

场离子显微镜

——陆华——

一、历史的回顾

场离子显微镜 Field Ion Microscope (FIM) 是一种具有高放大倍数、高分辨率并能在原子级水准上直接观察表面原子的研究装置。它是由比它出现早 15 年的场发射显微镜 Field Electron Emission Microscope (FEM) 的发明者 E. W. Müller 本人改进而成的。在 FEM 中, 当一负电位加到针状样品并产生 $\sim 10^7$ V/m 的场强时, 在样品尖端会因隧道效应而出现冷电子发射, 从而将其表面状况扩大投影到离样品 10cm 左右的荧光屏上成像。然而, 这种发射电子具有较大的横向速度分量 and 较长的 de Broglie 波长, 因而限制了 FEM 像的最大分辨率, 只能在 20 Å 左右。为提高像的分辨率, Müller 进行了长期的实验探索, 最后

提出了改用离子成像, 并用降低样品温度以减小成像离子的横向速度分量的办法实现原子级分辨率的设想。直到 1941 年发现场脱附现象之后此设想才逐步得以实现。1951 年, Müller 将它作为“成像气体”充到抽空了的 FEM 镜体中, 并在针状的 W 样品上加了正的高电压, 使成像气体原子在样品表面附近产生“场离子”, 终于得到了 W 的原子像, 这就是最初的 FIM。到了 60 年代, 由于超高真空技术、低温技术、微电子学以及各种表面分析技术的迅速发展, 使 FIM 产生了新的飞跃。 10^{-11} Torr 真空的获得, 使单个表面吸附原子的扩散、成簇、重排以及脱附等动态过程的观察成为可能。电子倍增微通道板的问世, 解决了离子像的亮度及显微观察中动态摄影上的困难。高灵敏质谱技术的引入, 使原子的质量分辨提高到 $1/1000$ a.m.u. 脉冲激光新技术的应用, 解决了在低温下导电率较低的半导体或绝缘体样品的分析问题, 从而使金属/半导体界面等研究取得了突破性的进展。尤其是从 1967 年 Müller 将 FIM 与飞行时间质谱结合在一起, 建成世界上第一台原子探针场离子显微镜 Atomprobe Field Ion Microscope (APFIM) 以来, FIM 的研究进入了定量化阶段。因而它作为一种具有极限原子分辨能力似

据报道, 一九八六年七月, 美国科学家在这座托卡马克聚变反应堆的试验中分别取得了两项突破: 即产生了 2 亿摄氏度的高温和实现了对等离子体创纪录的长时间约束。另有报道说, 欧洲共同体委员会于同年十一月宣布, 欧洲共同体的受控核聚变试验装置成功地将等离子体温度提高到 1 亿 4 千万摄氏度, 使等离子体密度达到每立方厘米 2 亿 5 千万亿个, 并且将等离子体约束时间保持 0.5 秒。报道认为, 这一突破超过了美国和日本科学家在这一领域已取得的成就。

上述这两项突破, 使人类利用核聚变能的研究又向前迈进了一步。

2 亿摄氏度是目前在世界上所记录到的最高温度。这一温度是太阳中心温度的 10 倍。科学家指出, 这一创纪录高温使人类第一次达到了实用性核聚变反应堆所要求的温度。普林斯顿等离子体物理实验所所长哈罗德·弗思说, 美国科学家期望在一年内达到另一个目标: 在同一试验中产生高温和实现等离子体长时间的约束。他宣布, 实验所下一步的目标是达到盈亏平衡, 即反应堆产生的能量至少等于使反应堆启动和运转所需的能量。美国核聚变能工程部主任约翰·克拉夫指出: “我们现在已有实际可能在托卡马克装置的基础上建造稳态的聚变反应堆。”

普林斯顿等离子体物理实验所副所长保罗·托瑟福德博士在几年以前, 当 TFTR 反应堆记录到 7000 万摄氏度时就曾指出, 尽管目前受控热核聚变的研究仍然处于婴儿期, 然而这个时期即将结束。他估计到 2020 年受控核聚变反应堆将对人类的电能需求作出有意义的贡献。现在, 当 TFTR 产生 2 亿摄氏度高温时, 美国核聚变能工程部主任克拉克以乐观的口吻表示, 他预料在十五年内就有可能建造出实用的聚变反应堆。如果这个目标如期实现, 那对人类来说该是多么巨大的喜讯啊!

