



中华人民共和国教育行业标准

JY/T 0583—2020

聚焦离子束系统分析方法通则

General analytical rules for the focused ion beam system

2020-09-29 发布

2020-12-01 实施

中华人民共和国教育部 发 布

目 次

前言 Ⅲ

1 范围 1

2 术语和定义 1

3 分析方法原理 1

4 分析环境要求 2

5 仪器 2

6 样品 3

7 分析测试 3

8 结果报告 5

9 安全注意事项 5

参考文献 7

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国教育部提出。

本标准由全国教育装备标准化技术委员会化学分技术委员会(SAC/TC 125/SC 5)归口。

本标准起草单位:北京科技大学、国家纳米科学中心、哈尔滨工业大学、南京大学、西安交通大学、天津大学。

本标准主要起草人:乔祎、彭开武、魏大庆、王前进、付琴琴、徐宗伟。

聚焦离子束系统分析方法通则

1 范围

本标准规定了聚焦离子束系统的分析方法原理、分析环境要求、仪器、分析样品、分析步骤、结果报告和安全注意事项。

本标准适用于各类型聚焦离子束系统。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

聚焦离子束系统 focused ion beam system

采用聚焦的离子束对样品表面进行轰击,并由计算机控制离子束的扫描或加工轨迹、步距、驻留时间和循环次数,以实现材料的成像、刻蚀、诱导沉积和注入的分析加工系统,简称 FIB。

2.2

离子束诱导沉积 ion beam induced deposition

采用聚焦状态的离子束轰击样品表面,诱导沉积物前驱气体在样品表面分解沉积形成固态结构。

2.3

离子束刻蚀 ion beam milling

采用高能离子束轰击样品表面,将样品的原子溅射出表面,形成固态结构。

2.4

气体辅助刻蚀 gas assisted etching

在离子束作用下,样品与注入气体分子发生化学反应,生成易挥发物质,实现增强刻蚀效果。

2.5

离子束注入 ion beam implantation

高能离子束轰击样品表面时,高能离子与样品原子发生碰撞,逐渐失去能量而镶嵌在样品表层。

2.6

气体注入系统 gas injection system

用于向样品表面注入某种气体来辅助完成物质沉积与增强刻蚀功能的系统,简称 GIS。

2.7

剂量 dose

单位面积上的入射电荷量,单位:纳库/微米²(nC/μm²)。

2.8

共聚焦距离 coincide distance

聚焦离子/电子双束系统中电子束和离子束的交汇点与电子束系统物镜下表面的距离。

3 分析方法原理

3.1 加工及成像原理

3.1.1 加工原理

聚焦的离子束按照指定加工图形扫描样品的表面,并溅射出样品表面的原子,从而形成所需结构;或

同时在样品表面局部引入辅助气体,实现样品表面局部的物质沉积或化学反应增强刻蚀。

3.1.2 成像原理

收集聚焦离子束轰击样品产生的二次电子或二次离子,获得聚焦离子束显微图像。

3.2 基本功能

具有成像、刻蚀、诱导沉积和注入等分析加工功能。

4 分析环境要求

4.1 环境温度

温度设定在 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$,使用时保持恒温;

4.2 相对湿度要求

不大于 70%;

4.3 电源电压

单相电源为 $220\text{ V} \pm 22\text{ V}$, $50\text{ Hz} \pm 0.5\text{ Hz}$,三相电源则为 $380\text{ V} \pm 38\text{ V}$, $50\text{ Hz} \pm 0.5\text{ Hz}$;

4.4 接地要求

具有独立地线,接地电阻不超过 $5\text{ }\Omega$;

4.5 地基振动要求

振动振幅不超过 $5\text{ }\mu\text{m}$ (振动频率为 $5\text{ Hz} \sim 20\text{ Hz}$ 时);

4.6 周围杂散磁场要求

磁场强度不超过 $3.5 \times 10^{-6}\text{ T}$;如带 STEM 附件,磁场强度不超过 $3 \times 10^{-7}\text{ T}$ 。

5 仪器

5.1 仪器类型

聚焦离子束系统分为单束聚焦离子束系统(仅配有离子束镜筒)、双束聚焦离子束系统(同时配有电子束镜筒和离子束镜筒)和多束聚焦离子束系统(同时配有电子束镜筒和多个离子束镜筒)等。

5.2 仪器组成

5.2.1 离子光学系统

离子源发射的离子束经过聚光镜、限束光阑、消像散器和物镜后,在样品表面形成聚焦的离子束,并由束偏转器控制离子束在样品表面扫描的系统。

5.2.2 图形发生系统

编辑产生 FIB 系统能识别的图形数据,并控制离子束按特定的轨迹、驻留时间及循环次数实现加工的系统。

5.2.3 样品室系统

由样品台、探测器和气体注入系统等组成,计算机通过鼠标、控制杆、键盘和预装的定位系统来控制样品台(x轴、y轴、z轴)、旋转(r轴)和倾转(t轴)等方向的运动。

5.2.4 信号采集处理单元

二次电子或二次离子被探测器接收,并通过模数转换同步调制显示器的亮度形成图像。

5.2.5 真空系统

由机械泵、分子泵及离子泵等部件组成,使离子光学系统真空优于 10^{-5} Pa,样品室真空优于 10^{-3} Pa。

5.3 检定或校准

仪器在投入使用前,包括用于测量环境条件等辅助测量的仪器,应采用检定或校准等方式以确认其是否满足检测分析的要求。仪器及辅助测量的仪器在投入使用后,应有计划地实施检定或校准,以确认其是否满足检测分析的要求。检定或校准应按有关检定规程、校准规范或校准方法进行。

