



中华人民共和国国家标准

GB/T 34326—2017/ISO 16531:2013

表面化学分析 深度剖析 AES 和 XPS 深度剖析时离子束对准方法及其 束流或束流密度测量方法

Surface chemical analysis—Depth profiling—Methods for ion beam
alignment and the associated measurement of current or current density
for depth profiling in AES and XPS

(ISO 16531:2013, IDT)

2017-09-29 发布

2018-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	Ⅲ
引言	Ⅳ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语、定义、符号和缩略语	1
4 系统要求	2
5 离子束对准方法	3
6 何时进行离子束对准及其检查	10
附录 A (资料性附录) 离子束对准优劣情况下 AES 深度剖析谱图对比	11
附录 B (资料性附录) 使用同轴电极杯对准	12
参考文献	13

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 16531:2013《表面化学分析 深度剖析 AES 和 XPS 深度剖析时离子束对准方法及其束流或束流密度测量方法》。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会(SAC/TC 38)提出并归口。

本标准起草单位:中国计量科学研究院。

本标准主要起草人:王海、王梅玲、张艾蕊、宋小平。

引 言

俄歇电子能谱(AES)和X射线光电子能谱(XPS)用于表面化学分析时,离子溅射常与它们广泛结合用于许多器件和材料的表面清洁及其层状结构的深度表征。目前,厚度小于10 nm的超薄膜在现代器件中日益得到应用,较低能量的离子在深度剖析中变得更加重要。为了得到可重现的溅射速率和好的深度分辨率,在最佳位置对准离子束非常重要。随着要求越来越好的深度分辨率,优化过程变得愈加至关重要。定期进行离子束对准通常不是必需的,但当仪器参数发生改变时应该进行离子束对准,例如更换离子枪灯丝或烘烤仪器后。在离子束对准过程中,需停止溅射,否则会影响样品台上的待分析样品。离子束对准涉及仪器的不同部件。本标准描述了7种方法,用以保证大多数分析人员可使用其中的至少一种方法。两种方法对于测量离子束流或束流密度也非常有用,且在测量溅射产额和溅射速率的一致性时非常重要。对于商业化仪器,制造商会提供一种方法和设备用于对准离子束。如果制造商提供的方法合适,本标准描述的方法或许不是必需的,但它们能帮助确认制造商提供方法的有效性。

文献[1]描述了利用层状样品测量深度分辨率,以及如何利用深度分辨率去监测深度剖析是否充分、正确优化或符合预期。然而,文献[1]描述的方法(从仪器设置经深度测量至深度分辨率评估)非常耗时。为了保证离子束被正确对准,本标准提供了更加快捷的方法,它可用于文献[1]描述方法的第一步或者更多的日常检查。

表面化学分析 深度剖析 AES 和 XPS 深度剖析时离子束对准方法及其束流或束流密度测量方法

1 范围

本标准规定了在俄歇电子能谱(AES)和X射线光电子能谱(XPS)中使用惰性气体离子以保证溅射深度剖析具有好的深度分辨率以及最佳表面清洁效果而采取的离子束对准方法。这些方法分为两类:一类通过法拉第杯测量离子束流,另一类通过成像方法。法拉第杯方法也规定了离子束束流密度和束流分布的测量。这些方法不包括深度分辨率的优化。

这些方法均适用于束斑直径小于1 mm的离子枪。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

ISO 18115-1 表面化学分析 词汇 第1部分:通用术语和谱学术语(Surface chemical analysis—Vocabulary—Part 1:General terms and terms used in spectroscopy)

3 术语、定义、符号和缩略语

ISO 18115-1 界定的术语和定义以及下列符号和缩略语适用于本文件。

A 法拉第杯孔面积(Area of Faraday cup aperture)

A_0 样品平面上离子束扫描面积(Area of ion beam raster in sample plane)

A_R 在离子束已知取向上的扫描面积(Raster area at a known orientation to the ion beam)

B 离子束宽化参数,等于 I_{outer}/I_{inner} 之比(Ion beam broadening parameter equal to ratio I_{outer}/I_{inner})

C 束流(Current)

CD 束流密度(Current density)

D' 样品上的离子剂量速率(Ion dose rate at the sample)

F' 离子枪传递的离子流量速率(Ion fluence rate delivered by ion gun)

FC 法拉第杯(Faraday cup)

FWHM 半高宽,最大高度一半处的全宽度(Full width at the half maximum)

I 在法拉第杯孔处测得的扫描离子束流(Rastered ion beam current measured in aperture of Faraday cup)

I_0 在法拉第杯孔处测得的静态、小直径离子束流(Stationary, small diameter ion beam current measured in aperture of Faraday cup)

I_{inner} 在同轴杯内电极处测得的离子束流(Ion current measured at inner electrode of co-axial cup)

I_{outer} 在同轴杯外电极处测得的离子束流(Ion current measured at outer electrode of co-axial cup)

I_s 5.5 规定方法中在暗区内测得的束流(Beam current as measured into dark region in the method specified in 5.5)

J 样品表面单位面积上测得的离子束流密度(Current density in ion beam measured per unit area of sample surface)

X 离子枪控制器设定的离子束 *X* 轴位置(Position of ion beam on x-axis set by ion gun controller)

*X*₀ 离子枪控制器设定的离子束 *X* 轴对准位置(Aligned position on x-axis of ion beam set by ion gun controller)

Y 离子枪控制器设定的离子束 *Y* 轴位置(Position of ion beam on y-axis set by ion gun controller)

*Y*₀ 离子枪控制器设定的离子束 *Y* 轴对准位置(Aligned position on y-axis of ion beam set by ion gun controller)

θ 相对于样品表面法线的离子束入射角(Angle of incidence of ion beam with respect to sample surface normal)

