

一种离子流束斑形状的快速检测方法

包泽民¹, 刘光达¹, 王培智¹, 龙涛², 田地¹,
邱春玲¹, 刘敦一²

(1. 吉林大学仪器科学与电气工程学院, 吉林 长春 130061;

2. 中国地质科学院地质研究所, 北京 100037)

摘要:针对当前质谱仪研制及调试过程中离子束斑形状检测方法繁琐、效率低等问题,提出一种快速、实时的检测方法。该方法在传统刀边法的基础上,采用多角度切割线包围成图原理,即分别在 0° 、 45° 、 90° 、 135° 方向移动锋利刀边“切割”离子束,得出离子流强度变化曲线,最终还原离子束斑形状及束流核心区域。通过自行搭建的测试平台,将该方法得到的束斑形状与离子轰击痕迹法的结果进行对比,结果表明,采用本方法检测得到的离子束斑形状及核心区域与离子轰击痕迹法基本一致,但较后者操作简单、省时高效,可实现实时检测。

关键词:质谱仪;离子束斑;束斑形状;多角度切割线包围成图原理

中图分类号: O657.63

文献标志码: A

文章编号: 1004-2997(2015)03-0274-08

doi: 10.7538/zpxb.2015.36.03.0274

Fast Measurement Method of Ion Beam Spot

BAO Ze-min¹, LIU Guang-da¹, WANG Pei-zhi¹, LONG Tao², TIAN Di¹,
QIU Chun-ling¹, LIU Dun-yi²

(1. College of Instrument Science & Electrical Engineering, Jilin University, Changchun 130061, China;

2. Institute of Geology Chinese Academy of Geological Sciences, Beijing 100037, China)

Abstract: In order to solve the difficult problem of ion beam spot measurement and profiling in research and adjustment of mass spectrometers, such as low efficiency, tedious process, difficult operation and so on, a method of fast beam spot shape measurement was proposed. Based on the conventional knife-edge method, a multi-angle cutting-line image forming principle was developed. Through sharp knife edge "cutting" ion beam in 0° , 45° , 90° and 135° directions respectively, ion current intensity curves were obtained. Finally, the image of ion beam spot shape and core area could be formed. Through the self-built experimental platform, the ion beam spot shape and core area of this method were compared with that of ion bombardment imaging method. Experiments show that the results of multi-angle cutting-line image forming method are in

收稿日期: 2014-08-04; 修回日期: 2014-11-13

基金项目: “国家重大科学仪器设备开发专项”《同位素地质学专用 TOF-SIMS 科学仪器》(2011YQ050069, 2011YQ05006906)资助

作者简介: 包泽民(1985—), 男(蒙古族), 辽宁人, 博士研究生, 从事二次离子质谱仪器研发。E-mail: bzmin2388@qq.com

通信作者: 龙涛(1984—), 男(汉族), 山东人, 助理研究员, 从事质谱仪器研发与应用。E-mail: longtao@bjshrimp.cn

close agreement with ion bombardment imaging method one. However, this method is of simple operation, time saving and high efficiency, which can realize real-time detection.

Key words: mass spectrometer; beam spot; spot shape; multi-angle cutting-line image forming principle

不同种类的质谱仪器因其原理不同对离子束斑形状的要求也不同,如二次离子探针需要一次离子束斑为圆形,双聚焦磁质量分析器则需要束斑形状为窄带。质谱仪器研发及调试过程中需要对离子流束斑形状进行检测,以评估离子光学系统^[1-2]。离子光学系统中非轴对称部件、机械加工精度、表面处理水平、装配精度以及离子束能量差异等都是导致离子束斑形状发生变化的因素,如何检测离子束斑形状是评估离子光学系统亟待解决的问题之一。

