

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

G01N 1/32 (2006.01)

G01N 23/203 (2006.01)



# [12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200610134135.2

[45] 授权公告日 2010年2月24日

[11] 授权公告号 CN 100592065C

[22] 申请日 2006.11.3

[21] 申请号 200610134135.2

[73] 专利权人 中国科学院金属研究所

地址 110016 辽宁省沈阳市沈河区文化路  
72号

[72] 发明人 谭军 张磊 张广平 谢天生

[56] 参考文献

EP1204133A2 2002.5.8

CN1641067A 2005.7.20

审查员 王伟

[74] 专利代理机构 沈阳科苑专利商标代理有限公司

代理人 张志伟

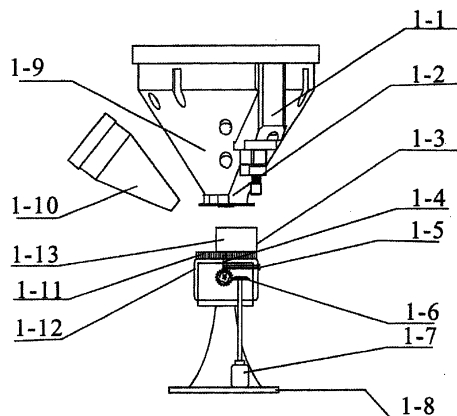
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

## [54] 发明名称

一种用离子束加工样品界面实现背散射表征的方法

## [57] 摘要

本发明涉及一种用离子束加工样品界面实现背散射表征的方法，属于利用双束聚焦离子束系统加工表征界面从而实现背散射成像方法，采用双倾转样品台固定表征样品进行离子束制备表征界面和实现背散射成像。在聚焦离子束系统中将样品固定，需要制备表征的部位向侧面放置；利用二次电子成像对样品高度进行校准识别，聚焦样品上表面；打开离子束，进行双束对中处理，保持离子束加工位置和电子束观测位置的统一；采用离子束大束流预加工表征界面，采用小束流精加工制备完毕样品需表征界面；旋转副倾转台，离子束加工界面与入射电子束的垂直，启用背散射探测器实现背散射电子界面表征。本发明可以制备出符合扫描电镜需求的背散射表征样品。



1. 一种用离子束加工样品界面实现背散射表征的方法，其特征在于采用聚焦离子束系统结合双倾转样品台和固定表征样品进行离子束制备表征界面，进而实现背散射成像，由以下步骤完成：

1) 在聚焦离子束系统中，将需要表征的样品固定在样品托上，样品托安装在聚焦离子束系统副倾转台上，需要制备表征的部位向侧面放置；

2) 利用二次电子成像对样品高度进行校准识别，将样品与二次电子探测器之间的工作距离调整为 4.9~5.1mm，聚焦样品上表面；

3) 倾转聚焦离子束系统主倾转台至与水平方向成 50~54 度，同时打开离子束，进行双束对中处理，离子束极靴与样品对中距离为 16.3~16.7mm；

4) 采用离子束为 3-20nA 的大束流预加工表征界面，采用 50PA~100PA 的小束流精加工制备完毕样品需表征界面；

5) 旋转聚焦离子束系统主倾转台 50~54 度回到原始平衡位置，此时需背散射表征界面与电子束平行；

6) 旋转聚焦离子束系统副倾转台 90 度，实现离子束加工界面与入射电子束的垂直，启用背散射探测器实现背散射电子界面表征；

所述双倾转样品台为在聚焦离子束系统主倾转台上通过传动轴安装与聚焦离子束系统主倾转台转向相同的聚焦离子束系统副倾转台，聚焦离子束系统副倾转台通过齿轮带动传动轴倾转；

所述聚焦离子束系统为双束聚焦离子束系统，双束聚焦离子束系统分别提供离子束和电子束。

2. 根据权利要求 1 所述的用离子束加工样品界面实现背散射表征的方法，其特征在于：所述步骤 1) 中，样品采用碳导电胶固定在样品托上，用紧固螺栓固定样品托在聚焦离子束系统副倾转台上。