θ ₁ 在通常位置相对于法拉第杯表面法线的离子束入射角(Angle of incidence of ion beam with respect to Faraday cup surface normal in usual position)

θ ₂ 相对于法拉第杯表面法线的离子束最小入射角(Minimized angle of incidence of ion beam with respect to Faraday cup surface normal)

AES 俄歇电子能谱(Auger electron spectroscopy)

OMI 光学显微成像(Optical microscope image)

SEI 二次电子成像(Secondary electron image)

SEM 二次电子显微术(Secondary electron microscope)

XPS X射线光电子能谱(X-ray photoelectron spectroscopy)

4 系统要求

4.1 概述

本标准适用于利用惰性气体进行溅射的可聚焦离子枪,大多数 AES 和 XPS 仪器通常含有此类离子枪或者供应商提供此类离子枪。离子束束斑尺寸或扫描面积应大于分析面积,且离子束在分析面积上应分布均匀。本标准描述了 7 种可选离子束对准方法,它们要求仪器能进行离子束流测量,或者能检测激发的二次信号,或者有对准分析点的光学显微镜。日益完善的离子束流测量依赖于可获得的合适设备。测量离子束流的方法包括通过圆形孔法拉第杯、椭圆形孔法拉第杯或者同轴电极杯进行测量。这些方法涉及的激发二次信号分为离子/电子诱导的二次电子或者发射的光子,它们可通过二次电子检测器、光学显微镜或磷光屏进行检测。

为开展恰当的表面分析,电子能量分析器、分析探针束和离子束需要正确聚焦和对准在相同的分析点或区域上。在应用本标准前,电子能量分析器和分析探针束应事先通过制造商提供的或内部的程序文件对准最佳位置。

4.2 限定条件

本标准通常是建立深度剖析方法的重要部分之一。根据样品的材料及其结构的不同,本标准提供了几种可实现最佳深度分辨率的深度剖析方法,但它们并不是全部可利用的方法。最常用的一些方法如下:

- 样品位置固定的离子轰击,相对于表面法线入射角介于 $0^{\circ}\sim 60^{\circ}$;
- 掠入射离子轰击;
- 离子轰击时旋转样品;
- 两个离子枪同时进行离子轰击;
- 旋转样品且掠入射离子轰击。

本标准有助于使用方法 a)。一些方面与其他方法相关,但需要作进一步的考虑,它未必包含在本标准中。

5 离子束对准方法

5.1 概述

本标准仅给出了 7 种简单易行的离子束对准方法。表 1 总结了这些方法及其优点,同时给出了测量离子束流或束流密度的最佳方法。

表 1 对准离子束时的信号检测方法总结

检测信号	条:方法	特 点	最小离子能量* eV	束流和束流 密度测量	仪器要求
离子束流	5.3:带圆形孔 FC	对准效果好。为定量溅射速率给出最佳的束流和束流密度测量,要求 FC 能安装在分析位置且垂直于离子束。如果 FC 在样品平面内,当入射角大于 FC 设计角度(通常约 45°)时,CD 测量可能较差	~50	C:好 CD:好	FC 朝向离子枪或位于样品平面内
	5.4:带椭圆形孔 FC	对准效果好。通过调整允许使用比 5.3 规定更大的角度	~50	C:好 CD:好	带椭圆形孔 FC 朝向离子枪或位于样品平面内
激发的 二次信号	5.5:离子诱导二次电子	允许扫描离子束对准于束斑尺寸的一小部分范围内且扫描尺寸被测定,但 C 和 CD 定量测量差或者应单独进行测量	~50	C:差 CD:差	离子束扫描
	5.6:离子诱导二次发射成像	允许非扫描离子束对准于束斑尺寸的一小部分范围内,但 C 和 CD 定量测量差或者应单独进行测量	~50	C:差 CD:差	二次电子或离子成像
	5.7:SEI 或 OMI 离子斑像	允许非扫描式离子束聚焦和对准于:i)带电子束扫描的体系,在溅射中或者溅射后;或者 ii)带光学显微镜的体系,在溅射后。C 和 CD 测量应单独进行。溅射后的方法非常耗时	~2000[i,溅射中] ~50[i,溅射后] ~1000[ii,溅射中]	C:否 CD:差	电子束扫描或光学显微镜对准分析点
	5.8:离子诱导发光	允许非扫描式离子束聚焦和对准于系统中,但可用的离子束能量范围有限。C 和 CD 测量应单独进行。大多数(非全部)磷光材料也是电绝缘体且在离子或电子辐照下不稳定	~2000	C:否 CD:否	磷光屏检测离子

* 最小能量等于束斑尺寸小于约 1 mm 时的能量,其很少低于 50 eV。

每种方法有不同的优点且要求不同的仪器性能。分析人员需要根据要求和仪器性能来选择方法。一些问题依赖于离子束扫描尺寸。为了减少材料消耗或溅射物在谱仪中的沉积,优先选择小面积扫描。此外,对于工业样品,待溅射的材料仅仅占较小的区域。AES中的电子束小,因此非常小的扫描是可行的。一些用户有意使用较高的离子束能量,此时离子束更好聚焦并以较快的溅射速率获得较小的溅射面积。在这些情况下,对于小面积 XPS 分析系统而言,需要特别注意离子束的对准。对较宽的离子束而言(例如某些 XPS 仪器),对准的准确度要求较松。如果一种以上的方法合适,采用每种方法进行测试将能表明哪种方法对于期望的溅射条件最为合适。

