, 例如  $X$ ,

式 (2) 变为: 
$$T = \sqrt{\frac{1}{C} X} + T_0$$

另一种方法就是我们提出的, 把  $\sqrt{1/V_d}$  看成变量  $X$ , 则式 (2) 变为:

1987年9月20日收

\* 美国宾夕法尼亚大学访问学者

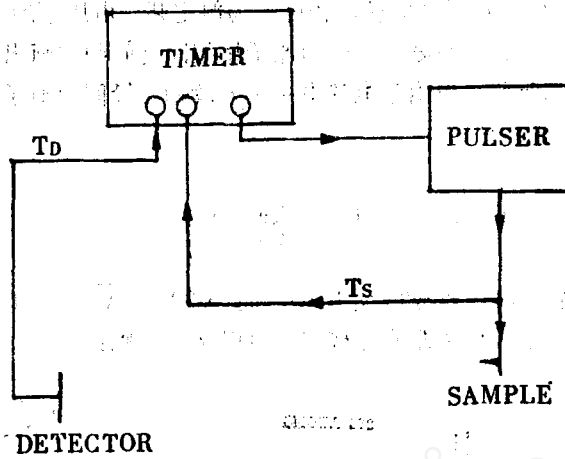


图1 原子探针系统工作原理

$$T = \sqrt{\frac{M}{C(1 + \alpha F)}} X + T_0$$

在线性回归理论中<sup>[6]</sup>，如果已知一个函数是线性关系，设为 $Y = ax + b$ ，则通过测量 $n$ 对实验点 $x_i, y_i$ ，可求出 $a$ 和 $b$ 。

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad \bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i$$

$$l_{xx} = \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \quad l_{yy} = \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2$$

$$l_{xy} = \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})$$

相关系数为：

$$R = \frac{l_{xy}}{\sqrt{l_{xx}l_{yy}}}$$

在第一种处理方法中， $b = T_0$ ， $a = \sqrt{1/C}$ 。由于 $X$ 包含 $\alpha$ 这个需求的量，因此我们是通过选择一个 $\alpha$ ，使相关系数 $R$ 最大来确定 $\alpha$ 值。定出其线性回归方程后，就能知道 $T_0$ 和 $C$ 。

在第二种方法中， $a = \sqrt{\frac{M}{C(1 + \alpha F)}}$ ， $b = T_0$ 。由于 $M$ 在斜率中，不同质荷比的原子其实实验点将不在一条直线上，但由于 $T_0$ 只和系统的几何结构有关，因此这些实验点所在的回归直线在 $T$ 轴上的交点是相同的，即 $T_0$ 。 $\alpha$ 可由下式确定：