3. 根据权利要求 1 所述的用离子束加工样品界面实现背散射表征的方法，其特征在于：所述步骤 1) 中，样品托通过与聚焦离子束系统副倾转台连接的销一端插装固定，与聚焦离子束系统副倾转台连接的销另一端用紧固螺栓固定。

## 一种用离子束加工样品界面实现背散射表征的方法

### 技术领域

本发明属于样品表征界面的制备和成像技术，具体为一种用离子束加工样品界面实现背散射表征的方法，它是利用双束聚焦离子束系统加工样品界面从而实现背散射成像的方法，采用双倾转样品台固定表征样品进行离子束制备表征界面和实现背散射成像。

### 背景技术

扫描电子显微镜 (SEM) 一般采用二次电子成像进行材料表面显微结构表征，由于二次电子能量低 (低于 50 电子伏特)，只有距样品表面很近 ( $100\text{\AA}$ ) 的表层二次电子才能逸出样品表面，并被检测、放大和成像。用于检测二次电子的探测器，可将样品表面各个方向发出的二次电子全部收集起来，因此扫描电镜的二次电子像具有很强的立体感，直接反映表面形貌特征。而背散射电子所含样品信息由平均元素、表面几何形状、结晶和磁性能等构成，同时背散射电子能量高，试样带电和污染比较小，可获得  $1\mu\text{m}$  的实验信息，近年来电子背散射技术广泛用于材料组织结构分析。目前在扫描电镜背散射成像样品制备方法中，一般采用首先机械抛光随后进行化学抛光的方法，随着科学技术的发展，对试样方法提出越来越高的要求，尤其在很多易氧化、腐蚀和低硬度材料的背散射样品制备中，难以制备出符合表征的样品，无法实现背散射衍射花样。另外，如将样品放在用于加工晶圆的单倾转台，可能使样品在转移过程中造成损伤。

### 发明内容

本发明的目的在于提供一种用离子束加工样品界面实现背散射表征的方法，采用样品室内双倾转台代替用于加工晶圆的单倾转台和利用聚焦离子束加工背散射电子表征界面，简单易行，可以制备出符合扫描电镜需求的背散射表征样品，避免了氧化、腐蚀和表面划痕的影响，较好反映需要分析的样品表面特征。

本发明的技术方案是：

本发明背散射样品界面离子束加工和表征方法，采用聚焦离子束系统结合双

倾转样品台和固定表征样品进行离子束制备表征界面，进而实现背散射成像，主要由以下步骤完成：

1、在聚焦离子束系统中将需要表征的样品采用碳导电胶固定在样品托上，用紧固螺栓固定样品托在聚焦离子束系统副倾转台上，防止松动，保持聚焦离子束系统副倾转台与试样之间的良好导电性，需要制备表征的部位向侧面放置；

2、利用二次电子成像对样品高度进行校准识别，将样品与二次电子探测器之间的工作距离调整为 4.9~5.1mm，聚焦样品上表面；

3、倾转聚焦离子束系统主倾转台至与水平方向成 50~54 度，同时打开离子束，进行双束对中处理，离子束极靴与样品对中距离为 16.3~16.7mm，保持离子束加工位置和二次电子观测位置的统一；

4、采用离子束大束流 (>3nA) 预加工表征界面，采用小束流(50pA~100pA) 精加工制备完毕样品需表征界面，加工界面呈镜面光洁，无束流梳状痕迹，达到表征要求，在背散射衍射中出现清晰菊池线花样；

5、旋转聚焦离子束系统主倾转台 50~54 度回到原始平衡位置，此时需背散射表征界面与电子束平行；

6、旋转聚焦离子束系统副倾转台 90 度，实现离子束加工界面与入射电子束的垂直，启用背散射探测器实现背散射电子界面表征。

所述双倾转样品台为在聚焦离子束系统主倾转台上通过传动轴安装与聚焦离子束系统主倾转台转向相同的聚焦离子束系统副倾转台，聚焦离子束系统副倾转台通过齿轮带动传动轴倾转。