离子束对准效果的优劣对溅射深度剖析的影响见附录 A。

一般注意事项见 5.2。如果分析人员想对准离子束并测量离子束流或束流密度、或者改变离子束能量,可选择使用一种法拉第杯的方法。5.3 和 5.4 中规定了分别使用带圆形孔和椭圆形孔法拉第杯的对准方法,而附录 B 介绍了使用同轴电极的一种对准方法且其测量电流正比于离子束流或束流密度。如果分析人员想对准离子束而不测量离子束流或束流密度,则能利用 5.5、5.6、5.7 和 5.8 中分别规定的离子或一次电子激发产生的二次电子或离子成像、光学成像和离子诱导发光来对准离子束。方法的选择依赖于使用的仪器所具有的性能。

第 6 章描述了何时需进行离子束对准。

5.2 离子束对准前需注意的重要问题

5.2.1 为了实现一致的高质量分析,分析探针束(无论是静态的还是区域扫描式的)和电子能量分析器的轴应对准于分析位置。两轴与样品表面的交点也应确定为溅射深度剖析的溅射区域中心。

5.2.2 分析区域位于离子束辐照的中心均匀区域非常重要,见图 1^[2]。为了选择最佳对准设置,了解离子枪和样品的溅射速率与溅射参数(离子束能量、束流、扫描尺寸等)的函数关系或者与它们相当的仪器控制设置非常重要。对于分析人员而言,两个最重要的方面为:一是通过离子束对准保证分析区域与离子束辐照区域的中心均匀区域重合,二是保证设置合适的离子束流密度和扫描尺寸。采用 5.3 和 5.4 中规定的方法通过法拉第杯可测量离子束流和束流密度,总结见表 1。法拉第杯方法中的一些设计细节以及电子和离子束流的准确测量见文献[3]和[4]。

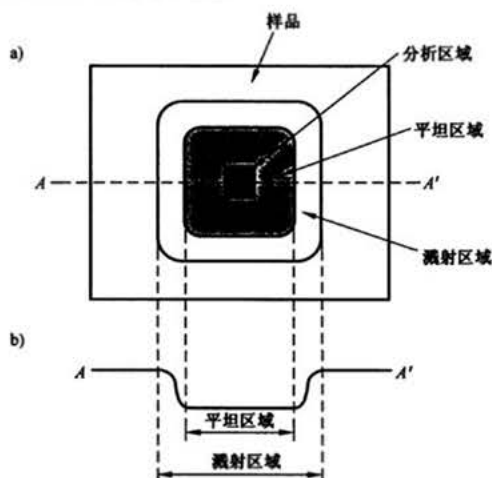
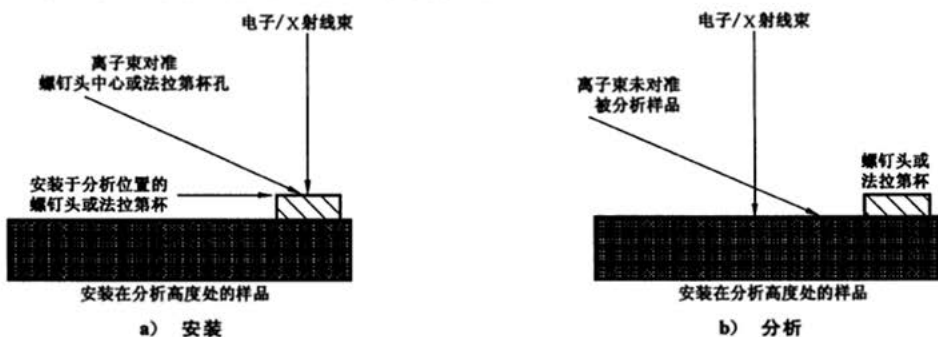


图 1 溅射平坦区域和分析区域示意图 a) 俯视图 b) 沿 A—A' 线的剖面图^[2]

5.2.3 通常,由于机械本身的原因,本标准给出方法所使用的样品台上的部件并不是全部位于一个平面,这可能引起对准误差。图 2 给出了在对准离子束时,利用 AES 仪器样品台上的螺钉头会遇到的一

个基本问题例子。如果被分析区域与设置分析位置使用的区域处于不同的高度,对准误差就可能发生。对于 AES 和 XPS 而言,分析人员为了补偿所涉及任何不同部件的不同高度而需要一种方法。使用的方法涉及聚焦深度可受控的光学或电子光学部件,这样对准工作就仅仅集中于监测的显微镜、电子能谱仪(若在正确的位置)或者调整这些已知尺寸部件的样品台上。



说明:

a) 离子束对准轴上的螺钉头但高于样品平面, b) 未改变样品安装高度将样品移至溅射的合适区域而造成离子束未对准。

图2 离子束对准在位于正确高度处部件的重要性示意图

5.2.4 在应用本标准时,应有制造商或内部的文件程序用于指导安装样品于正确的分析位置,且无论何时进行类似安装均应使用该文件程序。

5.2.5 离子束对准时,应保证分析样品处于不被离子溅射或不被溅射物污染的位置。

5.3 使用圆形孔法拉第杯对准

5.3.1 法拉第杯方法通常可用于离子能量介于 50 eV~100 000 eV 的范围。法拉第杯的示例见图 3。根据制造商的说明书操作法拉第杯。关掉电子或 X 射线束,或者将其屏蔽。使用离子束之前,关掉任何其他部件,或者将其屏蔽。将法拉第杯中心放置在分析位置。打开离子束将其尽可能地设定在接近于预期的位置,此时没有离子束扫描。

