

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织  
国际局

(43) 国际公布日  
2012年12月27日 (27.12.2012)



(10) 国际公布号  
WO 2012/174993 A1

- (51) 国际专利分类号:  
H01J 37/04 (2006.01)
- (21) 国际申请号: PCT/CN2012/076827
- (22) 国际申请日: 2012年6月13日 (13.06.2012)
- (25) 申请语言: 中文
- (26) 公布语言: 中文
- (30) 优先权:  
201110175692.X 2011年6月22日 (22.06.2011) CN
- (71) 申请人 (对除美国外的所有指定国): 中国电子科技集团公司第三十八研究所 (38TH RESEARCH INSTITUTE, CHINA ELECTRONICS TECHNOLOGY GROUP CORPORATION) [CN/CN]; 中国安徽省合肥市高新区香樟大道199号, Anhui 230088 (CN)。
- (72) 发明人; 及
- (75) 发明人/申请人 (仅对美国): 刘华荣 (LIU, Huarong) [CN/CN]; 中国安徽省合肥市高新区香樟大道199号, Anhui 230088 (CN)。
- (74) 代理人: 中科专利商标代理有限责任公司 (CHINA SCIENCE PATENT AND TRADEMARK AGENT

LTD.); 中国北京市海淀区王庄路1号清华同方科技大厦B座25层, Beijing 100083 (CN)。

- (81) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。
- (84) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

[见续页]

(54) Title: PARTICLE SOURCE AND MANUFACTURING METHOD THEREFOR

(54) 发明名称: 粒子源及其制造方法

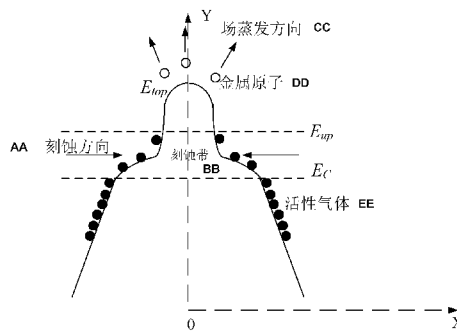


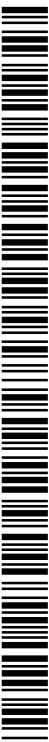
图 4B / Fig. 4B

AA ETCHING DIRECTION  
 BB ETCHING BAND  
 CC FIELD EVAPORATION DIRECTION  
 DD METAL ATOM  
 EE ACTIVE GAS

(57) Abstract: A method for manufacturing a particle source (100), including: placing a metal wire into a vacuum environment and injecting active gas and catalytic gas therein, adjusting the temperature of the metal wire and applying a positive high voltage  $V$  on the metal wire, dissociating the active gas on the surface of the metal wire, producing an etching band on the side of the head of the metal wire, and then field etching taking place within the etching band; the field etching strengthening the surface electric field of the top end of the head of the metal wire, until it surpasses the field evaporation electric field of the material of the metal wire, and making the metal atoms here evaporate; after the field etching triggers field evaporation, the two mechanisms mutually adjust until the shape of the head of the metal wire becomes composed of a pedestal (120) and a needle tip (110) on the pedestal (120), wherein the field etching takes place on the side, forming the pedestal (120), and field evaporation takes place at the top end, forming the needle tip (110); and, when a metal wire head having a specific shape is acquired, stopping field etching and field evaporation.

(57) 摘要:

[见续页]



WO 2012/174993 A1



---

**本国际公布:**

— 包括国际检索报告(条约第 21 条(3))。

---

一种用于制造粒子源 (100) 的方法, 包括: 将金属丝置于真空环境中并通入活性气体和催化气体, 对金属丝的温度进行调节, 并对金属丝施加正高压  $V$ , 使得金属丝表面的活性气体离解, 在金属丝头部侧面产生刻蚀带, 在该刻蚀带内发生场致刻蚀; 场致刻蚀使得金属丝头部顶端处表面电场增强, 直到大于金属丝材料的场致蒸发电场, 使得此处的金属原子被蒸发出去; 在场致刻蚀触发了场致蒸发之后, 这两种机制相互调节直到金属丝头部形状变成了由底座 (120) 和底座 (120) 上的针尖 (110) 组成, 其中场致刻蚀发生在侧面, 形成了底座 (120), 而场致蒸发发生在顶端, 形成了针尖 (110); 以及当获得具有预定形状的金属丝头部时, 停止场致刻蚀和场致蒸发。

## 粒子源及其制造方法

### 技术领域

本发明涉及粒子源，更具体地涉及用于电子显微镜、聚焦离子束、微焦点X射线管、电子束光刻机、离子束光刻机的粒子源及其制造方法。

### 背景技术

电子显微镜、聚焦离子束、微焦点X射线管、电子束光刻、离子束光刻等成像系统在微纳米检测和制造等各个领域均起到重要作用。

用于产生电子的电子源和产生离子的离子源（统称粒子源，通常是一根金属丝）是这些成像系统的关键部件。粒子源的性能最终决定了成像系统的分辨率、衬度等重要性能。

最常用的电子源是肖特基场发射电子源，其相对于传统的热电子源具有寿命长等优点，但缺点是等效直径大、分辨率低、亮度不高、电子能量均匀性不佳等。目前被认为性能优越的冷场发射电子源优点是等效直径很小，在高电压时亮度比肖特基场发射电子源高得多，但是在低压时亮度急剧恶化，而很多材料特别是生物样品必须在低压模式下检测才能不受损。

气态场发射离子源出现得很早，优点是等效直径小和离子能量分布均匀等，缺点是束流密度不高，而且由于微纳米加工工艺限制了针尖尺寸，离子源的发散角很大，无法应用到聚焦离子束系统上。目前最常用的离子源是液态金属离子源，束流密度很高，但等效直径大，且离子能量分布不均匀。近年来由于金字塔型原子级别针尖的成功研制，气体场发射离子源在聚焦离子束的应用成为了可能，但是其束流密度过低的缺点仍很大限制了其应用，尤其是微纳米制造。

因此，希望获得一种能够提供高束流密度、小束流角、小的等效直径、小的能量分散度的粒子流的粒子源。对于电子源，还希望其发射的电子束具有良好的空间相干性。

### 发明内容

为解决现有技术中的至少一问题而提出本发明。本发明在下文中参考实施例的示例将更详细的描述，但本发明并不局限于所述实施例。

本发明的一个方面提供了一种用于制造粒子源的方法，包括：将金属丝置于真空环境中并通入活性气体和催化气体，对金属丝的温度进行调节，并对金属丝施加正高压  $V$ ，使得金属丝表面的活性气体离解，在金属丝头部侧面产生刻蚀带，在该刻蚀带内发生场致刻蚀；场致刻蚀使得金属丝头部顶端处表面电场增强，直到大于金属丝材料的场致蒸发电场，使得此处的金属原子被蒸发出去；在场致刻蚀触发了场致蒸发之后，场致刻蚀和场致蒸发这两种机制相互调节直到金属丝头部形状变成了由底座和底座上的针尖组成，其中场致刻蚀发生在侧面，形成了底座，而场致蒸发发生在顶端，形成了针尖；以及当获得具有预定形状的金属丝头部时，停止场致刻蚀和场致蒸发。