目前离子束斑检测方法主要有3种:1)离子轰击荧光靶板^[3],肉眼能看见离子束斑;2)传统刀边法,即金属刀边“切割”离子束,检测被刀边阻挡的离子流^[4-6],或在刀边后检测未被阻挡的离子流^[7-8];3)离子轰击平整的样品靶,查看轰击痕迹^[2,9-11]。方法1和方法2是目前常用的方法,其检测速度快、效率高;方法3虽然在检测速度上没有优势,但是能通过痕迹判断离子束斑形状及离子束流密度情况,且精度更高。但这3种方法也存在各自的不足:方法1中的荧光板会放大束斑,影响准确性,且易损耗,重复利用性差;方法2虽然易于实现,但不能检测束斑形状;方法3需要把轰击后的样品靶放在显微镜下观察,这个过程需要开关分子泵、拆卸腔体,其操作复杂、耗时长,无法实现实时检测。

针对以上问题,本工作提出多角度切割线包围成图法,以二次离子质谱仪中一次离子束为测试对象,在不同处理条件下,改变离子束斑形状,对离子束斑形状进行检测,并与离子轰击痕迹法的结果进行比较,验证其准确性。

1 束斑形状检测方法

1.1 离子束切割原理

文献[4]给出的刀边法原理示意图示于图1。平整的刀边沿着垂直于离子飞行方向运动,慢慢挡住部分直至全部离子,刀边之后固定有法拉第杯检测器,用以检测离子流强度变化。

法拉第杯内部细而深,内表面镀有防止二次电子溅射的材料,杯前为抑制电极,加50~100 V负电压用于防止杯内二次电子逃逸,也防止离子打在刀边上产生的二次电子进入杯内影响检测精度,将其与直流放大器结合可检测pA级离子流信号。刀边与腔体相连,再连接到大地上,可将打上面的电荷引走,保证刀片与腔体为等电势,使空间内不存在电场,不影响离子运行轨迹。

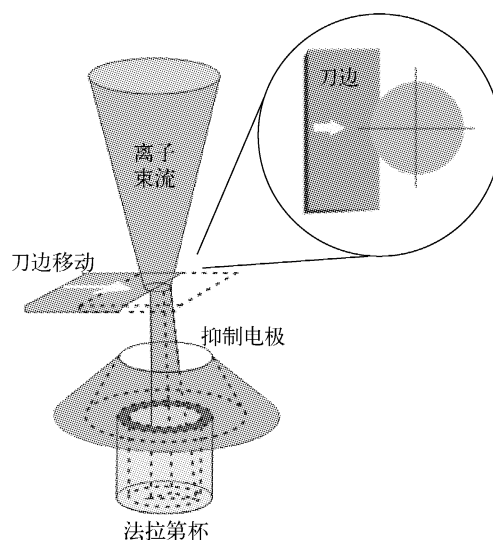


图1 刀边法原理示意图

Fig. 1 Schematic of knife-edge method

刀边法检测离子流强度及密度变化曲线示于图2。由图2可以看出,刀边刚刚接触离子束和快挡住全部离子束时,离子流强度变化慢,而切割离子束中间位置时变化快,这是因为轴心处离子流密度高于远处,刀边每移动一定距离遮挡的面积也较两边大。操作过程中可根据实际情况设定阈值,确定束斑起止位置。

1.2 多角度切割线包围成图原理

传统刀边法的刀边从一个方向进入,只能得到离子束在这个方向上的延伸长度。该方法认为离子束斑为圆形,适用于理想轴对称离子光学系统,但不具备广泛性。在传统刀边法基础上,分别从0°、45°、90°、135°方向垂直向轴心

移动刀边,对离子束进行切割,多角度切割线相包围成图原理示于图3。其中,离子束截面图示于图3a,箭头为刀边切割方向,圆圈为离子束等密度曲线,越往中心代表离子流密度越强。如前所述,离子流密度核心区域不一定在几何中心,可能存在偏移,沿以上角度“切割”离子束可以得到4个轴向上的束斑的延伸长度,再通过这4条离子流强度变化曲线还原离子束斑形状。