注 1: 在很多情况下,法拉第杯外电极的孔被设计成与样品台或常规安装的晶片处于相同的高度,但所使用的仪器未必是这种情况。

注 2: 如果没有关于在法拉第杯内设置偏置电压的说明,通常正 15 V 是足够的。较低的电压可能不会阻止所发射的大多数电子,较高的电压可放大表现孔尺寸。

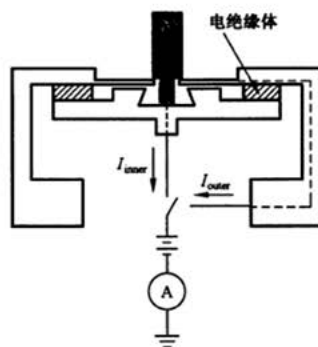


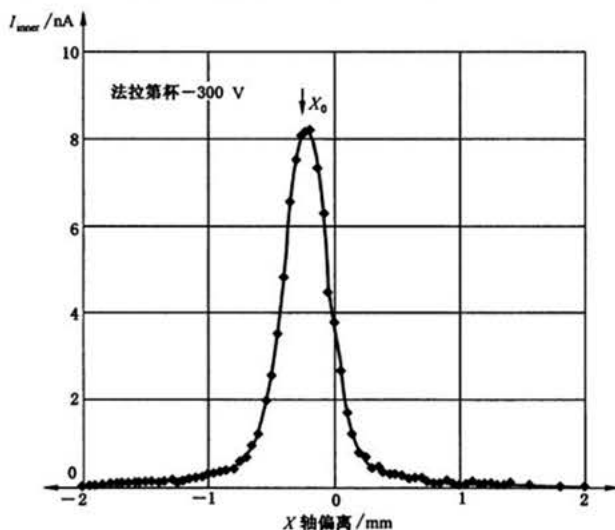
图3 法拉第杯示意图,设计的离子接收角度(相对于表面法线)可达 45°(该图源于文献[2]且经修改)

5.3.2 如果法拉第杯孔尺寸能够选择,小于离子束斑的尺寸允许最佳对准和束流密度测量,但它仍应足够大以接收足够的电流,其目的是为了利用可用的电流计实现足够的测量。为了测量总离子束流,使用的孔应至少大于离子束流曲线半高宽(FWHM)的2倍。

注:法拉第杯的设计参数及施加于外部的屏蔽和内部杯上的电压对准确测量非常重要,见参考文献[3]和[4]。测量可实现优于1%的准确度。对于非法向入射的离子,为了降低测量误差,需考虑法拉第杯的孔边缘、深度和结构。

5.3.3 调节离子束的X轴和Y轴位置、同时调整离子枪物(末端)镜的电压,直至在法拉第杯内获得最大束流,见图4。如果也可用聚焦透镜,提高其电压通常允许获得较小的束斑尺寸,但束流也较低。改变聚焦透镜的强度后,物镜可能需要再次聚焦。依赖于可用的设备,上述步骤可能需要递次重复直至获得最终的束斑尺寸、位置和束流。对于给定的束能量、透镜设置等,此为正确对准提供了X轴和Y轴的 X_0 和 Y_0 设置。

注:如果离子束不是法向入射样品或者法拉第杯,X和Y偏离对于相同的设置可给出相同的角度偏离;或者为了在样品表面给出相同的偏离,一个偏离可与另一个偏离成一定的比例。这些检查对了解仪器性能非常有用。X轴和Y轴方向上的法拉第杯孔表观宽度受这些因素的影响。



Y轴方向已优化至 Y_0 位置, X_0 位置如图所示。

法拉第杯孔直径 200 μm 。

图4 离子束流相对于X轴偏离示例(圆形孔法拉第杯、离子能量300 eV和入射角度 47°)

5.3.4 如果观察到的束宽大于要求,可通过降低束流和检查聚焦来减小束宽。离子束可能表现为像散聚焦。这能够通过X轴和Y轴方向上扫描法拉第杯、优化每次的聚焦时间和设置平均聚焦来完成检查。为了设置 X_0 和 Y_0 ,保证协同调节X和Y位置以维持最终操作条件。

离子束轰击提高二次电子的发射,这可能损害二次电子检测器或电子能量分析器。因此,在打开离子束前,检查是否应关掉或降低电子倍增器的电压以及任何其他辐照敏感检测器。

5.3.5 对于给定的束能量、透镜设置等,此为正确对准提供了X轴和Y轴偏离的 X_0 和 Y_0 设置。 X_0 和 Y_0 的值仅对这些设置有效,如果设置被改变, X_0 和 Y_0 的值可能发生改变。记录这些设置。

5.3.6 为了测量离子束流或束流密度,应检查法拉第杯参数对于以入射角 θ_0 (相对于表面法线,与分析位置相关)进入的离子束是有效的。若如此,这一位置可保留并进入5.3.7和5.3.8。否则,在进入5.3.7和5.3.8之前,法拉第杯应定位于尽可能接近 θ_0 的位置。

5.3.7 如果利用离子束扫描通过法拉第杯获得的被测束流曲线如图 4 所示,它太宽以至于不能准确测量束流。在这种情况下,仅仅可实现扫描模式的束流密度测量。利用保持不变的所有其他离子束设置来进行扫描,并测量记录在法拉第杯中的电流。这要求具有足够积分时间的电流测量,这样电流就平均在很多扫描结构内。对于保持在原始分析位置的法拉第杯而言,单位表面面积上的束流密度(J)等于通过扫描操作测得的离子束流(I)与法拉第杯孔表面积(A)的商:

$$J = I/A \quad \dots\dots\dots(1)$$

对于取向为 θ_0 角度(尽可能地接近法向于离子束轴)的法拉第杯而言:

$$J = I \cos(\theta_0) / A \cos(\theta_0) \quad \dots\dots\dots(2)$$

注: J 随时间的积分给出传递给样品的剂量。样品和法拉第杯已设置法向于离子束,因此这时的孔面积相对于倾斜位置而言将增大 $\sec(\theta_0)$ 倍且 J 随时间的积分将给出束通量和传递给样品的通量。离子枪传递一定的通量速率(F'),它与传递给样品的剂量速率(D')相关,即 $F' = D' \sec(\theta)$ 。