受控热核聚变最吸引人之处在于, 热核反应堆与目前的裂变反应堆不同, 它没有放射性副产品, 在能量生产过程中只留下少量的放射性废料, 而且不存在反应失控和反应堆熔化的可能性。

受控热核聚变反应堆投入工业使用, 将在二十一世纪给人类带来无限的光明与巨大的希望。当人类终将点燃自己的太阳的时候, 这不仅标志着人类已打开了永不枯竭的能源的闸门, 而且也标志着人类向更高级的文明跨出了一大步!

(上接第 10 页)

实验。

9. 光物理的研究也将大大推动分子生物学的发展。通过生物分子的光谱和时间分辨谱可以研究生物分子的结构和生物分子演化的动力学过程, 从而将为发展分子生物学及其应用作出贡献。

对单个原子作质量鉴别的独特的表面分析手段越来越受到表面物理及金属物理研究者的广泛重视。

二、场离子化和场蒸发

金属中的自由电子由于受功函数 ϕ 的势垒的制约，它们被封闭于金属内部。成像气体原子内的电子受其电离电位 I 的势垒的制约，也被封闭在内部。一旦这些势垒宽度变窄，电子就有可能穿过势垒而逸出。这种现象被称作“隧道效应”。在通常情况下，由于气体原子中的电子能级比金属的费米能级低得多，所以从外部接受能量不易被激发到比费米能级高的能级，即不易进入金属内部，因此不产生电子隧道效应。然而，当成像气体原子靠近金属表面，并在金属上加正电压(图 1)，那么在外部分空间就产生电场 E ，离表面 x_2

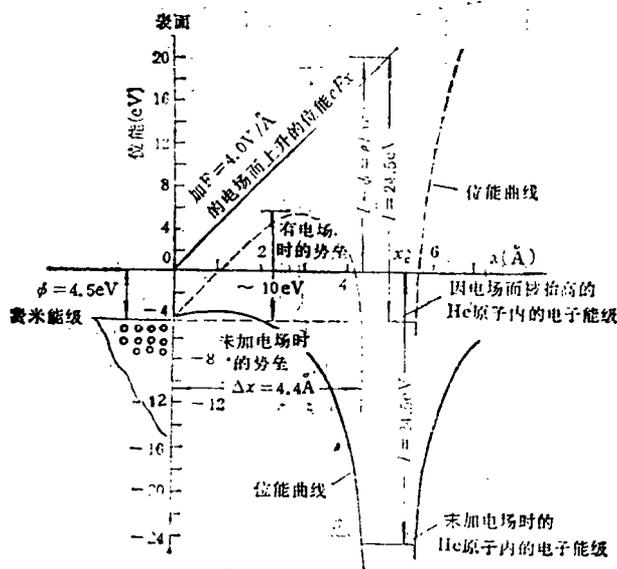


图 1 He 原子的场离子化

处的气体原子内的电子能级就上升，因此当

$$eFx_2 = I - \phi \quad (E \text{ 为电场强度}) \quad (1)$$

的关系成立时 (e 为电子电荷)，金属内的费米能级与成像气体原子 (如 He) 的电子能级的高度相同。而且，此时表面与气体原子间的势垒变得很窄，电子从气体原子向金属方向隧道穿越，于是气体原子就被离子化。这样的离子化被称作“场离子化”，这是一种没有外部能量授受关系的“静”的离子化。要达到场离子化，需要高达数 $V/\text{Å}$ 的场强，但在 FIM 情况下则并不困难，因为样品是极细的针状体，加上电压后其尖端就能产生极强的电场。若将样品尖端考虑成半径为 r 的半球，所加电压为 V ，则产生的电场 $F = V/5r$ 。当 $r = 500 \text{ Å}$ (实验上很容易做到)， $V = 10 \text{ kV}$ 时便能产生 $4 \text{ V}/\text{Å}$ 的场强。这足以使镜筒内的成像气体产生场离子化。加到样品表面的 $4 \text{ V}/\text{Å}$ 场强引起的静电力高达 1