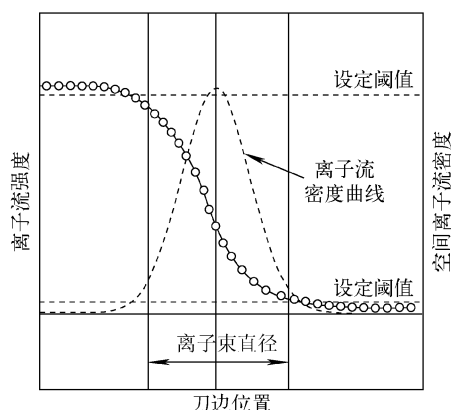


图2 刀边法检测数据及离子束流密度曲线
Fig. 2 Knife-edge method data and ion beam density curve

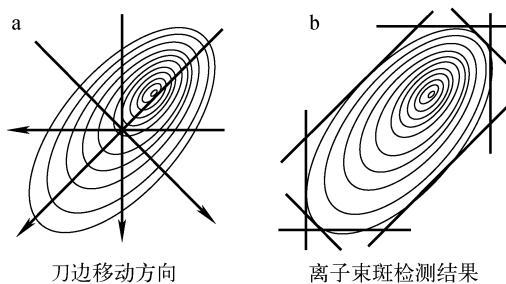


图3 多角度切割线相包围成图原理
Fig. 3 Multi-angle cutting-line image forming principle

离子束斑检测结果示于图3b。刀边沿4个方向切割离子束,以离子流强度的5%~95%作为阈值(阈值可根据实际情况设定),根据其强度变化,确定每个方向的线段起止位置,标记为图中轮廓的8条相交的切割线,4个方向的全部切割线围成了离子束斑的大致轮廓。

1.3 离子流密度估计

离子流核心位置是离子密度最大的一个区

域,理想情况下应该在束斑的几何中心,但实际中可能会有一定偏移。根据沿着4个方向得到的4条离子流强度变化曲线,估计离子流密度分布,可确定束流核心位置。

刀边切割离子后得到离子流强度变化曲线,离子沿其中某方向(设 α 角方向)的线密度(垂直于刀边移动方向上的离子流密度加和)计算公式如式(1):

$$\rho_{La}(x) = \frac{dI_a(x)}{dx} \quad (1)$$

式中, $\rho_{La}(x)$ 并非 α 方向某一测线上的离子流密度,而是整个方向上的线密度。因为该方向不同位置线密度点对应的面积不同,离子流密度也不同,所以需要对其进一步处理以校准这些因素,从而计算某一测线上的离子流密度值。具体计算公式如式(2):

$$\rho_a(x) = \frac{\rho_{La}(x)M_a(x)}{\Delta S(x)} \quad (2)$$

式中, $\Delta S(x)$ 为 α 方向上每个线密度点对应的面积,采用多角度切割线相交包围成图法可以得到该面积; $M_a(x)$ 是 α 方向上离子流校准系数,其计算公式如式(3):

$$M_a(x) = \frac{\rho_{La+90}(x)}{\text{SUM}[\rho_{La+90}(x)]} \quad (3)$$

式中, $\rho_{La+90}(x)$ 是垂直于刀边移动方向($\alpha+90^\circ$ 方向)上的线密度。

$\rho_a(x)$ 并不能完全反映离子流密度,但可以作为在该测线上离子流密度的一种有效估计。

1.4 离子流核心的确定

某一方向离子流核心区域边界确定方法示于图4,横轴为刀边位置,纵轴为离子流密度。设离子流密度估计曲线与横轴围成的总面积为 S ,假设 $m\%$ 的离子通过核心区域,先找到离子