5.3.8 为了使法拉第杯保持在初始的分析位置,即使利用离子束扫描通过法拉第杯获得的束流曲线与图 4 不同,但在中间出现平台区,离子束流以及束流密度可通过 5.3.7 测得。平台中心处的离子束流以 I_0 表示。如果扫描面积(A_0)已知,单位表面面积上的离子束流密度(J)可通过式(3)得到:

$$J = I_0 / A_0 \quad \dots\dots\dots(3)$$

注:改进的方法能用于同轴电极杯内、外电极离子束流的独立测量,见附录 B。

5.4 使用椭圆形孔法拉第杯对准

使用此方法时,按照 5.3 的步骤进行。当法拉第杯被放置在样品平面内且椭圆形孔的长轴方向与离子束的方位对准时,该方法适用。在这种情况下,短轴与长轴的长度比应等于 $\cos(\theta_0)$, θ_0 为离子束入射方向与法拉第杯表面法线的夹角。当法拉第杯放置在样品平面内时,这种方法能够使得孔与离子束辐照在样品上的痕迹很匹配,更加便于测量束流和束流密度。

5.5 使用离子束扫描过程中离子诱导的二次电子像对准

5.5.1 当使用扫描离子束且能够通过二次电子探测器提供离子诱导二次电子图像时,可使用本方法。该方法还要求设备配备光栅式扫描聚焦电子束或者聚焦时能够准确对准谱仪分析位置的光学显微镜。该方法具有同时确定溅射面积的优点。

5.5.2 应用本方法前,应根据制造商的说明书或其他文件将离子束束流和能量设置为目标值。

5.5.3 应使用一样品进行离子枪对准,该样品需要具有一定的特征且其可同时在 SEI 或 OMI 和离子诱导 SEI 中清晰可见。该特征可以是样品表面的孔洞或者洼地,也可以是组成不同于样品其余部分的区域。

透射电镜栅网是一种具有截然不同组成的可用作上述例子的样品。栅网具有合适的间距,被固定在不锈钢样品台上。

5.5.4 将样品放置于仪器内,通过电子束成像或者光学显微镜将样品的特征部位准确地置于谱仪的分析位置。在随后的对准过程中样品不应被移动。

注:如果特征部位与将要研究的样品不在同一高度,对准样品要考虑高度的变化。

5.5.5 在低放大倍数条件下(大扫描区域),用离子束在样品上进行扫描(大扫描区域),观察由二次电子探测器获得的图像。

5.5.6 聚焦离子束直至观察到样品特征区域的最清晰像。调节离子枪的 X 轴和 Y 轴使得样品特征区域的离子诱导 SEI 像移至中心。在移至中心的过程中,提高放大倍数(减小扫描区域),尽可能保持离子诱导 SEI 像上的特征区域的图像清晰。样品特征区域图像移至中心后,再次调节离子束聚焦以获得尽可能清晰的图像。完成上述步骤,离子束扫描区域的中心就对准了谱仪的分析位置。尽可能多地记录离子枪的各项参数。图 5 是离子束扫描成像的示例。

注：在具有两个可调透镜的离子枪系统里，通过强化聚光透镜和再次聚焦物镜，可以得到更明显的聚焦，但通常会造离子束流的明显下降。同理，弱化透镜聚焦，增大离子束斑会得到高离子束流。



图5 样品台上螺钉头的离子束(离子束能量3 keV)扫描TV像,左侧为放大图

5.5.7 离子束能量的提高通常能够改善离子束的聚焦质量。如果图像不够清晰，提高离子束能量直至得到清晰图像。然后，逐步减小离子束的尺寸、调变聚焦条件，直至达到预期的离子束能量或者可获得图像的最小离子束能量。在低于最小离子束能量的条件下，不可能有效地使用离子枪。通过将样品特征区域移至图像中心来对准离子束。

注1：观察物体的方向与光学显微镜和离子束的方向均不相同，因此判断离子束扫描像时可能需要一些经验。

注2：离子束轰击会增加二次电子的发射，可能会导致电子倍增器的损坏。因此，在离子束照射前，有必要关闭电子倍增器或者降低其电压。

注3：本方法也适用于由法拉第杯电流形成的离子束成像，这应对法拉第杯外的散射离子束流进行良好的测量。

注4：提高离子束能量通常会降低深度剖析的深度分辨率。

5.5.8 对于给定的束能量、透镜设置等，这为正确对准提供了X轴和Y轴偏离的 X_0 和 Y_0 设置。 X_0 和 Y_0 的值仅对这些设置有效，如果设置被改变， X_0 和 Y_0 的值可能发生改变。记录这些设置。

5.5.9 为了估测离子束流，移动样品台或者调节离子束的补偿控制使其辐照到离子束图像的最暗区域，例如图5所示的螺钉槽。停止扫描使得离子束变为静态，测量离子束束流 I_s 。测量束流密度 J 的方法：通过溅射获得弧坑或相关成像(如图5所示)以测得扫描区域的面积 A_R ，通过 I_s 除以 A_R 可获得束流密度 J 。如果 A_R 在样品台所处的平面内， J 就是在该方向上的单位表面面积的束流密度。

注：离子轰击材料导致的电子发射较少，因此当样品台未施加偏置电压时， I_s 的误差通常小于10%。

5.6 X射线光电子显微系统/光电子成像系统中的对准

5.6.1 与仪器制造商沟通，确认本方法的适用性。分析器或其他部件在离子枪开启时可能不能操作。在离子束的轰击下，约100 nm厚的 SiO_2 或 Ta_2O_5 薄膜同时发射电子和负氧离子，这些现象在静电型电子能量分析器中也能观察到。负电性粒子能量范围非常宽(可达到入射离子束的能量)，在几个电子伏特(eV)时突然达到最高峰，而在较高能量处强度逐渐减弱。设置谱仪在低能量分辨率、动能100 eV和高空间分辨率条件下进行检测。将离子枪以低电流开启，不进行扫描。在不开启X射线的条件下，通过X射线光电子显微或光电子成像系统，利用发射的负电性粒子对离子轰击过的区域成像。