在优选实施例中，相对于金属丝表面，催化气体的第一电离能小于活性气体的第一电离能。

在优选实施例中，所述正高压  $V$  使金属丝头部顶端处的表面电场大于活性气体的电离电场。

在优选实施例中，所述活性气体的压强低于该活性气体的放电压强，所述催化气体的压强低于该催化气体的放电压强。

在优选实施例中，在场致刻蚀过程中，将所述金属丝的温度控制为能使活性气体分子吸附到金属丝表面。

在优选实施例中，通过场致刻蚀形成粒子源的底座。

在优选实施例中，通过场致蒸发形成粒子源的针尖。

在优选实施例中，快速降低金属丝温度至低于活性气体沸点以减小金属丝表面活性气体的迁移速率，然后切断正高压  $V$  来停止场致刻蚀和场致蒸发。

在优选实施例中，通过停止催化气体导入，来停止场致刻蚀和场致蒸发。

在优选实施例中，通过停止活性气体导入，来停止场致刻蚀和场致蒸发。

在优选实施例中，当获得具有预定最顶层原子数的针尖时，停止场



Pa; 当活性气体为 CO 时, 活性气体的压强范围为  $10^{-6}$  Pa 至  $10^{-1}$  Pa。

在优选实施例中, 在场致刻蚀过程中: 当活性气体为  $O_2$  时, 金属丝温度的范围为 10 K – 200 K; 当活性气体为  $N_2$  时, 金属丝温度的范围为 10 K – 200 K; 当活性气体为 CO 时, 金属丝温度的范围为 10 K – 200 K。

本发明的另一方面提供了一种粒子源, 包括: 底座, 具有平缓的顶部; 和针尖, 形成为底座顶部上的微小突起, 其中所述粒子源的材料是惰性金属。

在优选实施例中, 所述针尖形成在顶部中心上。

在优选实施例中, 所述底座和所述针尖关于中心轴线对称。

在优选实施例中, 底座的曲率半径是微米或亚微米量级。

在优选实施例中, 针尖的曲率半径是纳米量级。

在优选实施例中, 底座的曲率半径与针尖的曲率半径之比大于 3:1。

在优选实施例中, 底座是通过场致刻蚀形成的。

在优选实施例中, 针尖是通过场致蒸发形成的。

在优选实施例中, 粒子源的材料是铯、钡、铷、钇、钼、钨、或金。

在优选实施例中, 针尖具有预定数量的最顶层原子数。

在优选实施例中, 针尖最顶层具有 1 个原子。

在优选实施例中, 所述粒子源是电子源或离子源。

## 附图说明

参考附图并结合以下详细说明, 可以更加清楚本发明的上述和其他优点。附图意在说明而非限制本发明。附图并非按比例绘制, 其形状也是示意性的, 而并非严格对应于实际产品的形状。

图 1 示出了根据本发明实施例的粒子源的结构示意图。

图 2A 示出了根据本发明实施例的粒子源与现有技术的金字塔形粒子源在用作电子源时的比较示意图。

图 2B 示出了根据本发明实施例的粒子源与现有技术的金字塔形粒子源在用作离子源时的比较示意图。

图 3A 示出了根据本发明实施例的粒子源制造装置的示意图。

图 3B 示出了活性气体和催化气体的选择原理示意图。

图 4A~4C 示出了根据本发明实施例的粒子源制造方法。

## 具体实施方式

以下参考附图描述本发明的优选实施方式。应当理解，以下实施方式是示例性而非穷举性的，其仅用于说明本发明的原理，而并非意在限制本发明的范围。

图 1 示出了根据本发明实施例的粒子源 100 的结构示意图，其可用作电子源或离子源。

如图 1 所示，粒子源 100 包括针尖 110 和底座 120。针尖 110 形成底座 120 上的微小突起。针尖 110 顶部的曲率半径为纳米量级，最顶部一层原子数目最少可以只有 1 个。底座 120 的顶部形成平缓的突起，并且优选地关于中心轴线对称。优选地，底座 120 的曲率半径为微米或亚微米量级。优选地，针尖 110 位于底座 120 的正中心。底座 120 的曲率半径远大于针尖 110 的曲率半径。根据本发明的实施例，底座 120 的曲率半径与针尖 110 的曲率半径之比大于 3:1。

粒子源 100 通过在具有大尺寸底座上生成一个微小针尖，可以产生透镜效应，从而获得很小的束流角。根据本发明的实施例，粒子束被约束在极狭小的束流角内，可以显著提高束流密度。

当具有这种结构的粒子源用作电子源时，由于其电流利用率高，空间电荷总量减小，空间库伦斥力减小，因此提高了电子能量均匀性。优选地，当具有这种结构的粒子源用作电子源时，可以使针尖 110 的顶部仅具有 1 个原子，这样的电子束将拥有电子良好相干性。

图 2A 示出了根据本发明实施例的粒子源 100 与现有技术的金字塔形粒子源（美国专利 US7368727B2）在用作电子源时的比较示意图。可以看出，根据本发明实施例的粒子源 100 的束流角远小于现有技术的金字塔形粒子源的束流角，因此其通过引出电极的电流比例远大于后者。

当具有这种结构的粒子源用作离子源时，由于底座具有较大的表面积，可以吸引更多的气体提供给针尖，从而实现大电流。图 2B 示出了根据本发明实施例的粒子源 100 与现有技术的金字塔形粒子源在用作离

子源时的比较示意图。可以看出，在大小相当的情况下，根据本发明实施例的粒子源 100 的底座表面积远大于现有技术的金字塔形粒子源的底座面积，因此能够吸引更多气体以产生更大的离子电流。

粒子源通常需要工作在非常强的电场下。为减小强电场对针尖的不利影响，可以选取具有很强的场蒸发电场的难熔金属材料（熔点高于  $2200^{\circ}\text{C}$ ），例如钨、铌、钽、钼、铯、钪等来制造针尖。但是在实际使用中，这些针尖的寿命和稳定性却仍然会受到一些不利因素的影响。这些影响可以通过电子源和离子源分别讨论。

1. 在将粒子源用作电子源时，对粒子源加负偏压，针尖处的电场强度约为  $5\text{ V/nm}$ 。在此情况下，周围环境中的活性气体分子很容易直接吸附到针尖上，影响场发射的稳定性。特别地，当针尖是单原子针尖（即针尖仅包括一个原子）时，吸附的活性气体分子可能和单原子反应，从而影响其寿命。在真空度约为  $10^{-8}\text{ Pa}$  时，上述难熔金属制成的单原子针尖的寿命约为 100 小时。

2. 在将粒子源用作惰性气体离子源时，对粒子源加正偏压，针尖处的电场大于几十  $\text{V/nm}$ 。在该强电场下，真空中少量存在的活性气体（例如  $\text{N}_2$  和  $\text{O}_2$ ）在接近针尖时会被直接电离，并不会影响针尖。但是它们会吸附到底座侧面，并且在强电场的作用下对底座进行刻蚀，逐渐改变底座形状，最终破坏粒子源。一般来讲，在真空度为  $10^{-8}\text{ Pa}$  的情况下，上述难熔金属制成的粒子源的寿命约为 200 个小时。