吨/毫米。当这种静电力大于表面原子与次层原子的结合力时，表面原子将被剥离而拉出表面。这种在电场作用下表面原子的脱逸过程就叫做“场蒸发”。以 w 为例，它的蒸发场强是 $5.7 \text{ V}/\text{Å}$ ，比成像气体 He 的离子化场强高。所以，在观察了它的离子像后，升高电压进行场蒸发，又能观察到新的表面。对蒸发场强较低的 Cu、Au 等，应采用离子化场强稍低的 Ne 或 Ar 作为成像气体。一般概念中的蒸发是指表面原子受到来自外部的能量而引起的，如热蒸发和溅射。然而场蒸发却没有这种外部的能量授受关系，它是与温度无关的。由于它是由电场引起的，因此是从场强最强的端原子或突出部位的原子顺序蒸发的，因而可巧妙地调节场强使这种蒸发逐步地平滑地进行。因此，它是一种能量效率很高、又能很好控制的蒸发。它不会造成如热蒸发或溅射那样的表面结构的无序化。还应指出的是，在场蒸发过程中被蒸发的是正离子而不是中性原子。而且，场蒸发的机理与场脱附相类似，不同的只是后者特指外来吸附原子的蒸发。

三、FIM 和 APFIM 的基本原理

FIM 装置的基本结构示于图 2。这是一种点投影

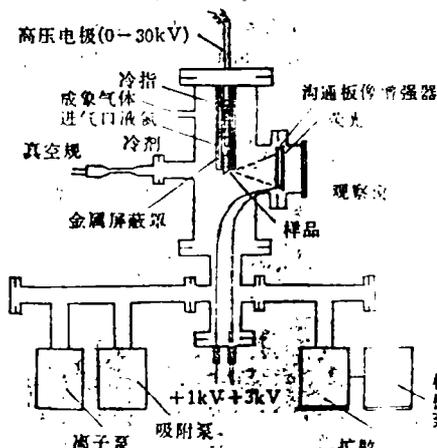


图 2 FIM 装置结构示意图

的显微镜；成像离子受到电场加速从样品投射到荧光屏并在那里产生 10^4 倍以上的放大像。与各种显微镜不同的是它不需要复杂的光学或电子透镜系统。它所用的样品是由电化学腐蚀方法制成的，尖端曲率半径在 $100 \sim 500 \text{ Å}$ 之间。当然，这样制得的样品，从原子级水准看其表面是十分粗糙的，不适于直接用作基准表面进行各种研究。然而，利用场蒸发的自调节特性，即在数 $V/\text{Å}$ 高场下，样品的凹凸不平部位的原子将优先被场蒸发掉，可以获得非常清洁的、原子级平滑的表面。

在 10^{-10} Torr 的成像气幕中，比较突出的一些位

置,如凸缘位置上的原子或高指数面上的原子将特别容易吸附成气体原子。这种吸附是由所加的电场引起的,而且主要是由电场诱导的成像气体原子和表面原子的极化相互作用引起的。通常称作“场吸附”。如图3所示,当围绕针状样品表面跳跃的成像气体 He 原

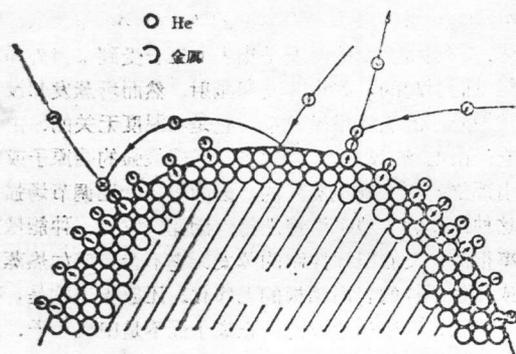


图3 原子像的形成过程

子到达极化区中已被低温场吸附的 He 原子上方时,它就按一定的离化几率被场离化。离化后的成像气体离子就被高电场加速而飞向荧光屏或经电子倍增通道板像增强器转换成倍率极高的二次电子,然后在荧光屏上成像。图4为由 FIM 得到的 W 原子像。