注：由 Ta_2O_5 发射的负电性粒子的能量图见文献[4]。

5.6.2 如果没有足够的发射粒子来成像，可提高离子束流。如果发射的粒子还不足以成像，降低分析器的检测能量(若可能)直至能够获得图像。调节离子束X轴和Y轴的偏离，调整离子枪物(末端)镜和可用聚焦透镜的电压，直至在分析区域的中心获得适当的聚焦。根据使用的仪器，上述步骤可能需要反复调节直至获得最终的设置。对于束能量、透镜等的最终设置，这为正确对准提供了X轴和Y轴偏离的 X_0 和 Y_0 设置。 X_0 和 Y_0 的值仅对这些设置有效，如果设置被改变， X_0 和 Y_0 的值可能发生改变。记录这些设置。

注：在具有两个可调透镜的离子枪系统里，通过强化聚光透镜效果和再次聚焦物镜，可以得到更明显的聚焦，但通

常会造成离子束束流的明显下降。同理,弱化透镜聚焦、增大离子束斑会得到高离子束流。

5.6.3 为了估测离子束流,利用样品台的电流 I_s 以及溅射获得弧坑或相关成像测得扫描区域的面积 A_R ,通过 I_s 除以 A_R 可获得束流密度 J 。如果 A_R 在样品台所处的平面内, J 就是在那个方向上的单位表面面积的电流密度。

注:离子轰击材料导致的电子发射很少,因此 I_s 的误差通常小于 20%。

5.7 在离子溅射过程中和/或之后通过直接观察离子束斑或弧坑图像对准

5.7.1 在离子溅射过程中,通过调节离子和电子束的束流使二者处于相同的量级,在扫描俄歇显微系统的 SEM 模式下,在样品上可观察到直接的、非扫描的离子束。常用的样品为约 100 nm 厚的 SiO_2 或 Ta_2O_5 薄膜。在溅射过程中,离子束能量应处于 2 keV~5 keV 范围内,这样可观察到清晰的溅射束斑或区域。在溅射之后,可使用任何束能量,但参数的优化调整取决于薄膜厚度。通过调整离子束 X 和 Y 的偏离,使得离子束斑或者溅射区域移至二次电子或光学像的中心,从而实现对准。

5.7.2 对于给定的束能量、透镜设置等,这为正确对准提供了 X 轴和 Y 轴偏离的 X_0 和 Y_0 设置。 X_0 和 Y_0 的值仅对这些设置有效,如果设置被改变, X_0 和 Y_0 的值可能发生改变。记录这些设置。

注:本方法的描述见参考文献[2]。

5.7.3 图 6 举例说明了对准的方法。以 SiO_2 薄膜为例,能量为 3 keV 的入射电子束用于激发二次电子束成像。椭圆形暗区对应于离子束。由于对比度太低以至于不是有效的,本方法不适用于大直径或低电压离子束。

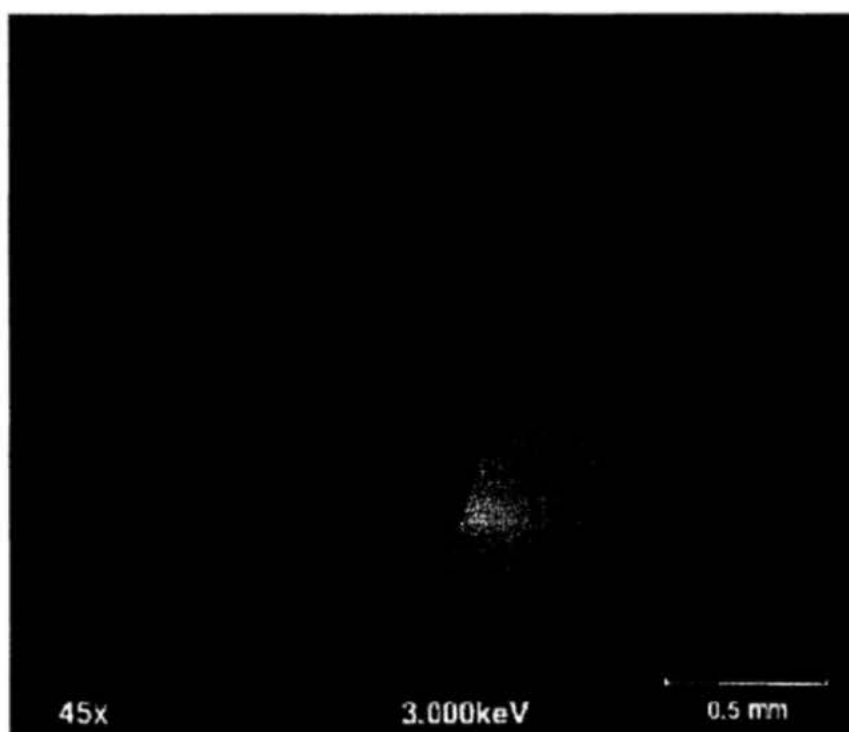


图 6 利用 SiO_2 薄膜、5.7 中的方法(所用静态离子束的直径约 1 mm)以及扫描电子束对准(电子束入射角 45° ,离子束未对准向左偏离 $0.4 \text{ mm}^{[2]}$)

5.7.4 当将本方法用于深度剖析已知厚度的氧化物薄膜(如 SiO_2 或者 Ta_2O_5 薄膜)时,可通过表列的溅射产额^{[5]~[8]}计算出离子束流密度。