3. 作为聚焦离子束技术的一个重要分支，人们希望实现点活性气体离子源。有了点活性气体离子源，可望实现更多新应用，例如利用二次离子质谱 mapping 对样品材料属性实现更精确（精度为约  $1\text{ nm}$ ）的分析和加工。然而，钨、钽、铌、钼、铯、钪这些材料会被活性气体刻蚀，根本无法工作在活性气体氛围下。

本发明的发明人发现，可以采用铌、钨、铯、钪、钼、钽、金等惰性金属制造上述粒子源。由于惰性金属在对于活性气体有高度的抗蚀性，可以实现具有很高稳定性和长寿命的电子源。此外，由于铌、钨、铯、钪等在低温和高强电场环境下对很多活性气体（如  $\text{N}_2$  和  $\text{O}_2$ ）都具有很强的抗腐蚀性，它们也是较为理想的点活性离子源材料。



些惰性金属（例如铱）并不具有直接的刻蚀作用。当利用催化气体，将这些活性气体在惰性金属表面离解为原子或者离子形式后，才可以在强场下对金属进行刻蚀。为便于说明，本文中将活性气体的解离产物也称为“活性气体”。本领域技术人员可以理解，在下文对刻蚀过程过程的描述中，对刻蚀起作用的“活性气体”指的是活性气体离解产物。

催化气体 X 的主要作用是提供高能电子来轰击吸附在表面的活性气体 Y 使其解离（一般解离能在几 eV）。图 3B 示出了活性气体和催化气体的选择原理示意图。应当选择这样的催化气体 X，使其第一电离能应小于活性气体 Y 的第一电离能。由此保证了，在金属丝头部附近，X 的第一电离截面在 Y 第一电离截面的外侧。设催化气体 X 和活性气体 Y 的电离面与金属表面的距离分别为  $dx$  和  $dy$ ，则 X 和 Y 电离后产生电子获得的能量分别为  $eFdx$  和  $eFdy$ （ $e$  是电子电量， $F$  为表面电场近似值）。由于  $dx$  大于  $dy$ ，则  $eFdx$  大于  $eFdy$ ，即由 X 电离产生的电子的能量更高。一般而言， $dx$  越大越好，这样可以保证电子获取足够能量来轰击吸附在表面的活性气体 Y 使其解离，其效果如图 3B 中右图所示。同时，由于 X 的第一电离截面在 Y 的外侧，从而保证了 Y 的解离可以发生在金属丝头部表面更大的范围内。

在选取催化气体 X 时，还应考虑到其沸点。由于场致刻蚀往往发生在低温环境中（10k 至室温范围内），若 X 的沸点较高，则会凝聚在金属丝头部表面，从而影响到活性气体的吸附乃至刻蚀效果。由此，催化气体 X 的沸点应尽可能低。以活性气体  $O_2$ 、 $N_2$ 、 $CO$ 、 $CO_2$ 、 $H_2O$  为例，对应的催化气体可以包括 Xe， $CH_4$ ， $C_2H_4$ ， $C_2H_6$ ， $C_2H_2$  等，这些气体的相关物理参数如表 1 所示。

此外，大多有机气体的使用往往引起碳元素的沉积，污染真空系统。由此，优选地催化气体为 Xe 和  $CH_4$ 。

表 1 示出了不同活性气体的沸点和其电离能。

表 1

气体种类	沸点 K	第一电离能(eV)
O <sub>2</sub>	90.33	13.6
N <sub>2</sub>	77.5	14.6
CO	112	14.1
H <sub>2</sub> O	373	12.6
CO <sub>2</sub>	77.5	14.6

表 2 示出了不同催化气体的沸点和其电离能。

表 2

气体种类	沸点 K	第一电离能(eV)
CH <sub>4</sub>	112	12.6
Xe	165.18	12.13
C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	169.5	11.1
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	184	11.5
C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	189	11.41

下面参考图 4A 说明场致刻蚀的过程。将金属丝制冷并置于活性气体氛围中，并对其施加正高压  $V$ ，从而在金属丝表面形成电场。该电场的强度从下部到头部逐渐递增。通入催化气体，将金属丝表面吸附的活性气体离解为包括活性气体原子或离子的离解产物。

活性气体在金属丝表面的分布与相应位置处的电场强度有关。若电场强度超过气体的电离电场强度 ( $E_1$ )，活性气体在距离金属丝表面一定距离处 (约 0.4 nm) 就会被电离，无法从真空中直接到达金属丝表面。因此，分布在电场强度大于  $E_1$  的区域的活性气体主要来源于场致迁移，即吸附于电场强度较低的金屬絲表面处的活性气体在电场的作用下，沿着金属丝表面从低场强位置向高场强位置移动。因为这些活性气体紧贴 (在 0.4 nm 以内) 金属丝表面分布，因此不会被电离。在这些活性气体往针尖头部迁移的过程中，若金属丝表面的电场超过场致刻蚀的阈值电场  $E_C$ ，就会触发场致刻蚀，使得活性气体不断消耗，因此活性气体在金属丝表面的浓度随着电场的增强 (即从底部朝向尖端的方向) 而逐渐减少，其分布的上限就是可以触发刻蚀的最高位置，其对应于电场强度  $E_{up}$ 。将电场强度为  $E_C$  的位置与该最高位置  $E_{up}$  之间的区域定义为刻蚀带。阈值电场  $E_C$  取决于金属丝材料和活性气体的成分。

场致刻蚀的速度和精度受到金属丝表面吸附的活性气体数量和活性气体沿着金属丝表面的迁移速率的影响。

刻蚀速度随着金属丝表面吸附的活性气体数量而递增。通入的活性气体的浓度越大（即压强越高），金属丝表面吸附的活性气体越多，刻蚀速度越快。此外，温度越低，活性气体越容易吸附在金属丝表面上，但温度的下降会降低活性气体沿金属丝表面的迁移速率，从而降低刻蚀速度。另外，金属丝表面电场越强，越容易吸引活性气体。然而，本领域技术人员可以理解，当刻蚀速度较快时，刻蚀精度可能降低。因此，可以根据实际需要，通过调节通入的活性气体的压强、金属丝的温度和正高压  $V$  的数值，来调节刻蚀的速度和精度。

活性气体沿着金属丝表面的迁移速率越快，刻蚀速度越快。所述迁移速率主要取决于两个因素：（1）电场沿金属丝表面切向的梯度分布：该分布主要取决于金属丝表面的几何形状以及材料属性等因素。（2）活性气体的热运动能：通过调整金属丝温度，可以改变吸附于其表面的活性气体的热运动能大小，从而改变其迁移速率。

金属丝温度越低，活性气体的迁移速率就越低，刻蚀带就越窄，刻蚀可控制的精度就越高，但刻蚀速度就越慢。相反，金属丝温度越高，刻蚀带就越宽，刻蚀精度降低，刻蚀速度也就加快。因此，可以通过控制金属丝的温度控制场致刻蚀过程，以获得所需刻蚀精度和速度。