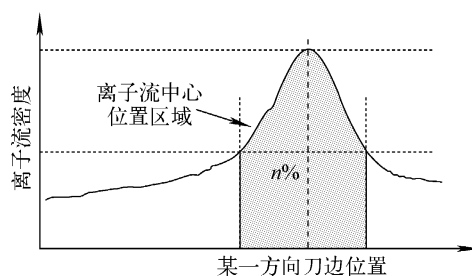


图4 某一方向离子流核心区域边界点确定
Fig. 4 Determination of ion beam core area boundary points

流密度最大峰值点,做一条经过峰值点与横轴平行的直线,沿纵轴向下移动该直线,与密度估计曲线在峰前后相交于两点,过这两点分别做平行于纵轴的直线,假设这两条直线与密度估计曲线、横轴围成的部分(阴影部分所示)面积占 S 的 $n\%$ 。随着横线向下移动, n 逐渐接近 m ,当 $m=n$ 时,记录两个交点的刀边位置,这两点即为离子束核心区域的起止位置。

离子核心位置成图原理示于图 5。将 0° 、 45° 、 90° 、 135° 方向的起始位置按照图 5 还原成图,得到离子流的核心区域(黑色部分),大部分离子光学部件为近轴工作特性,离子分布在距中心较近的范围内。

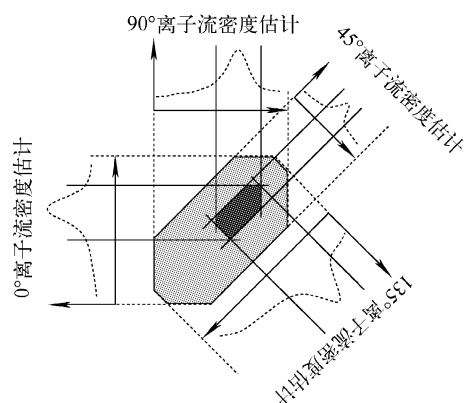


图 5 离子核心位置成图原理

Fig. 5 Principle of ion beam core area image creation

2 实验设计

2.1 测试平台

测试平台结构示于图 6,采用双等离子体氧源作为离子源,氧气通过针阀进入空心阴极,

放电产生离子,被 -10 kV 电压抽出,通过四级透镜、单透镜组、挡板进入法拉第杯。其中,四级透镜为偏转和调整离子束斑形状的部件^[12],透镜组用于离子聚焦,检测点在单透镜组之后。

离子源阳极板和挡板把整个腔体分隔成 3 个子腔体,阳极孔和挡板孔使各子腔体间形成差级真空,采用 Pfeiffer 公司 Hipace 300 型分子泵抽取,抽速为 245 L/s,真空计 1、2、3 分别监测 3 个子腔体真空度,通过针阀控制 O_2 流量,调节离子源放电室气压,工作时氧源内气压为 $30\sim 53$ Pa,后面两级真空度分别达到 10^{-4} Pa 和 10^{-5} Pa。

2.2 测试方案

将离子轰击痕迹法与切割线包围成图法的检测结果作比较,以验证本方法的准确性,测试方案示于图 7。4 个传动器在 4 个方向分别带动刀边切割离子束,另外一个传动器固定抛光过的树脂靶,用于记录离子束轰击痕迹,靶表面镀金,与腔体连接,可把轰击离子粘附电荷引走,避免电荷堆积影响离子运行轨迹,在显微镜下观察轰击痕迹。

传动器为步进电机驱动,在腔体外操作,携带刀边在腔体内做直线运动,分辨率为 $10\ \mu\text{m}$ 。采用吉时利公司 6485 型皮安表测量放大法拉第杯检测器信号,传动器的驱动电路以及皮安表都基于 RS232 总线与上位机通信,每移动一次传动器记录一个离子流强度值,存储在硬盘上的数据文件中,整个过程实现自动化。刀边材料为无磁不锈钢 316L,尺寸为 $12\ \text{mm} \times 20\ \text{mm}$ 矩形,厚度 $2\ \text{mm}$,刀口面为 60° 斜坡,斜坡面背对离子飞行方向,保证用最锋利处“切