注:溅射其他材料所需的时间可由其溅射产额计算得出^[9]。

5.8 通过观察磷光样品对准

5.8.1 在本方法中,具有合适磷光涂层的样品放置于正确的分析位置,样品在离子轰击下可产生可见

光且无衰减。采用标称条件设定的离子束,使其尽可能地接近要求值。通过光学显微镜可观察到样品的磷光屏发射。设置离子束 X 和 Y 值的偏离,使磷光屏上看到的离子束斑处于光学显微镜的对准中心。

5.8.2 对于给定的束能量、透镜设置等,这为正确对准提供了 X 轴和 Y 轴偏离的 X_0 和 Y_0 设置。 X_0 和 Y_0 的值仅对这些设置有效,如果设置被改变, X_0 和 Y_0 的值可能发生改变。记录这些设置。

由于彩色显示器能够更好地分辨光,推荐使用彩色显示器来观察离子束斑。

仔细选择光输出量高且具有较低离子损伤的磷光物质。要确认磷光物质在电子或者离子束的辐照下不会产生荷电。

6 何时进行离子束对准及其检查

6.1 首次使用本标准时,要对界面宽度已知的(源于已发表的文献或者独立研究)材料进行一次深度剖析。将获得的结果与已知结果进行对比,看其是否能满足目标要求。如果不满足,应对离子束的对准进行确认、检查仪器的主要功能是否符合技术指标。如果深度分辨率仍然太差,确认是否使用了正确的样品,然后尝试另一个低离子束能量和高离子束能量。如果深度分辨率仍然很差,联系仪器制造商并听取它们的建议。

注:如果溅射样品为绝缘体,采取合适的方案(例如使用电子中和枪或低能量的离子源)来防止表面的荷电效应。

6.2 适合做深度剖析的样品包括 5.7.1 中描述的 SiO_2 和 Ta_2O_5 薄膜以及文献[1]中描述的多层薄膜样品。

6.3 建议在以下情况下进行离子束对准:仪器安装完成后、更换离子枪灯丝或者改变离子枪参数后、系统经过烘烤后、移动/替换如电子能量分析器和/或探针源等配件后等。如果深度分辨率或者溅射速率的一致性没有达到预期值或者常用经验值时,建议重新对准离子束。

附录 A
(资料性附录)

离子束对准优劣情况下 AES 深度剖析谱图对比

GaAs/AlAs 超晶格的深度剖析谱图说明了离子束对准优劣的影响。图 A.1 a) 给出对准的扫描离子束获得的稳定、高质量的深度剖析谱图。图 A.1 b) 是特意在图 1 所示的扫描区域弧坑边缘获得的深度剖析谱图。深度剖析溅射条件为: 1 keV 的 Ar^+ 离子、样品不旋转、入射角 45° 、扫描区域 $1.5 \text{ mm} \times 1.5 \text{ mm}$ 、分析区域 $50 \mu\text{m} \times 57.7 \mu\text{m}$ 、均在样品表面测量。在两张深度剖析谱图中, 溅射剖析的深度(到表面的距离)基本相同。但是, 在离子束对准较差时, 随着溅射深度的增加, 深度分辨率和最大强度的衰减均逐渐变得明显。从最外层表面到基底的溅射时间分别为 25 min 和 39 min。离子束对准差的深度剖析(弧坑边缘)溅射速度大约比离子束对准好的深度剖析(弧坑中心)溅射速度低 36%。

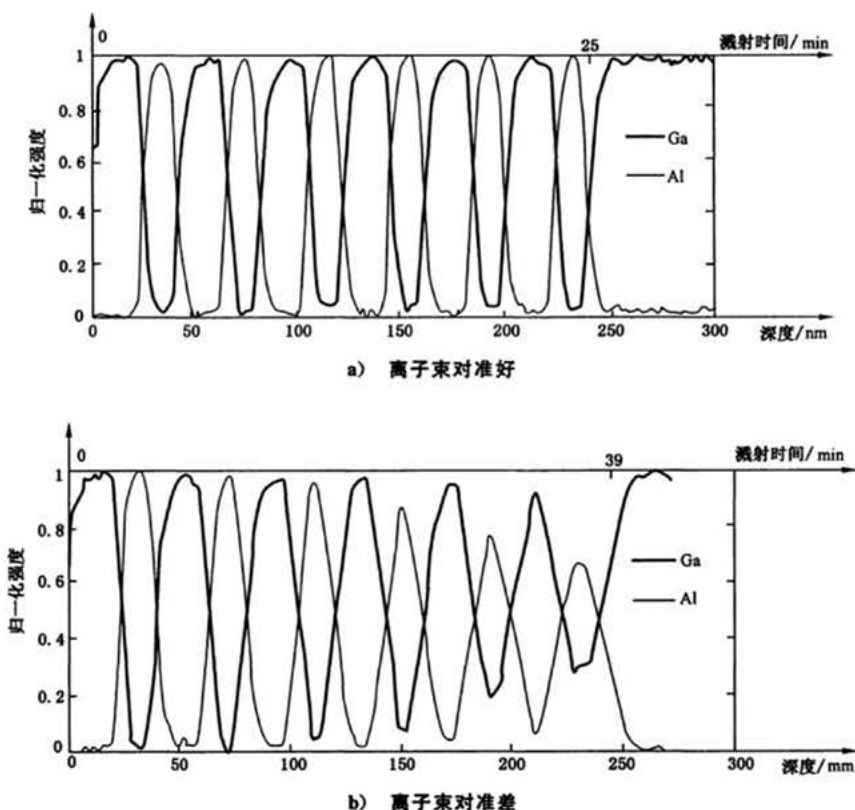


图 A.1 GaAs/AlAs 超晶格的 AES 深度剖析谱图对比^[2]

