

# 扫描透射离子显微术(STIM)研究的现状和进展

李晓林 朱节清

(中国科学院上海原子核研究所 核分析中心 上海 201800)

**摘要** 综述了国内外扫描透射离子显微术(STIM)的现状和进展,讨论了STIM的主要研究内容和发展趋势.

**关键词** 核子微探针 扫描透射离子显微术

## 1 引言

扫描透射离子显微术(STIM)是近几年发展十分迅速的一门新型核子微探针技术.它利用 MeV 量级离子束穿过一定厚度薄样品时的能量损失与样品密度的简单关系,获得样品的密度分布图象,空间分辨率高达 50nm.可用于观察样品微区的精细结构和形态,并为微区微量元素分布的定量计算,提供密度数据.

由于高能离子束具有小的散射和高的贯穿本领.每个透射离子都携带像点的密度信息,并能几乎100%的被测到,使得STIM同其它显微成像技术(如扫描透射电镜、二次电子成像和卢瑟福散射离子成像等)相比较,其技术优势:(1)能在高分辨率下,获得样品内部的密度信息;(2)成像需要的离子束流强度极低(fA量级),故像差小,且无辐照损伤试样之虑;(3)成像效率高,完成一幅 $500 \times 500\mu\text{m}$ 图像,仅需2分钟.

由于STIM的这些独到之处,使得它在欧美等发达国家得到迅猛发展,在生命科学、材料科学及地球行星科学等领域得到应用,取得了长足进展.

## 2 STIM的发展概况与现状

1983年夏季,在美国亚利桑那州召开的第六届离子束分析国际会议上,美国Oregon大学和澳大利亚Melbourn大学的核子微探针小组首次发表了STIM的研究论文.这标

志着STIM这一新型核探针技术的问世.

在早期的研究工作中,美、澳两国科学家选用了3MeV的 $^1\text{H}^+$ 、 $^4\text{H}^+$ 和 $^{20}\text{Ne}^+$ 离子束,对果蝇和直径 $0.5\mu\text{m}$ 的乳胶微滴作了STIM成像.采用硅面垒探测器,测定透射离子的剩余能量.以透射离子的能量损失作为成像反差参数,获得了空间分辨率低于 $\mu\text{m}$ 的STIM图像.直到1987年,STIM的基础研究工作完成.STIM技术首创人之一的H. W. Lefevre教授对这一时期的研究工作,进行了全面评述<sup>[1]</sup>.初期的研究充分揭示出STIM的强大技术优势.

随后,STIM得到蓬勃发展.在技术方法上,美国Sandia和Livermore国家实验室结合CT技术,发展了离子微束层面成像技术(IMT).与此同时,微束沟道STIM技术(CSTM)、微体视STIM技术(SSTM)及微束PIXE的STIM技术(3D-PIXE-CT)也都相继涌现出来.形成了以STIM为核心的技术群体.在应用方面,进行了人体和动物器官细胞的STIM成像,得到了无损的亚 $\mu\text{m}$ 细胞结构图.对单晶材料进行了CSTM成像研究,确定出单晶的杂质和缺陷.对微小生物活体组织作了不需切片的3D-PIXE-CT定量元素成像.对星际宇宙尘埃微颗粒进行IMT三维成像,为太阳系起源的研究提供重要数据.作为总结,1993年Melbourn大学的G. J. F. Legge教授对迅速发展STIM技术及应用作了评述<sup>[2]</sup>.

目前,世界上一些重要的核探针实验室

已建立了 STIM 设备, 达到的最好成像空间分辨为 50nm.

### 3 STIM 研究的基本内容

#### 3.1 STIM 基本实验装置

图1是一个典型的 STIM 装置. 4UH 静

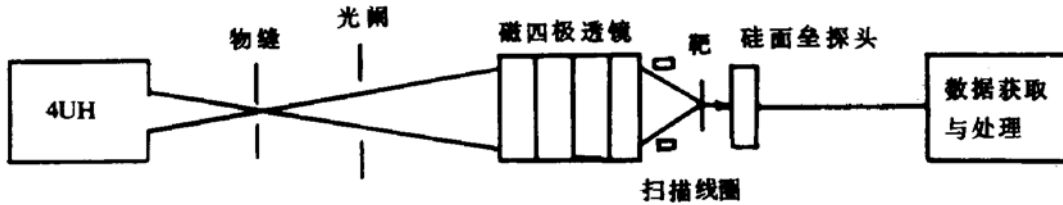


图1 典型的 STIM 装置

#### 3.2 低强度束流的获取

STIM 的一个显著技术特征就是使用 fA 量级的流强. 使探测器接受到的透射离子强度为  $10^3$  个/s. 因此, 要研制连续可调的微米级物孔和光阑. 低束流技术可大大减小离子光学像差. 也使离子微束对样品损伤降至可忽略的程度. 这一点对生物样品尤其重要.

#### 3.3 高分辨率的离子能量探测系统

STIM 是利用透射离子能量损失和样品面密度的关系, 获得样品的密度分布图. 因此, 透射离子的剩余能量测定精度越高, 获得的 STIM 图像就越清晰. 在能量测定的不确定度中, 探测器的能量分辨率是主要的不确定因素之一. 故研制高分辨率的能量探测器至关重要. 目前, 国外多采用小面积 ( $\Phi 8 \sim 6\text{mm}$ ) 的硅面垒探测器. 其典型能量分辨率为 1.5keV (FWHM). 采用这类探测, STIM 对生物样品的厚度分辨率可达  $30\text{ng}/\text{cm}^2$ .