$$\alpha = (M/CS^2 - 1) / F \tag{4}$$

式中， $S$ 是 $X-T$ 直线的斜率， $C$ 由飞行管道长度可知，其引起的误差可归到 $\alpha$ 中。

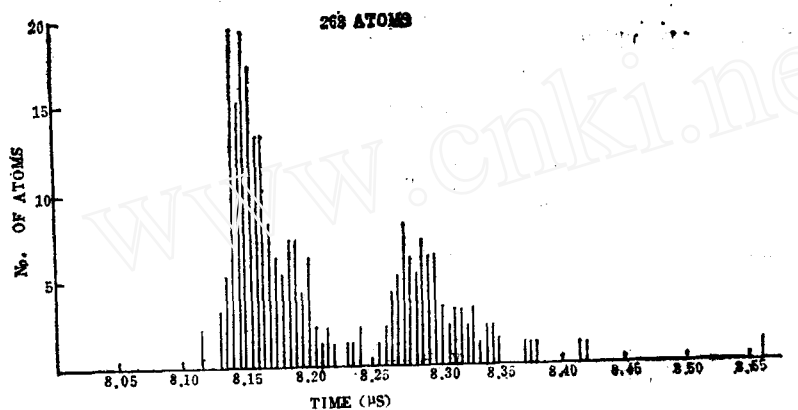
### 三、实 验 过 程

此实验主要是收集原子的过程。实验中必须保持蒸发速度始终一致。在我们的系统中，

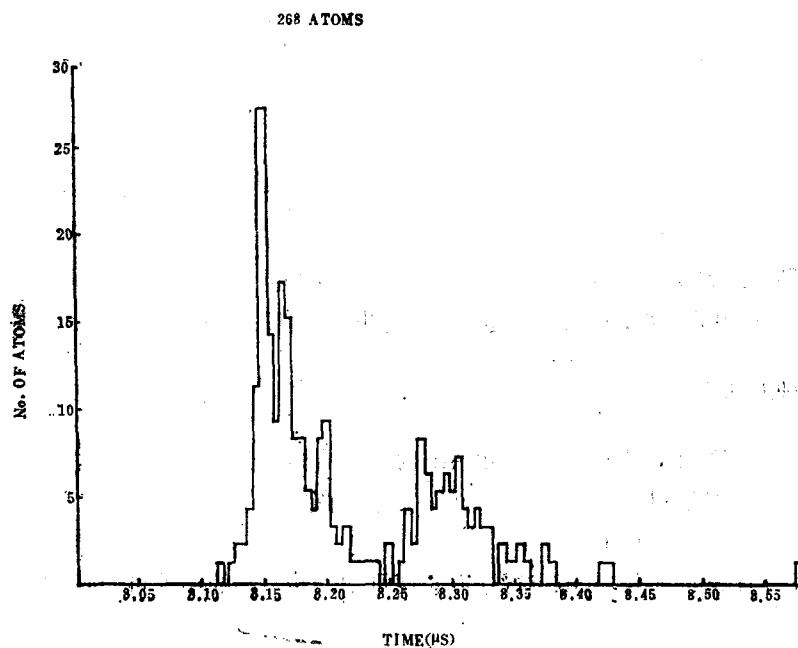
当脉冲频率为100Hz时,以1原子/600脉冲较好。为测定某一电压下的飞行时间,要在该电压下收集一定数目的原子。把这些电压相同的原子按相同时间归类画出时间峰,以峰值定出该电压下该种原子的飞行时间。但由于电压有一定的波动,设同种原子在 $V_{d1}$ 和 $V_{d2}$ 两电压下飞行时间分别是 $T_1$ 和 $T_2$ ,则:

$$T_2 = \sqrt{\frac{V_{d1}}{V_{d2}}} T_1 + \left(1 - \sqrt{\frac{V_{d1}}{V_{d2}}}\right) T_0 \quad (5)$$

这里忽略了 $F_2/F_1$ 的影响。由于通常 $T_0 < 1 \mu\text{S}$ , 而 $|\sqrt{V_{d1}/V_{d2}} - 1| < 0.001$ 。所以公式中后一项一般小于5nS, 小于计时器的分辨率, 可以略去。则:



(a)



(b)

图2 Cu的飞行时间峰 (a—把具有不同电压的Cu原子简单加在一起时的谱峰 b—把具有不同电压的Cu原子转换为某一电压后的Cu原子时间峰)

$$T_2 = \sqrt{\frac{V_{d1}}{V_{d2}}} T_1$$

这一公式可将不同电压下的飞行时间转换到某一相同电压下的时间，可避免电压波动引起的误差并得到足够的原子数来确定峰值。图2是一个经过这样处理后的时间峰，图2a中含两个 $V_d$ ， $V_{d1} = 10.0983KV$ ， $V_{d2} = 10.1329KV$ 。可以看出这样处理后，峰值更易确定。

在前述方法分析中，讨论过两种对式(2)的处理方法。用第一种方法时，要求 $X$ 的变化范围大，这样才能较准确地得到 $\alpha$ ，即要求每个质荷比的电压范围要大，而且用不同种元素，使仪器在大质量范围内适用。另外，为了有较准确的 $T_0$ ，要求有距 $T$ 轴较近的实验点，即用较轻的元素。而第二种方法却需对每一种原子的测量有尽可能宽的电压范围。

#### 四、实验结果及讨论

本实验用Cu-0.9at%Ni及氢元素，脉冲比 $F$ 保持在10%。在第一种方法中，我们只用了 $^{63}Cu$ 原子，图3是实验结果及其 $X-T$ 回归直线。实验结果： $\alpha \approx 1.3$ ， $T_0 = 0.14\mu S$ ， $C = 0.0858$ ， $R = 0.99991$ 。在第二种方法中，我们用了四组数据，一组是氢，另三组分别是 $^{63}Cu$ 及其氢化物，实验结果见表1和图4。四组数据所得 $T_0$ 相近，平均值约为 $0.135\mu S$ 。当 $C = 0.0858$ 时，分别得到四个 $\alpha$ 值(表1)。除氢原子所得 $\alpha$ 外，其余三个 $\alpha$ 值接近，平均值约为1.3。氢原子 $\alpha$ 值相差较大，这是因为氢是最轻的元素，飞行时间短，因此其飞行质谱对 $T_0$ 的变化很敏感，而对 $\alpha$ 的变化则相反。

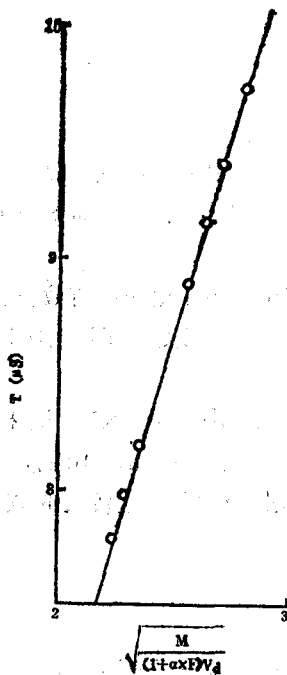


图3 用第一种方法得到的结果(○表示实验点，—表示回归直线)