如图 4A 所示，在开始刻蚀时，选择足够高的正高压  $V$  使得金属丝顶端处电场强度超过气体的电离电场强度 ( $E_I$ ) 以至在此处没有活性气体存在，即刻蚀带距金属丝顶端还有一定距离。根据金属丝头部的曲率半径大小选择合适的正高压，本发明的实施例，正高压  $V$  的范围可以在 3 kV - 100 kV 之间。在刻蚀过程中，活性气体不断刻蚀金属丝侧面，使得刻蚀带的曲率变大，形成顶部平缓的底座，如图 4B 所示。具体地，活性气体与金属表面原子发生结合，从而削弱金属原子和其它相邻金属原子的结合力；在强电场的作用下，活性气体与金属原子的结合物从金属表面被蒸发出来。这个过程称为场致刻蚀。

下面参考图 4B 说明场致蒸发的过程。随着场致刻蚀的进行，金属丝刻蚀带以上的顶端处曲率半径变小，使得顶部电场  $E_{top}$  一直增强，当  $E_{top}$  增强到金属材料本身的场致蒸发电场  $E_P$  以上的时候，会引起顶部金属原子在强电场作用下直接从金属表面被拉出来。这个过程称为场致蒸

发。

随着场致蒸发的逐步进行，金属丝头部逐渐减小，当头部减小到期望形状时，停止场致刻蚀和场致蒸发，以获得具有大底座和小针尖的粒子源，如图 4C 所示。停止场致刻蚀和场致蒸发之后，并将活性气体排除后，通过加另一正高压使得针尖最顶层表面处产生场致蒸发，以此移除针尖上的残余气体，并以此有选择地移除此处的金属原子，最终获得具有预定的最顶层原子数的针尖。

根据本发明的实施例，优选地，在获得所需形状的头部的时，通过快速降低金属丝温度至低于活性气体沸点以减小金属丝表面的活性气体的迁移速率，然后切断正高压来停止场致刻蚀和场致蒸发。此时，尽管空中仍然有催化气体分子并在电离过程中不断地提供电子，由于头部针尖处缺乏活性气体，也无法继续对针尖进行刻蚀。

优选地，在降低金属丝温度和切断正高压之前停止导入活性气体。

优选地，在降低金属丝温度和切断正高压之前停止导入催化气体。

根据本发明的实施例，在恒定正高压下，场致刻蚀和场致蒸发相互调节并始终处于一个动态平衡状态。场致刻蚀导致刻蚀带的曲率半径变大，进而电场变小。此时，头部中心区域的尺寸变小，曲率半径变小，电场增强，引起场致蒸发。场致蒸发使得金属丝头部中心区域的曲率半径变大，从纵向减小中心区域的尺寸。由于中心区域的表面电场一直维持在场致蒸发电场  $E_p$ ，因此，中心区域几何形状的变化使得底部电场和头部电场差变小，这又会导致底座部分的电场变大。需要注意，底座的电场总体趋势是逐步减小的，当底座某个区域的电场减小到小于  $E_C$ ，这个区域的场致刻蚀停止。

可以通过引入成像气体来观察场致刻蚀和蒸发过程。如图 3A 所示，在金属丝正前方放置导电荧光屏。成像气体是惰性气体，如 He、Ne 等。在高压产生的强电场作用下，成像气体分子会被极化而被针尖吸引，当到达针尖头部后被电离后会轰击到荧光屏上，产生亮点，每个亮点对应于一个原子的像，从而可以观察金属丝头部的状态。根据本发明的实施例，在金属丝与导电荧光屏之前放置微通道板 MCP，以辅助成像。

通过观察金属丝头部状态，可以在获得所需粒子源形状时停止场致

刻蚀和场致蒸发，从而精确地控制粒子源形状。根据本发明的实施例，停止场致刻蚀和场致蒸发之后，可以只通过场致蒸发精确地控制针尖最顶层的原子数量。特别地，可以获得最顶层仅具有一个原子的针尖，其作为电子源具有良好的相干性。然而，本领域技术人员可以理解，该观察步骤不是必须的。在通过实验确定工艺参数后，可以省略该观察步骤。

根据本发明的实施例，可以精确地控制针尖和底部的曲率半径 ( $R_{\text{Tip}}$  和  $R_{\text{Base}}$ )。如前所述，在刻蚀过程中，正高压  $V$  维持在一个恒定值。一旦场致刻蚀触发了场致蒸发，就同时实现了场致蒸发和场致刻蚀的相互调节过程。此时，通过同步观察监控针尖变化，当获得具有预定形状的粒子源时，停止场致刻蚀和场致蒸发，可以精确控制针尖曲率半径  $R_{\text{Tip}}$  到原子级别。

一旦场致蒸发开始，针尖最顶层电场  $E_{\text{top}}$  一直维持在金属丝材料的场致蒸发电场  $E_p$ ， $E_p$  是一个取决于材料和晶面的常数。为了方便说明，这里引入一个在场离子和场发射显微镜领域中普遍使用的参量——场增强因子  $\beta$ ，其定义为：

$$E_{\text{top}}=E_p=V/\beta, \text{ 即 } \beta=V/E_p \quad (1)$$

$\beta$  取决于针尖到荧光屏距离  $d$ ，底座和针尖的曲率半径 ( $R_{\text{Tip}}$  和  $R_{\text{Base}}$ )，可表示为如下函数：

$$\beta = \beta(d, R_{\text{Base}}, R_{\text{Tip}})。 \quad (2)$$

在制作过程中，场致刻蚀和场致蒸发发生的区域大小仅为微米量级，远小于通常场离子显微镜中  $d$  的设置（厘米量级），因此  $d$  可看做常数，可以从公式 (2) 的变量中略去。此外由于  $R_{\text{Tip}}$  远小于  $R_{\text{Base}}$ ，(2) 式可以写作为

$$\beta = \beta_1(R_{\text{Base}})\beta_2(R_{\text{Tip}})。 \quad (3)$$

其中  $\beta_1(R_{\text{Base}})$  和  $\beta_2(R_{\text{Tip}})$  为底座和针尖各自的场增强因子，取决于各自的曲率半径。

结合公式 (1) 和 (3)，我们知道

$$\beta_1(R_{\text{Base}}) = \frac{V}{E_p \times \beta_2(R_{\text{Tip}})}。 \quad (4)$$

如 1 中所述，可以精确控制  $R_{\text{Tip}}$  即  $\beta_2(R_{\text{Tip}})$ ，而  $E_p$  取决于材料本身，