所述步骤 4) 中，大束流范围为 3-20nA。

所述步骤 1) 中，样品采用碳导电胶固定在样品托上，用紧固螺栓固定样品托在聚焦离子束系统副倾转台上。

所述步骤 1) 中，样品托通过与聚焦离子束系统副倾转台连接的销一端插装固定，与聚焦离子束系统副倾转台连接的销另一端用紧固螺栓固定。

本发明采用双束聚焦离子束系统，“双束”是指电子束+离子束；双束聚焦离子束系统中，离子束的作用是加工样品，逐渐实现样品表征的界面的光洁平整性；电子束的作用是二次电子成像和背散射成像，与样品加工界面保持垂直，选择背散射探测器对样品加工界面进行表征。离子束极靴是在电子束系统的最下端的组件，可以施加电场，实现电子进入探测器。

本发明的有益效果是：

1、本发明利用聚焦离子束系统结合双倾转台进行背散射样品界面加工和表征，采用聚焦离子束系统加工背散射电子表征界面，更容易在背散射电子束下成像，减少样品的腐蚀、氧化和表面划痕等因素的影响和干扰，为实现高分辨分析表征样品创造条件。

2、本发明可以实现对样品需要表征部位进行精确定点、定位加工，突破二维尺度研制实现材料表面下微观界面的表征。

3、本发明加工过程在样品界面无应力残留和温度效应，不会产生其他特征结构，提高了实验结果的准确性。

4、本发明在原有主单倾转台基础上增加聚焦离子束系统副倾转台，由于使用双倾转台，有效防止样品在转移过程中造成损伤，可以在双束聚焦离子束系统样品室内实现界面加工和表征。

#### 附图说明

图1为本发明加工方法中样品固定示意图。

图2为本发明加工方法中界面加工示意图。

图3为本发明加工方法中界面表征示意图。

图中标记说明：

1-1—侧挂式背散射探测器固定支架，1-2—侧挂式背散射探测器，1-3—样品加工界面，1-4—销，1-5—紧固螺栓，1-6—倾转传动齿轮组，1-7—旋转驱动电机，1-8—主倾转台，1-9—电子束成像系统，1-10—离子束光路系统，1-11—样品托，1-12—副倾转台，1-13—样品。

#### 具体实施方式

下面结合实施例和附图对本发明做进一步描述。

如图1-3所示，本发明所采用的装置包括侧挂式背散射探测器固定支架1-1、侧挂式背散射探测器1-2、样品加工界面1-3、与聚焦离子束系统副倾转台连接的销1-4、紧固螺栓1-5、倾转传动齿轮组1-6、旋转驱动电机1-7、聚焦离子束系统主倾转台1-8、电子束成像系统1-9、离子束光路系统1-10、样品托1-11、聚焦离子束系统副倾转台1-12；其中，侧挂式背散射探测器固定支架1-1、侧挂式背散射探测器1-2、电子束成像系统1-9、离子束光路系统1-10是现有双束聚焦离子束系统中的一部分；与现有装置不同的是，本发明在双束聚焦离子束系统中采用了

双倾转样品台，在聚焦离子束系统主倾转台 1-8 上通过传动轴安装与聚焦离子束系统主倾转台 1-8 转向相同的聚焦离子束系统副倾转台 1-12，聚焦离子束系统副倾转台 1-12 通过旋转驱动电机 1-7 驱动的倾转传动齿轮组 1-6 带动传动轴，使副倾转台 1-12 倾转。样品 1-13 通过碳导电胶固定在样品托 1-11 上，样品托 1-11 通过销 1-4 插入到副倾转台 1-12 上，而销 1-4 通过紧固螺栓 1-5 固定。