6 样品

6.1 样品的状态

样品应为干燥块状固体、粉末或固体薄膜。

6.2 样品的稳定性

样品应有一定的化学、物理稳定性,在真空中不易挥发,不应污染腔室,无放射性和腐蚀性。

6.3 样品的尺寸特征

应满足样品台承载空间及样品交换室的空间尺寸要求,并能确保在样品腔室内运动时不能碰撞其他部件。

6.4 样品的导电导热性

样品应具有良好的导电性、导热性,非导电性样品应在表面喷镀导电膜并接地,或在检测中采取其他去荷电措施。

6.5 生物样品

生物样品应经固定、脱水、临界点干燥或冷冻干燥,然后在表面喷镀导电膜;或使用专用的低温冷冻样品台。

7 分析测试

7.1 前期准备工作

7.1.1 开机

按照仪器操作说明书规定的开机程序进行。

7.1.2 设备状态的检查

检查室内环境和仪器状态面板上各种显示值,如设备真空度、氮气的气压和气流量、室内温度和湿度、循环水的水压和流量等。

7.1.3 镜筒合轴的检查

对离子束镜筒加上高压,检查光路合轴情况。调整聚焦和像散时,图象应无漂移,否则应及时调整光路合轴。离子束光阑易被刻蚀损伤,应注意及时更换。

7.1.4 气体源的检查

开启气体注入系统中各气体源的温度控制,以满足气体源的温度与浓度要求。

7.1.5 初始化的检查

对样品台、离子束光阑和气体注入系统进行初始化操作。

7.1.6 纳米操控手的检查

在制备透射电镜样品前,对纳米操控手在共聚焦点附近进行位置与路径修正。

7.2 实施步骤

7.2.1 样品的安装

在专用样品台上装载样品后抽真空,当仪器达到规定真空度后,启动离子束进行样品的观察和制备。制备透射电镜样品时,应同时装载专用载网与样品。

7.2.2 工作条件的设定

视样品的特性、分析要求及仪器性能参数,确定合适的工作条件。通常样品处于共聚焦位置;离子束束流大小为 $0.1\text{ pA}\sim 2\text{ }\mu\text{A}$;加速电压为 $0.5\text{ kV}\sim 30\text{ kV}$ 。

7.2.3 微纳加工

7.2.3.1 聚焦

样品进入样品室,待真空满足条件后,依次加上电子枪与离子枪电压,选择合适的放大倍数与工作距离,将样品待分析区域调至共聚焦位置,进行聚焦、调节衬度和亮度以及消像散等,直至图像最清晰为止。聚焦结果以照片形式记录。

7.2.3.2 双束对中

通过调整样品台 Z 轴高度或微调电子束方向,使离子束图像与电子束图像的中心精确的对于同一标记点。

7.2.3.3 位置校正

针对图形刻蚀,调整样品台至双束共聚焦位置。必要时可用离子束刻蚀标记,便于校准位置。

7.2.3.4 电子束沉积

针对聚焦离子/电子双束系统,为了避免离子束沉积对样品表面的损伤,可以在离子束沉积前进行电

子束沉积,选择所需的有机气体源并将气体注入系统自动移动至样品表面,在电子束扫描模式中选择目标区域进行沉积。电子束沉积的形貌以照片形式记录。

7.2.3.5 离子束沉积

选择所需的气体源并将气体注入系统自动移动至样品表面,在聚焦离子束模式中选择目标区域进行沉积,沉积完成后关闭气体注入系统并将其退回原位。离子束沉积的形貌以照片形式记录。

7.2.3.6 刻蚀

刻蚀图形结构时可以输入程序或图形文件,并选用合适束流大小的离子束在目标区域内进行刻蚀。刻蚀结果以照片形式记录。

7.2.3.7 提取

使用纳米操控手提取已加工样品,使其与原样品分离。

7.2.3.8 减薄

通过反复倾转样品台,选用合适的离子束流将样品双面减薄至目标厚度。减薄结果以照片形式记录。

7.2.3.9 清洗

采用低电压(应不大于 5 kV),小束流(应不大于 50 pA),扫描样品表面的损伤层。清洗结果以照片形式记录。

7.2.3.10 取样

关闭电子枪与离子枪电压,解除真空,取出样品台,将样品放置于样品盒(建议选取高弹膜盒或真空吸附膜盒)中,以防止破坏样品表面微观结构。样品的显微形貌以照片形式记录。

7.2.4 关机

按照仪器操作说明书规定的关机程序进行关机至待机状态。

8 结果报告

8.1 基本信息

结果报告中可包括:委托单位信息、样品信息、仪器设备信息、环境条件、制样方法、检测方法(依据标准)、检测结果、检测人、校核人、批准人、检测日期等。必要和可行时可给出定量分析方法和结果的评价信息。

8.2 分析结果

分析结果中样品形状与厚度满足透射电镜等检测设备的要求。分析结果以样品和照片形式提供,同时提供检测电压、检测束流、工作距离、标尺和放大倍数等参数信息。

9 安全注意事项

9.1 使用高压钢瓶应遵守相应安全规范。

9.2 真空泵从样品室抽出的气体应排到室外。

9.3 为防止静电、感应电和漏电,仪器的接地电阻应小于 $5\ \Omega$,并接触良好。

9.4 测量前应对样品的性质有所了解,避免酸性、腐蚀性样品和挥发性样品直接上机测试,对仪器造成损害。

参 考 文 献

- [1] GB/T 16594—2008 微米级长度的扫描电镜测量方法通则
 - [2] GB/T 20307—2006 纳米级长度的扫描电镜测量方法通则
-