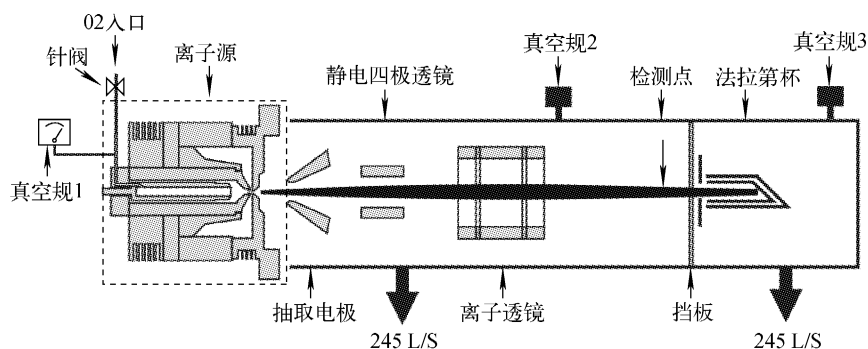


图 6 测试平台结构示意图

Fig. 6 Schematic diagram of testing platform

割”离子束,加工公差为 $\pm 0.01\text{ mm}$,刀口处表面粗糙度为 $0.8\text{ }\mu\text{m}$ 。

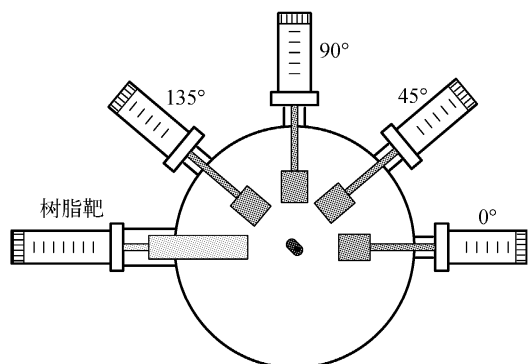


图7 离子束斑检测点测试方案示意图

Fig. 7 Diagram of ion beam spot measurement plan

具体测试过程如下:

1) 调整高纯氧进样气压,使离子源内气压为 $30\sim 53\text{ Pa}$,离子源打火,开启高压电源,仪器在稳定状态的工作时间大于 2 h ,期间微调针阀,使气压稳定在 36 Pa 左右,这样可以使测试平台进入平衡状态,保证离子流强度稳定,位置不会“漂移”。

2) 升起全部刀边及树脂靶,将法拉第杯放置在轴线位置,使离子全部打入法拉第杯,等待

离子流趋于稳定。

3) 依次按照 0° 、 45° 、 90° 、 135° 的顺序用4个刀边先后切割离子束,记录刀边位置及离子流强度。

4) 升起全部刀边,用树脂靶挡住离子束,使离子束轰击树脂靶 $1\sim 3\text{ min}$,记录树脂靶当前位置。

5) 改变四级透镜电压,重复步骤2)~4),记录不同电压下数据。

6) 将树脂靶放在高倍显微镜下观察离子轰击痕迹。

3 实验结果

采用4个角度刀边先后切割离子束得到强度变化曲线,示于图8。可以看到,因为四级透镜将离子束斑形状改变,导致在不同方向离子流强度的变化快慢不同,束斑直径存在区别,其中,沿 45° 方向束斑“压扁”现象明显,沿 135° 方向束斑则被“拉伸”。采用多角度切割线成图法,可将这4条强度变化曲线还原出离子束斑形状轮廓。