因此,  $\beta_1(R_{\text{Base}})$  即  $R_{\text{Base}}$  可以通过调节  $V$  的数值来精确控制。

本发明提供的方法也可以应用于其它类型的金属丝的刻蚀, 例如难熔金属钨、钽、铌、钼、钨等。

可以针对不同金属选择适当的活性气体和催化气体。例如, 氮气对铂的刻蚀效果远好于氧气, 因此可以通过氮气来实现对铂的刻蚀。

对于任意材料, 控制正高压使金属丝头部顶端处表面电场大于活性气体的电离电场; 控制活性气体的压强低于该活性气体的放电压强, 控制催化气体的压强低于该催化气体的放电压强; 并且控制金属丝的制冷温度使得活性气体分子能够吸附到金属丝表面。优选地, 在场致刻蚀和场致蒸发开始后, 保持正高压  $V$  为恒定值。

例如, 当活性气体为  $\text{O}_2$  时, 可以控制气体的压强范围为  $10^{-6}$  Pa 至  $10^{-1}$  Pa。当活性气体为  $\text{N}_2$  时, 可以控制气体的压强范围为  $10^{-6}$  Pa 至  $10^{-2}$  Pa。当活性气体为  $\text{CO}$  时, 可以控制气体的压强范围为  $10^{-6}$  Pa 至  $10^{-1}$  Pa。

例如, 当活性气体为  $\text{O}_2$  时, 可以控制金属丝温度的范围为 10 K – 200 K。当活性气体为  $\text{N}_2$  时, 可以控制金属丝温度的范围为 10 K – 200 K。当活性气体为  $\text{CO}$  时, 可以控制金属丝温度的范围为 10 K – 200 K。

正高压的取值范围可以是 3 kV – 100 kV。

本领域技术人员可以理解, 以上数值范围仅是优选示例, 其意在帮助理解本发明的原理和过程, 而并不意味着不能以该范围以外的参数实现本发明。

根据本发明的方法可以制造用于电子显微镜的电子源、离子显微镜的离子源、电子束光刻机的电子源、离子束光刻机的离子源和用于微焦点X射线管的电子源, 也可以用于制造用于其他用途的粒子源。根据本发明的方法可以精确地控制粒子源的针尖原子数, 并最少使其原子数为 1。

根据本发明的方法, 能够获得一种能够提供高束流密度、小束流角、小的等效直径、小的能量分散度的粒子流的粒子源。根据本发明获得的电子源发射的电子束具有良好的空间相干性。

以上参考具体实施例描述了本发明的原理。本领域技术人员可以理解, 以上列举的各个细节仅用于说明而非限制本发明。以上方法所包括

的步骤可以以不同的顺序执行，只要其能够实现本发明的目的。本发明的保护范围由所附权利要求及其等同物限定。

## 权 利 要 求 书

1、一种用于制造粒子源的方法，包括：

将金属丝置于真空环境中并通入活性气体和催化气体，对金属丝的温度进行调节，并对金属丝施加正高压  $V$ ，使得金属丝表面的活性气体离解，在金属丝头部侧面产生刻蚀带，在该刻蚀带内发生场致刻蚀；

场致刻蚀使得金属丝头部顶端处表面电场增强，直到大于金属丝材料的场致蒸发电场，使得此处的金属原子被蒸发出去；

在场致刻蚀触发了场致蒸发之后，场致刻蚀和场致蒸发这两种机制相互调节直到金属丝头部形状变成了由底座和底座上的针尖组成，其中场致刻蚀发生在侧面，形成了底座，而场致蒸发发生在顶端，形成了针尖；以及

当获得具有预定形状的金属丝头部时，停止场致刻蚀和场致蒸发。

2、根据权利要求 1 所述的方法，其中：

相对于金属丝表面，催化气体的第一电离能小于活性气体的第一电离能。

3、根据权利要求 1 所述的方法，其中：

所述正高压  $V$  使金属丝头部顶端处的表面电场大于活性气体的电离电场。

4、根据权利要求 1 所述的方法，其中：

所述活性气体的压强低于该活性气体的放电压强，所述催化气体的压强低于该催化气体的放电压强。

5、根据权利要求 1 所述的方法，其中：

在场致刻蚀过程中，将所述金属丝的温度控制为能使活性气体分子吸附到金属丝表面。

6、根据权利要求 1 所述的方法，其中：

通过场致刻蚀形成粒子源的底座。

7、根据权利要求 1 所述的方法，其中：

通过场致蒸发形成粒子源的针尖。

8、根据权利要求 1 所述的方法，还包括：

快速降低金属丝温度至低于活性气体沸点以减小金属丝表面活性气体的迁移速率，然后切断正高压  $V$  来停止场致刻蚀和场致蒸发。

9、根据权利要求 8 所述的方法，还包括：

通过停止催化气体导入，来停止场致刻蚀和场致蒸发。

10、根据权利要求 8 所述的方法，还包括：

通过停止活性气体导入，来停止场致刻蚀和场致蒸发。

11、根据权利要求 1 所述的方法，其中：

当获得具有预定最顶层原子数的针尖时，停止场致刻蚀和场致蒸发。

12、根据权利要求 1 所述的方法，还包括：

停止场致刻蚀和场致蒸发并排除活性气体和催化气体之后，通过加另一正高压使得针尖最顶层表面处产生场致蒸发，以移除针尖上附着的非金属原子或分子，并有选择地移除此处的金属原子，最终获得具有预定的最顶层原子数的针尖。