附录 B
(资料性附录)
使用同轴电极杯对准

B.1 在本方法中,分别独立测量同轴电极杯内电极的离子电流(I_{inner})和外电极的离子电流(I_{outer}),见图 B.1 a)。内电极的上表面尺寸是离子束尺寸的 0.1~2 倍。当内电极的尺寸与离子束的尺寸相当时,能够实现最佳效果。离子束宽化参数(B)定义为 I_{outer}/I_{inner} 。离子束的对准和聚焦通过调节 X 轴和 Y 轴光束导向装置以及聚焦透镜来实现。为获得最小 B 值,按照 5.3.3 的步骤操作,调节过程中同时参照 5.3.4 中的方法。

B.2 对于已定义分布的离子束流密度, B 值对 X 和 Y 设定值的依赖关系可通过建模得到,由半高宽给出的束斑大小可通过图 B.1 b)估算。

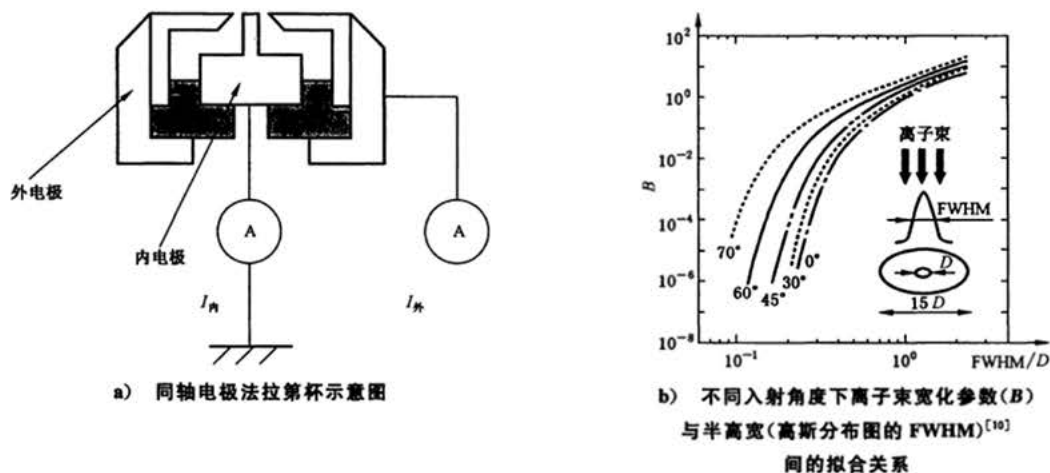


图 B.1 使用同轴电极杯对准的方法(D 为外电极孔的直径)

当内电极和外电极由相同材料制成时,在假定的离子束分布(如高斯和洛伦兹分布)情况下通过参数 B 可直接给出离子束的半高宽。当内、外电极材料不同时,为得到准确的离子束分布图半高宽,需要校正离子诱导的二次电子。

使用如图 3 所示的圆形孔法拉第杯,通过调节束流比值、采用相似的方法也能够对准离子束。当离子束的直径与法拉第杯孔直径差不多时,本方法简单易行。当离子束分布图的半高宽是由束流比值计算得出时,需要通过二次电子产额对外电极的束流进行补偿。

参 考 文 献

- [1] ISO 14606:2000, Surface chemical analysis—Sputter depth profiling—Optimization using layered systems as reference materials
- [2] Urushihara N., Sanada N., Paul D., Suzuki M. Ion Beam Alignment Procedures using a Faraday Cup or a Silicon Dioxide Film on Silicon Substrate with Auger Electron Microscope. *J. Surf. Anal.* 2007, 14 (2) pp.124-130
- [3] Ingram G.D., Seah M.P. Model Calculations of the Electron-optical Properties of Compact Faraday Cups. *J. Phys. E Sci. Instrum.* 1989, 22 (4) pp.242-249
- [4] Gilmore I.S., Seah M.P. Fluence, Flux, Current and Current Density Measurement in Faraday Cups for Surface Analysis. *Surf. Interface Anal.* 1995, 23 (4) pp.248-258
- [5] Seah M.P., Spencer S.J., Gilmore I.S., Johnstone J.E. Depth Resolution in Sputter Depth Profiling - Characterization of a Third Batch of Tantalum Pentoxide on Tantalum Certified Reference Material by AES and SIMS. *Surf. Interface Anal.* 2000, 29 (1) pp.73-81
- [6] Seah M.P., Nunney T.S. Sputtering Yields of Compounds Using Argon. *J. Physics D: Applied Physics*, 2010, 43 (25), pp.253001 (13 pages)
- [7] Seah M.P., Hunt C.P. Characterisation of High Depth Resolution Tantalum Pentoxide Sputter Profiling Reference Material. *Surf. Interface Anal.* 1983, 5 (5) pp.199-209
- [8] Seah M.P., Hunt C.P. Atomic Mixing and Electron Range Effects in Ultra High Resolution Profiles of the Ta/Ta₂O₅ Interface by Argon Sputtering with AES. *J. Appl. Phys.* 1984, 56 (7) pp. 2106-2113
- [9] Veisfeld N., Geller J.D. Sputtering Yield Measurements for Submicrometer Thin Films. *J. Vac. Sci. Technol. A.* 1988, 6 (3) pp.2077-2081
- [10] Inoue M., Kurahashi K., Kodama K. Focusing and Positioning of Ion Beam for Sputter Depth Profiling using a Coaxial Sample Stage and a Dual Nano-ammeter [in Japanese]. *J. Surf. Anal.* 2003, 10 (3) pp.197-202
-

中华人民共和国
国家标准
表面化学分析 深度剖析 AES 和
XPS 深度剖析时离子束对准方法及其
束流或束流密度测量方法
GB/T 34326—2017/ISO 16531:2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 30 千字
2017年10月第一版 2017年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-57701 定价 21.00 元



GB/T 34326-2017