本发明所述利用双束聚焦离子束系统结合双倾转台加工样品界面从而实现背散射成像方法，具体由以下加工步骤完成：

首先将需要进行背散射电子表征样品 1-13 利用碳导电双面胶固定在样品托 1-11 上，需要表征的样品加工界面 1-3 处于侧面，通过与聚焦离子束系统副倾转台连接的销 1-4 与紧固螺栓 1-5 将样品托 1-11 固定在聚焦离子束系统副倾转台 1-12 上，保持样品托 1-11 与聚焦离子束系统副倾转台 1-12 之间的良好导电性（图 1）；通过电子束成像系统 1-9 对样品高度进行识别，升高聚焦离子束系统主倾转台 1-8，使其高度为 5mm；逆时针旋转主倾转台 1-8 至与水平方向夹角 52 度，打开离子束光路系统 1-10，进行电子束成像系统 1-9 和离子束光路系统 1-10 的对中，保持样品与离子束光路系统 1-10 的离子束极靴对中距离为 16.5mm（图 2）；采用离子束光路系统 1-10 大束流（ $>3\text{nA}$ ）进行背散射表征的样品加工界面 1-3 的初步加工，随后采用聚焦离子束系统 1-10 的小束流（ $50\sim 100\text{pA}$ ）界面精加工，逐渐实现样品表征的样品加工界面 1-3 所要求的平整性；旋转聚焦离子束系统主倾转台 1-8 至原始平衡位置，随后通过控制旋转驱动电机 1-7 带动倾转传动齿轮组 1-6 使聚焦离子束系统副倾转台 1-12 绕聚焦离子束系统主倾转台 1-8 上的轴旋转 90 度，使电子束与样品加工界面 1-3 保持垂直（图 3）；选择背散射探测器 1-2 对样品加工界面 1-3 进行表征。

结果：采用本发明可以制备出符合实验条件的表征样品，避免和克服了传统样品制备过程中氧化、腐蚀和表面划痕的影响，实现精确定点、定位背散射衍射花样分析，在背散射电子束下成像，使随后电镜分析结果反应本征结构，为实现高分辨分析表征样品创造条件。