13、根据权利要求 11 或 12 所述的方法，其中：

针尖最顶层原子数最少为 1。

14、根据权利要求 1 所述的方法，还包括：

在正对金属丝头部并且垂直于金属丝轴线的位置放置导电荧光屏，并引入成像气体，以观察金属丝的头部状态。

15、根据权利要求 14 所述的方法，还包括：

在金属丝与导电荧光屏前放置微通道板 MCP 以辅助成像。

16、根据权利要求 1 所述的方法，其中：

粒子源是电子源或离子源。

17、根据权利要求 1 所述的方法，其中：

当场致刻蚀和场致蒸发同时进行并相互调节时，正高压  $V$  为恒定正高压。

18、根据权利要求 1 所述的方法，其中：

所述底座和针尖具有轴对称形状。

19、根据权利要求 1 所述的方法，其中：

金属丝被预加工为具有逐渐变细的头部。

20、根据权利要求1所述的方法，其中：

通过调节活性气体的压强、金属丝的温度、正高压  $V$  的数值中的一个或多个量来控制场致刻蚀的精度和速度。

21、根据权利要求1所述的方法，其中：

通过控制针尖的曲率半径和正高压  $V$  的数值来控制底座曲率半径的大小。

22、根据权利要求1所述的方法，其中：

活性气体是  $O_2$ 、 $N_2$ 、 $CO$ 、 $CO_2$ 、其它含有氧元素或者氮元素的活性气体中的任意一种或其组合。

23、根据权利要求1所述的方法，其中：

催化气体是  $Xe$ ， $CH_4$ ， $C_2H_4$ ， $C_2H_6$ ， $C_2H_2$  中的任意一种或其组合。

24、根据权利要求1所述的方法，其中：

金属丝是熔点在  $2200^\circ C$  以上的难熔金属，或具有高度化学不活性的惰性金属。

25、根据权利要求1所述的方法，其中所述金属丝是钨、钽、铌、钼、铈、钐、钆、铽、镱、铟、铊、铋、或金。

26、根据权利要求20所述的方法，其中：

正高压的取值范围是  $3\text{ kV} - 100\text{ kV}$ 。

27、根据权利要求22所述的方法，其中：

当活性气体为  $O_2$  时，活性气体的压强范围为  $10^{-6}\text{ Pa}$  至  $10^{-1}\text{ Pa}$ ；

当活性气体为  $N_2$  时，活性气体的压强范围为  $10^{-6}\text{ Pa}$  至  $10^{-2}\text{ Pa}$ ；

当活性气体为  $CO$  时，活性气体的压强范围为  $10^{-6}\text{ Pa}$  至  $10^{-1}\text{ Pa}$ 。

28、根据权利要求22所述的方法，其中，在场致刻蚀过程中：

当活性气体为  $O_2$  时，金属丝温度的范围为  $10\text{ K} - 200\text{ K}$ ；

当活性气体为  $N_2$  时，金属丝温度的范围为  $10\text{ K} - 200\text{ K}$ ；

当活性气体为  $CO$  时，金属丝温度的范围为  $10\text{ K} - 200\text{ K}$ 。

29、一种粒子源，包括：

底座，具有平缓的顶部；和

针尖，形成为底座顶部上的微小突起，

其中所述粒子源的材料是惰性金属。

30、根据权利要求 29 所述的粒子源，其中所述针尖形成在顶部中心上。

31、根据权利要求 29 所述的粒子源，其中所述底座和所述针尖关于中心轴线对称。

32、根据权利要求 29 所述的粒子源，其中：  
底座的曲率半径是微米或亚微米量级。

33、根据权利要求 29 所述的粒子源，其中：  
针尖的曲率半径是纳米量级。

34、根据权利要求 29 所述的粒子源，其中：  