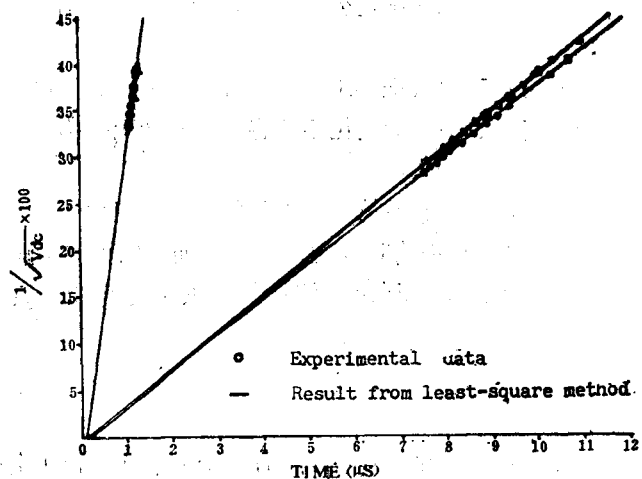
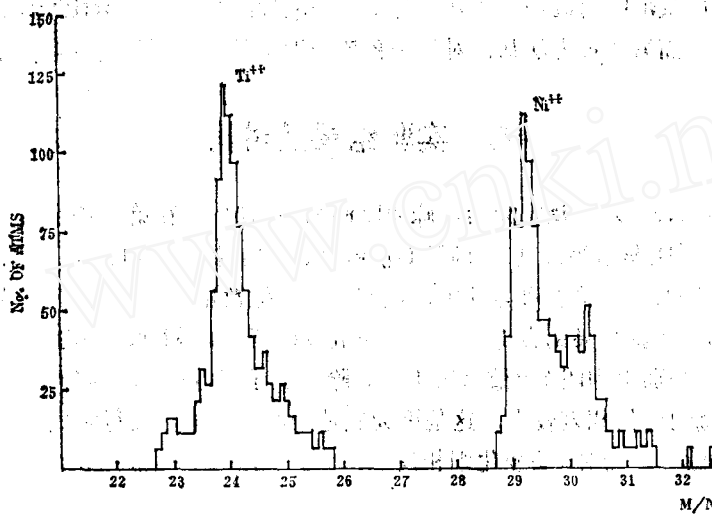


图4 用第二种方法得到的结果

表 1

No.	T <sub>0</sub>	F	Slop	$\alpha$
1 (H)	0.1105493	9.64%	2.940102	3.6
2 (Cu)	0.2050734	9.91%	25.31968	1.5
3 (Cu+H <sub>2</sub> )	0.1031027	9.70%	26.19775	1.1
4 (Cu)	0.1217718	9.65%	25.43607	1.4

图 5 用新的仪器参数测得的Ni<sup>++</sup>和Ti<sup>++</sup>飞行质谱峰

$$\frac{\Delta \alpha}{\alpha} = \frac{-2M}{M - CS^2} \cdot \frac{\Delta S}{S}$$

可以看出,当M很小时,  $M - CS^2$ 也很小, 则小的 $\Delta S$ 可能使 $\Delta \alpha$ 很大。也就是说,在第二种方法中,用轻元素确定 $\alpha$ 是不合适的。用校准后的参数得到的Ni, Ti合金质谱峰见图5。

第一种方法可以较准确地得到 $\alpha$ 和 $T_0$ ,但在我们现有的系统中,由于电压的有效位数不够<sup>[7]</sup>,相关系数R对 $\alpha$ 的变化不敏感,这样就无从确定 $\alpha$ ,这是致命的弱点,而且工作量很大。

第二种方法可以避免第一种方法的缺点,但由于通常实验电压范围小于15KV,这样实验数据都离T轴较远而使 $T_0$ 不很准确。幸而我们可用不同的质荷比测定,使几条不同直线相交于一点来减少误差。而在 $\alpha$ 的测量中,要尽量避免用轻原子的数据,否则会引起较大的误差。

## 五、结 论

本工作对场离子显微镜原子探针系统的校正进行了全面的讨论,提出了更适合我们系统的校正方法,得到了较满意的参数,还讨论了各种方法的优缺点和影响数据精度的各种因素。

本工作得到华中师范大学刘武先生热心帮助和本室胡秋红的大力协助,表示感谢。

### 参 考 文 献

- [1] T. Sakurai et al., Pro. 32nd IFES, P. C2-179 1985
- [2] I. Kamiya et al., Pro. 33rd IFES, P. C7-195 1986
- [3] 梁昆森,《数学物理方法》,人民教育出版社, P.189 1979
- [4] J. A. Panitz & R. T. Walko, Sci. Instr., 47, P. 1251 1976
- [5] T. T' Tsong et al., Rev. Sci. Instrum, 55(8), Aug. 1984
- [6] 《数学手册》编写组,《数学手册》,人民教育出版社, P. 837 1977
- [7] 陈之和、李士丽,《原子探针电气设计》, 1982

## The Calibration of the Atom Probe System

Wang Qi T. J. Kinkus\* D. G. Ren

(Institute of Metal Research, Academia Sinica)

Received 20, Sep. 1987

### Abstract

Atom Probe field ion microscopy has been widely used. The calibration of the instrument is very important in order to obtain a good mass resolution. This paper systematically discusses the different methods to calibrate the equipment experimentally and theoretically. We offer a new method and acquire good equipmental parameters. We study the influences which affect the accuracy of our experimental data, and show the advantages and disadvantages of both methods also.

\* Postdoctor from Penn. State Univ., USA