4个不同方向中心线上离子流相对密度分布直方图示于图9。束斑不同,在图形上的体现是离子流集中程度不同,束斑越小,离子流分

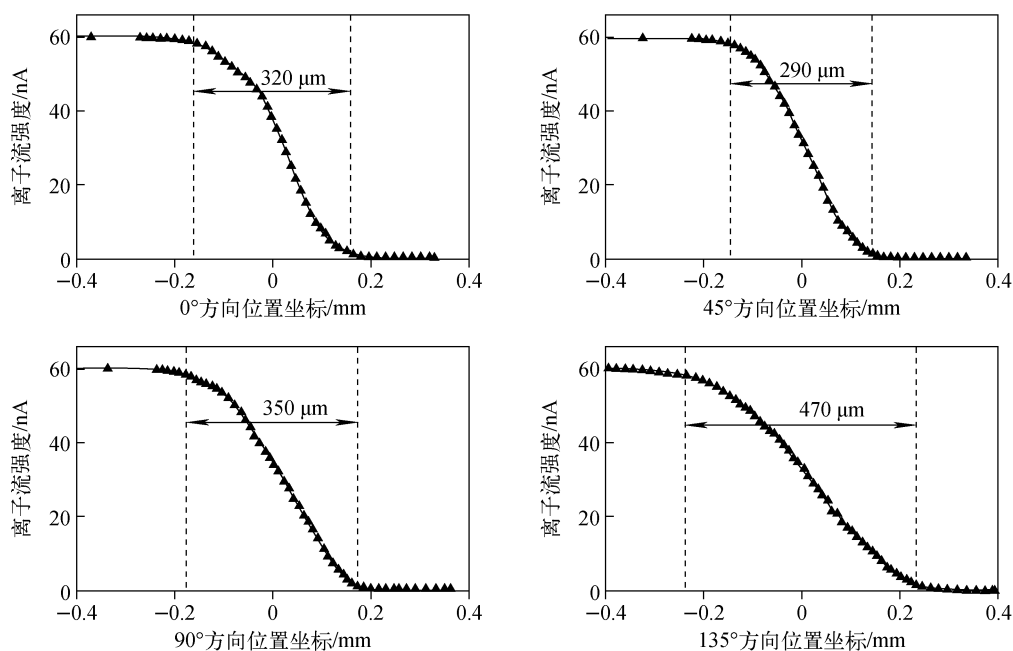


图8 沿 0° 、 45° 、 90° 、 135° 角度检测到的离子流强度

Fig. 8 Ion intensity measured in 0° , 45° , 90° , 135° directions

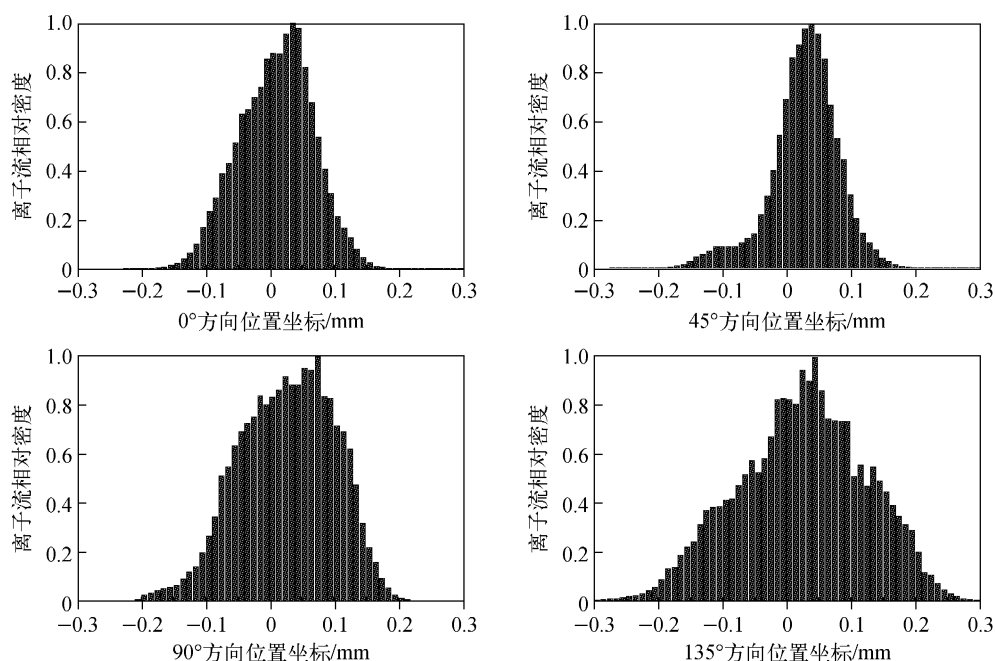


图9 沿4个方向的离子流密度估计

Fig. 9 Ion density estimation in 4 different directions

布越集中。图中 45° 方向离子流集中程度最高, 135° 方向最低, 通过该直方图可确定每个方向核心区域起止点位置, 最终得到离子束核心区域形状。

采用多角度切割线成图法得到离子束斑形状, 示于图 10, 其中外轮廓为检测的离子束斑形状, 深色部分为离子流核心区域。

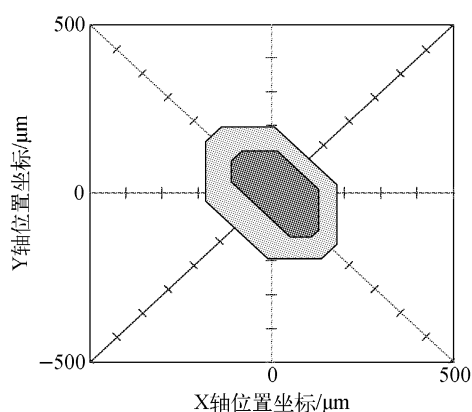


图10 采用多角度切割线成图法得到的束斑形状图

Fig. 10 Beam spot shape measured by multi-angle cutting-line image forming method

显微镜下观察到的离子束轰击过的树脂靶示于图 11。从图中可以看到, 离子在树脂靶上

留下了明显的轰击痕迹, 由其轮廓形状可以断定离子如之前预料被四级透镜“压扁”, 中间位置处颜色较深, 痕迹周围有变淡的趋势。