底座的曲率半径与针尖的曲率半径之比大于 3:1。

35、根据权利要求 29 所述的粒子源，其中：  
底座是通过场致刻蚀形成的。

36、根据权利要求 29 所述的粒子源，其中：  
针尖是通过场致蒸发形成的。

37、根据权利要求 29 所述的粒子源，其中：  
粒子源的材料是铌、钽、铯、钨、钼、钨、钨、或金。

38、根据权利要求 29 所述的粒子源，其中：  
针尖具有预定数量的最顶层原子数。

39、根据权利要求 29 所述的粒子源，其中针尖最顶层具有 1 个原子。

40、根据权利要求 39 所述的粒子源，其中所述粒子源是电子源或离子源。

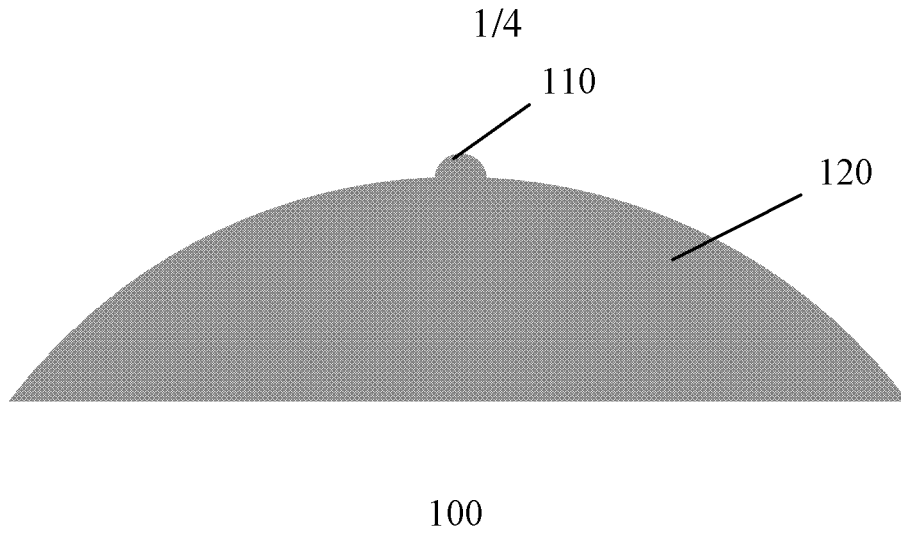


图 1

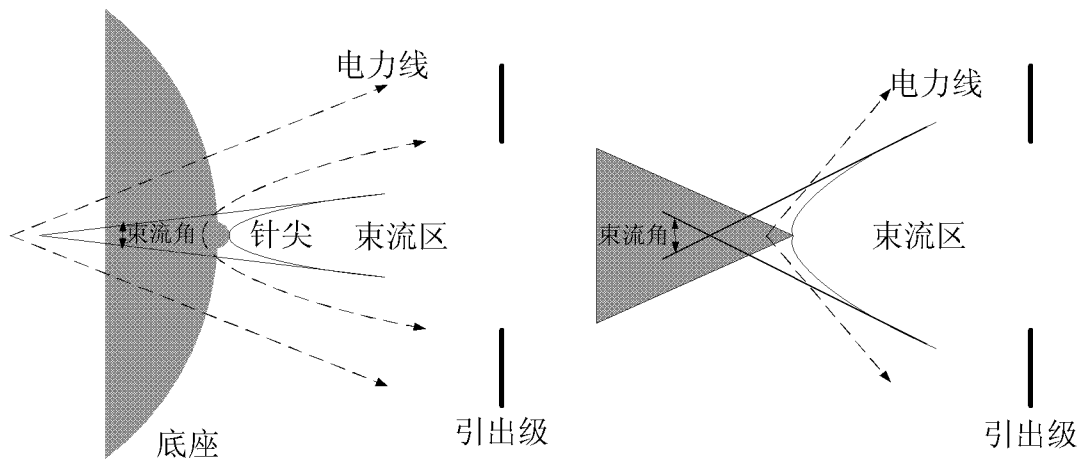


图 2A

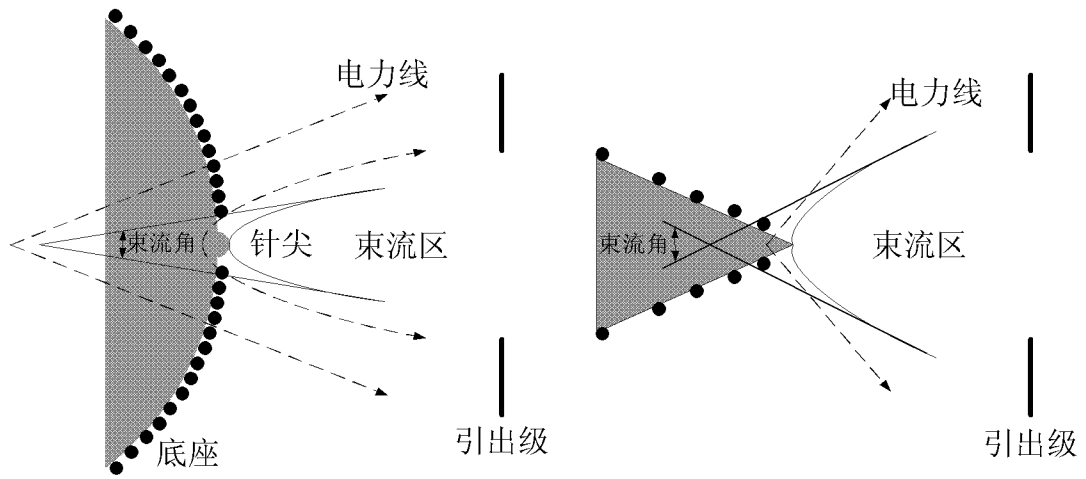


图 2B

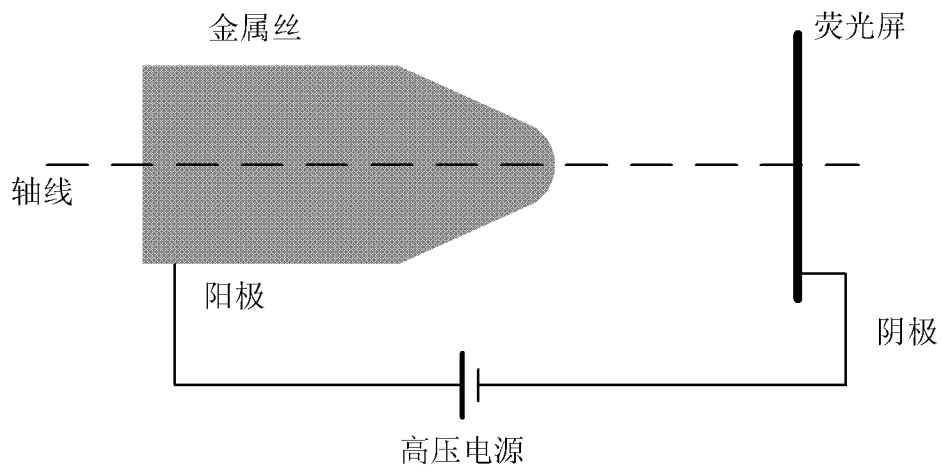


图 3A

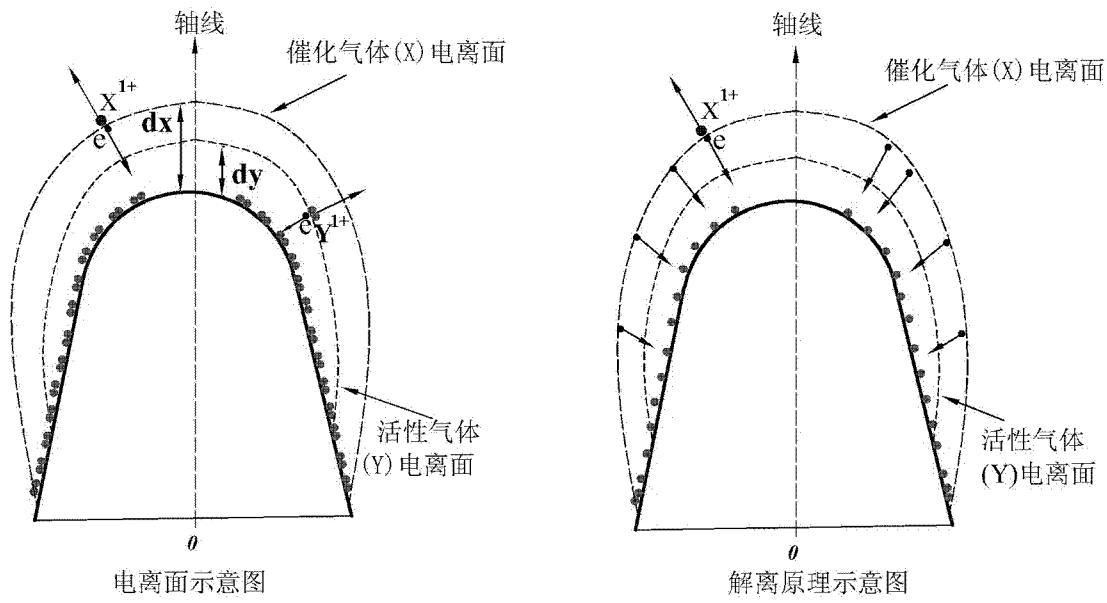


图 3B

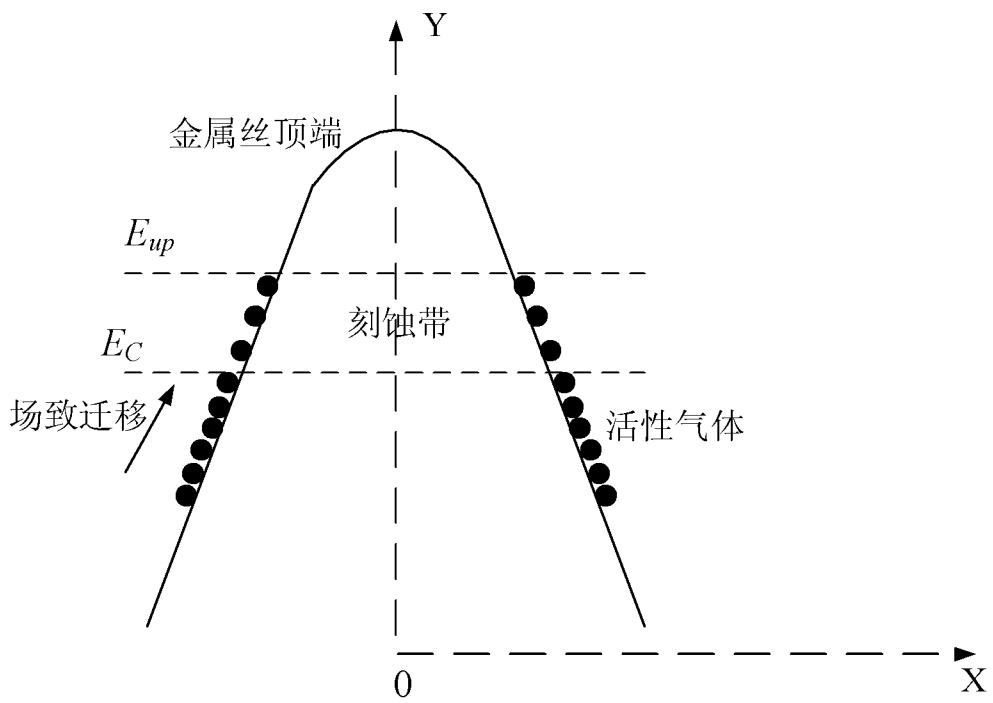


图 4A

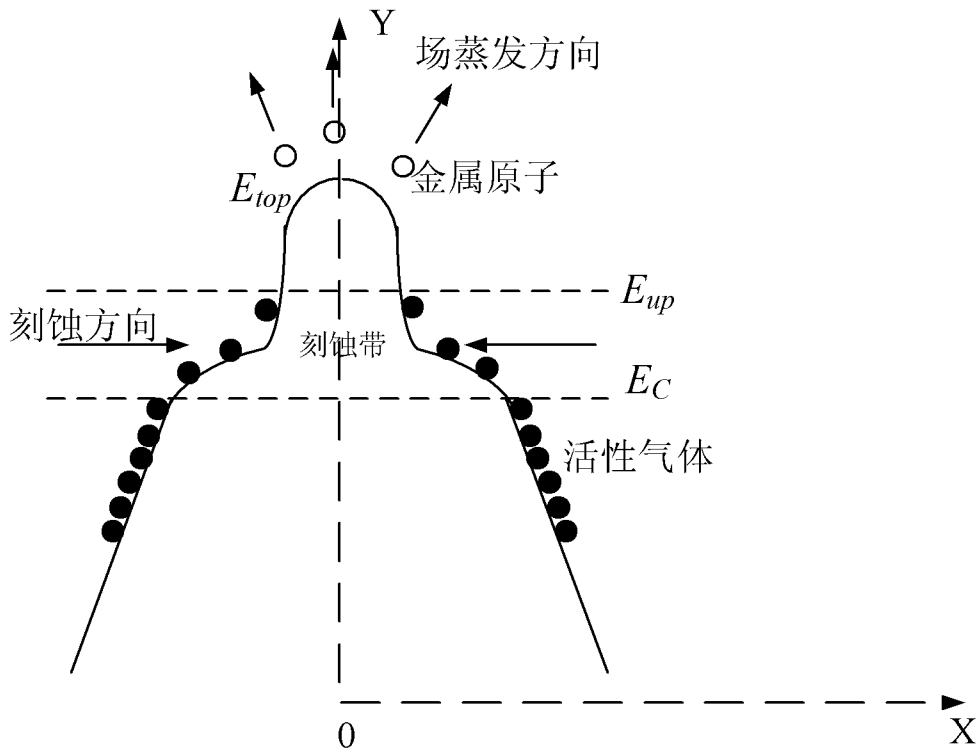


图 4B

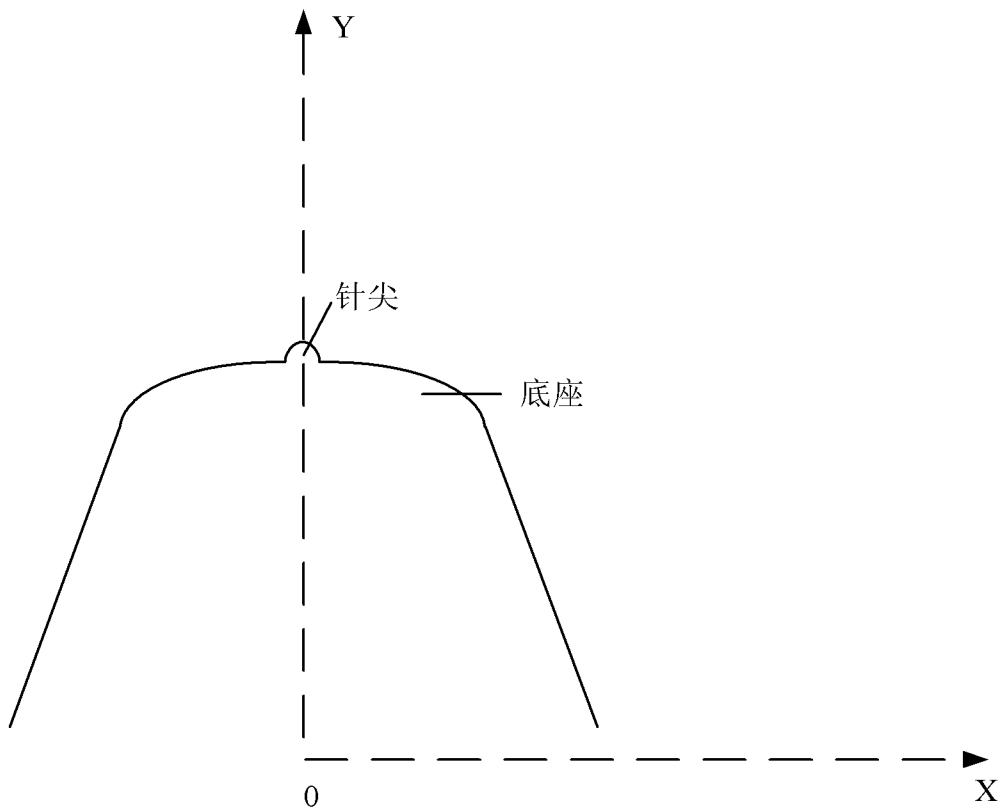


图 4C

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

**PCT/CN2012/076827**

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01J 37/04 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC: H01J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNKI, CNPAT, WPI, EPODOC: protuberance, particle, electron, ion, source, emit+, etch, field, evaporate+, substrat+, project, tip

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	CN 101506927 A (SHIMADZU CORP. et al.), 12 August 2009 (12.08.2009), description, page 10, line 19 to page 14, line 7, and figures 5A-5B	29-40
A	CN 101506927 A (SHIMADZU CORP. et al.), 12 August 2009 (12.08.2009), the whole document	1-28
A	CN 101361154 A (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.), 04 February 2009 (04.02.2009), the whole document	1-40

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>“&amp;” document member of the same patent family</p>
---	---