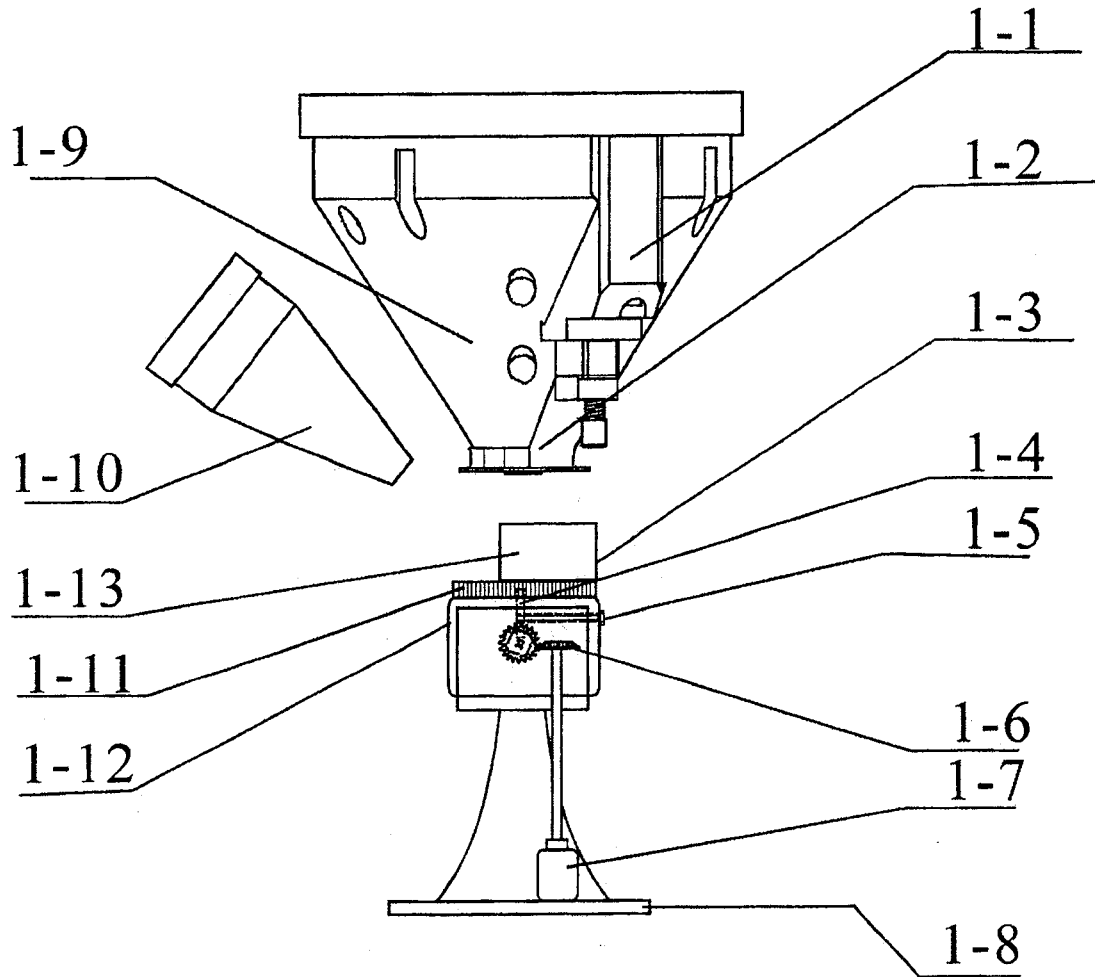


图1

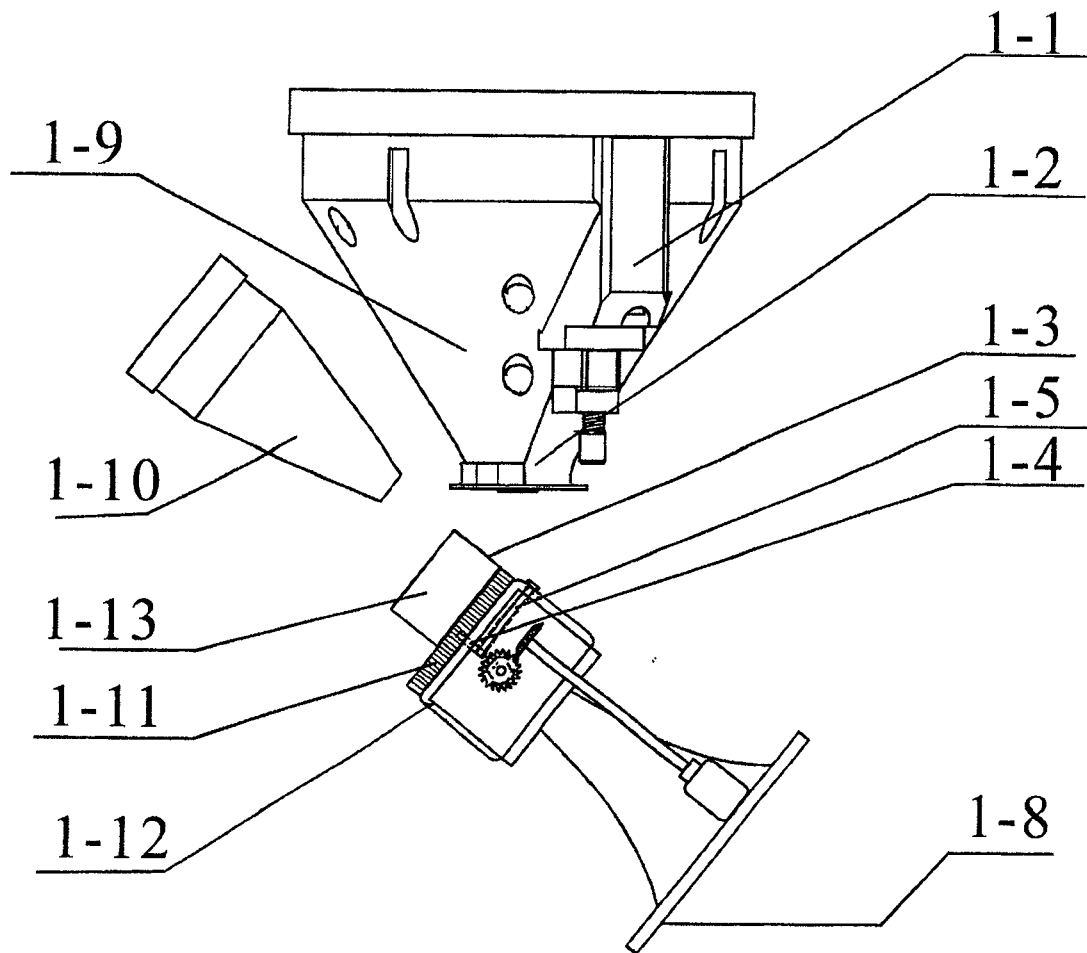