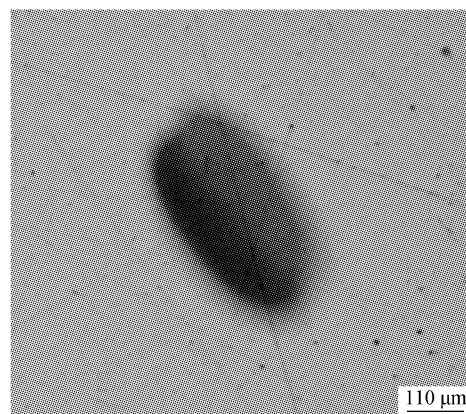


图11 显微镜下离子轰击树脂表面的痕迹照片

Fig. 11 Microscope photograph of marks on resin material surface bombarded by ion beam

对比图 10 和图 11, 可以看出采用多角度切割线成图法得到离子束斑形状与离子轰击痕迹法得到的结果基本一致, 说明本方法基本可以描述离子束斑形状与核心区域。只是刀边的切割角度不够精细导致轮廓分辨率较差, 但多数质谱仪研制及调试对分辨率要求

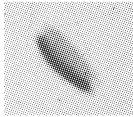
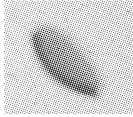
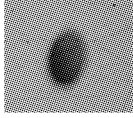
并不高,而该方法操作简单,快速易实现的优势比较明显,又可省去拆卸腔体所需的复杂操作,以及重新抽真空所带来的时间浪费,提高了测试效率。

由于实验条件的限制,本实验的刀边只采用了 10 μm 的分辨率,如果条件允许,可以适当提高分辨率,但很难到达纳米水平。文献[5]

采用传统刀边法对纳米级束斑进行了测量,发现刀边加工精度、移动精度等都是重要问题,导致文献给出的数据误差较大,只进行了束斑直径的粗略估计。

为验证方法的稳定性,通过改变四级透镜电压,使离子束斑形状发生改变,再采用该方法分别对其测量,得到的数据列于表 1。

表 1 不同条件下,离子束斑形状检测结果
Table 1 Measurement of ion spot shapes under different conditions