但面垒探测系统的缺点是计数率低, 最高只能达到  $10^4/\text{s}$ . 同时耐辐照能力较低, 使用不久能量分辨率就应因辐照损伤严重下降. 这对于需要对样品作大量层面扫描的 IMT 技术不适应. 因此, 1993年美国 Sandia Livermore 国家实验室研制了用于 IMT 的离子飞行时间 (TOF) 探测系统. TOF 系统有强

电加速器提供能量为 4MeV 的离子束, 经物孔和光阑限束, 一组四级磁透镜聚焦, 在样品表面形成亚  $\mu\text{m}$  级的束斑. 一对电磁扫描线圈, 使离子微束在样品表面扫描. 用面垒探测器探测透射离子剩余能量. 最后由数据处理系统完成面密度换算与图像显示.

的抗辐射损伤能力, 时间响应快, 最高计数率可达  $10^5/\text{s}$  以上. 且能量分辨率与硅面垒探测系统相当.

#### 3.4 数据处理方法

为了提高离子剩余能量的测量精度, 获得高清晰度的 STIM 图像, 一般都在每个像点上测多个透射离子 (约 10 个). 但如何从多个测量数据中计算像点剩余能量值? 是 STIM 数据处理的一个重要研究内容.

现有的方法是: 能量窗法、平均值法和滤波中值法. 其中, 滤波中值法是目前公认的较好方法. 它可有效地剔除奇异事件和噪声, 使 STIM 图像有清晰地结构边界.

值得一提的是, 最近国外有人提出了求矩法. 该法将像点内多个离子剩余能量值间的矩值作为 STIM 成像反差参数, 从而提取出未分辨出的空间密度信息, 更清晰地显示微区的结构.

### 4 STIM 的发展趋势

STIM 历经十年发展, 特别近两年发展迅猛. 出现了一些令人瞩目的新动向.

#### 4.1 向纳米成像发展

STIM 作为一种显微成像术, 人们总希望它有更高的空间分辨率. 目前达到的最好

指标是50nm. 这距纳米尺度还差一个数量级.

限制 STIM 空间分辨率的因素有两类: (1)离子光学像差和加速器, (2)微束管道等机械装置的非稳定性. 对于磁透镜系统, 高能离子束的光学像差可归纳为色差、球差和寄生的六极场像差. 照目前最好的技术指标: 加速器的离子束能散为 $10^{-4}$ 和离子源亮度 $5A \cdot \text{rad}^{-2} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{v}^{-1}$ 估算, 像差的合成极限值低于8nm. 如把加速器离子束能散降低一个量级和把离子源亮度提高四个量级, 那么像差的合成极限将低于1nm. 也就是说, STIM 空间分辨率将达到纳米尺度. 当然这也同时对机械装置的稳定性提出了更高的要求.

基于上述考虑, 世界上一些重要核探针实验室正积极进行新一代高亮度离子源的研制. 同时对核探针的各种机械设备进行改造, 注意消除各种机械振动积杂散电磁场. 美国一些实验室还致力于新型聚焦系统的研制, 如超导螺线管和等离子体聚焦系统.

#### 4.2 向三维定量成像发展

常规的 STIM 是一幅二维密度分布图. 结合现代计算机层面扫描技术(CT), 形成具有强大威力的高能离子微束层面成像技术 IMT. 可实现微 CT 成像, 得到微样品内部的

三维密度分布图. 进一步将 IMT 同微束 PIXE 结合, 形成3D-PIXE-CT, 可获得样品内部元素三维分布图. 三维定量成像是当前 STIM 研究的一个活跃课题, 代表着 STIM 的发展方向.

#### 5 结束语

STIM 是一项崭新的高能离子显微术. 它代表着核探针技术发展的一个非常重要台阶. 我们高兴地看到我国也已具备开展 STIM 研究的基础. 中科院上海原子核所于1990年建立了具有国际一流水平的核探针<sup>[3]</sup>. 并在诸多的基础科学领域内开展了卓有成效的微束 PIXE 和 RBS 分析研究<sup>[4]</sup>. 目前正将在国家自然科学基金资助下, 开展国际前沿学科 STIM 的研究.

#### 参 考 文 献

- 1 Lefevre H W, Schofield R M S, Overlay J C, et al. *Scanning Microscopy*, 1987, 1:879.
- 2 Legge G J F, Laird J S, Mason L M, et al. *Nucl. Instr. and Meth.*, 1993, B77:153
- 3 朱节清等. *核技术*, 1991, 9:525
- 4 朱节清等. *核物理动态*, 1992, 1:50

## Status and Progress on Scanning Transmission Ion Microscopy (STIM)

Li Xiaolin Zhu Jieqing

(Shanghai Institute of Nuclear Research, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800)

**Abstract** The status and progress on scanning transmission ion microscopy are reviewed. The main content and development trend are described.

**Key Words** nuclear microprobe scanning transmission ion microscopy