Date of the actual completion of the international search  
10 September 2012 (10.09.2012)

Date of mailing of the international search report  
**27 September 2012 (27.09.2012)**

Name and mailing address of the ISA/CN:  
State Intellectual Property Office of the P. R. China  
No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao  
Haidian District, Beijing 100088, China  
Facsimile No.: (86-10) 62019451

Authorized officer  
**ZHAO, Ying**  
Telephone No.: (86-10) **62412108**

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
Information on patent family members

International application No.

**PCT/CN2012/076827**

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
CN 101506927 A	12.08.2009	WO 2008001030 A1	03.01.2008
		GB 2453302 A	01.04.2009
		JP 2009541966 A	26.11.2009
		US 2010127170 A1	27.05.2010
		GB 2483182 A	29.02.2012
		CN 102361002 A	22.02.2012
		GB 2453302 B	18.04.2012
		GB 2483182 B	18.04.2012
		CN 101506927 B	13.06.2012
		CN 101361154 A	04.02.2009
	JP 2008210775 A	11.09.2008	
	EP 2065915 A1	03.06.2009	
	US 2009160307 A1	25.06.2009	
	CN 101361154 B	13.10.2010	



国际检索报告  
关于同族专利的信息

国际申请号  
**PCT/CN2012/076827**

检索报告中引用的 专利文件	公布日期	同族专利	公布日期
CN 101506927 A	12.08.2009	WO 2008001030 A1	03.01.2008
		GB 2453302 A	01.04.2009
		JP 2009541966 A	26.11.2009
		US 2010127170 A1	27.05.2010
		GB 2483182 A	29.02.2012
		CN 102361002 A	22.02.2012
		GB 2453302 B	18.04.2012
		GB 2483182 B	18.04.2012
		CN 101506927 B	13.06.2012
		CN 101361154 A	04.02.2009
JP 2008210775 A	11.09.2008		
EP 2065915 A1	03.06.2009		
US 2009160307 A1	25.06.2009		
CN 101361154 B	13.10.2010		