序号	离子束强度/nA	轰击时间/s	四级透镜 A 组电极/V	四级透镜 B 组电极/V	聚焦透镜电压/V	实测束斑形状	轰击靶显微镜下图片
1	55.6	96	-120.5	0	5080		
2	61.9	90	-80.2	0	5080		
3	37.8	123	0	-10.3	5080		
4	64.7	102	0	-90.1	5080		
5	62.3	90	0	-120.0	5080		

注:显微镜下拍摄的相片会因放大倍数不同而有所不同

从表 1 可以看出,在四级透镜以及其他条件变化时,离子束斑形状也发生了变化,相应地采用多角度切割线成图法得到的束斑形状也随之改变。结果表明,采用多次测量,多角度切割线相围成图法与离子轰击痕迹法得到的束斑形状基本一致。

4 结论

采用多角度切割线相围成图法对离子束斑形状进行检测,并与离子轰击痕迹法的结果比较,二者得到的离子束斑轮廓及束流核心区域

基本一致。但多角度切割线相围成图法不需要拆开腔体,不必引入其他观察设备,能够做到实时检测,解决了离子轰击痕迹法操作复杂、效率低的问题。本方法对其他非质谱类仪器设备中带电粒子束,如电子、质子、附着电子的有机大分子等束斑形状检测也有一定地借鉴意义。

参考文献:

- [1] YANG W, LIN Y T, ZHANG J C, et al, Precise micrometre-sized Pb-Pb and U-Pb dating with NanoSIMS[J]. Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 2012, 27(3): 479-487.

- [2] 王亮,徐福兴,丁传凡. 二次离子质谱的一次离子光学系统[J]. 质谱学报,2012,33(1):1-6.
WANG Liang, XU Fuxing, DING Chuanfan. Primary ion optics system for secondary ion mass spectrometry[J]. Journal of Chinese Mass Spectrometry Society, 2012, 33 (1): 1-6 (in Chinese).
- [3] MIZUSHIMA K, TAKESHITA E, FURUKAWA T, et al. Beam spot measurement using a phosphor screen for carbon-ion therapy at NIRS [C]. 2012 International Beam Instrumentation Conference, Tsukuba, Japan, 2012: 256-258.
- [4] ISHII Y, ISOYA A, KOJIMA T, et al. Estimation of keV submicron ion beam width using a knife-edge method[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 2003, 211(3): 415-424.
- [5] ISHII Y, ISOYA A, KOJIMA T. Progress in submicron width ion beam system using double acceleration lenses[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 2003, 210: 70-74.
- [6] ISHII Y, ISOYA A, ARAKAWA K, et al. Development of a sub-micron ion beam system in keV rang[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 2001, 181(1/2/3/4): 71-77.
- [7] RENAULT O, LAVAYSSIERE M, BAILLY A, et al. Core level photoelectron spectromicroscopy with Al K α 1 excitation at 500 nm spatial resolution[J]. Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena, 2009, 171(1/2/3): 68-71.
- [8] SENONER M, WIRTH T, UNGER W E S, et al. Testing of lateral resolution in the nanometre range using the BAM-L002-certified reference material: Application to TOF-SIMS IV and nanoESCA Instruments[J]. Journal of Surface Analysis, 2005,12(2): 78-82.
- [9] TRIPATHI S K, RAJPUT N S, SHUKLA N. Focused ion beam assisted deposition of nanostructures at elevated substrate temperatures[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 2012, 288: 6-9.
- [10] TSENG A A. Recent developments in micromilling using focused ion beam technology[J]. Journal of Micromechanics and Microengineering, 2004, 14(4): 15-34.
- [11] AN L B, FRIEDRICH C R. Measurement of contact resistance of multiwall carbon nanotubes by electrical contact using a focused ion beam[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 2012, 272: 169-172.
- [12] 华中一,顾昌鑫. 电子光学[M]. 上海:复旦大学出版社,1993.