图2



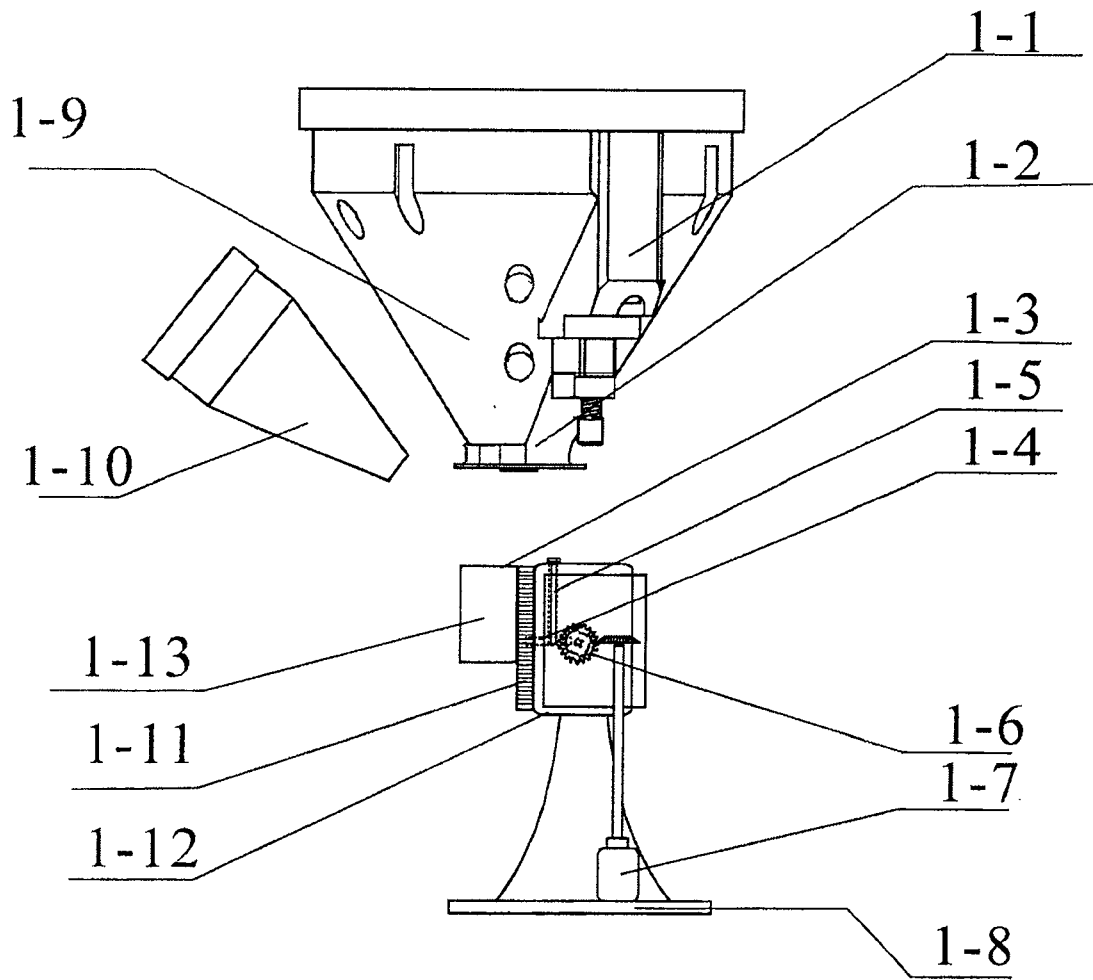


图3