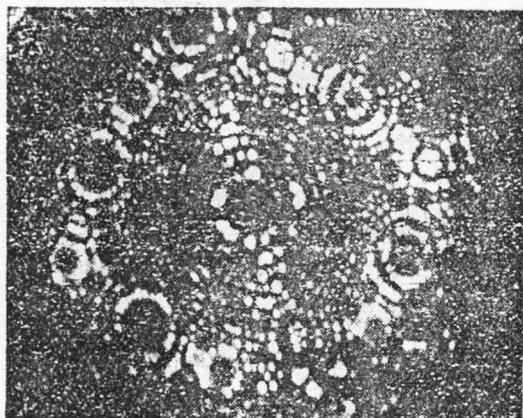


图4 W 的原子像

通常,径向投影显微镜的放大倍数为:

$$M = R/\beta \cdot r \quad (2)$$

式中, R 是样品尖端到荧光屏的距离, r 是尖端曲率半径, β 是像压缩因子 (≈ 1.5)。若 $r = 500 \text{ \AA}$, $R = 10 \text{ cm}$, 则 $M = 1.3 \times 10^6$ 。可见在 FIM 中达到 10^6 以上的放大倍数是不困难的。但对 FIM 来说,更重要的是它的分辨率。和 FEM 一样, FIM 的分辨率主要决定于从尖端射出的离子的横向速度在荧光屏上造成的

射圆的直径。由于对它的精确计算仍有一定困难,因此一般常用下式作近似估计:

$$\delta = \left(\frac{6 \times 10^6 \cdot T \cdot r}{F} \right)^{1/2} (\text{\AA}) \quad (3)$$

其中, T 是样品温度 (K), F 是场强 (MV/cm)。若 $r = 500 \text{ \AA}$, $T = 78 \text{ K}$, $F = 400 \text{ MV/cm}$, 则像的分辨率 $\delta = 2.42 \text{ \AA}$ 。所以 FIM 可用于观察原子结构。

FIM 与飞行时间质谱相连接就构成 APFIM,如图5

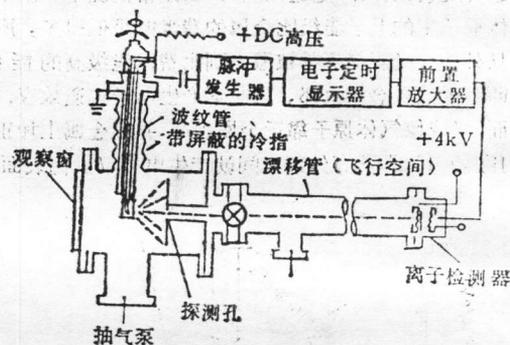


图5 APFIM 的结构示意图

所示。它的特点是边观察表面原子的实际排列状况边进行选区原子的质量分析。从测出离子离开表面时的动能以及它的飞行时间和距离就可以精确计算出离子的质量/电荷比:目前 APFIM 已发展成多种形式。如直线的或 163° 静电偏转的飞行时间型,磁场偏转型,直接成像型以及脉冲激光型等,其最高质量分辨率 $\Delta M/M \sim 1/2000$ 。

四、应用

早期的 FIM 研究主要着重于表面的原子缺陷及扩散现象,表面再构,吸附原子在表面的动态行为的观察等。近年来, FIM 已从材料的微结构研究扩展到表面物理这一新领域,如表面原子的相互作用,吸附原子的极化率,表面原子层的绝对组分的测定,表面原子的迁移及扩散原子的杂质俘获等方面均有相当出色的研究。最近,作者进行了 Cu-Zr 非晶态合金晶化过程的 FIM 研究,取得了一些有意义的结果,随着退火温度的增加,原子的排列从无序变为有序结构。更有趣的是,在变化的动态过程中首次观察到一种由 2~4 个原子组成的原子簇为主的新的无序相,而晶化就是在这些原子簇的重排过程结束后立即出现的。晶化析出时的原子探针组成分析结果表明,刚析出的晶化区的合金组成为 Cu_{10}Zr , 这一富 Cu 的结构。这些初步结果将为进一步搞清非晶态合金的性质随温度变化这一宏观现象与合金的原子组态、微结构等的内在联系提供充分的信息。