

离子轰击减薄装置及其应用

陈希成 杨大宇

(中国科学院物理研究所)

对材料作显微观察分析时,需要对材料表面腐蚀或将材料减薄.因为腐蚀之后所显示的腐蚀图象,在一定程度上反应材料的组织和结构.在用透射电子显微镜观察材料内部组织和结构时,需要将材料减薄,制成数千埃至数万埃厚度的薄样品.近年来常用离子轰击方法腐蚀或减薄样品,离子轰击减薄方法能减薄其它方

法难以减薄的材料,如多相材料、硬的脆的材料、烧结多孔材料,以及橡胶、高分子、生物等.离子轰击方法也可用于制备电子显微镜复型、投影^[1]和高分辨电子显微术^[2].

我们参考了霍耶尔(Heuer)等人的工作^[3],制作了一台冷阴极辉光放电型离子轰击装置,进行了一些离子腐蚀和离子减薄的实验.图1(a)是这个装置的外形,图的中部是样品室,样品室的两端是两个冷阴极辉光放电型离子源.图1(b)是这个装置的结构示意图.这个装置主要是由离子枪、样品室、真空系统、氦气源和直流高压电源几个部分组成.使用时,先将样品室抽气,使真空度达到 10^{-5} 托,然后通氦气,用气流微调阀控制氦气流量,使样品室真空度保持在 10^{-3} — 10^{-4} 托.氦气是由离子枪的枪筒和绝缘管之间的缝隙引入,经过阴极片和绝缘管顶端之间的缝隙,然后从阴极片上的小孔进入样品室.将直流高压的正极接离子枪阳极,直流高压负极接离子枪阴极和地.当电压加到阳极和阴极上,氦气原子在阳极和阴极之间的电场中被离化成氦离子,氦离子被阳极排斥并被阴极吸引,从阴极孔射出,打向接地的样品.样品室两端的两个离子枪同时轰击样品的上下两个表面,这样以提高减薄效率,并防止轰击溅射物对另一表面的污染.

入射离子的能量必需大于靶材表层原子的束缚能,才能将表层原子打出表面而溅射出来.例如对于大多数金属来说,要把它们的表层原子打出来,那么垂直入射的离子的能量至少应大于10电子伏特.但是并不是入射离子的能量越大,从靶材溅射出来的原子越多.例如入射离子能量大于10千电子伏特时,从靶材溅射

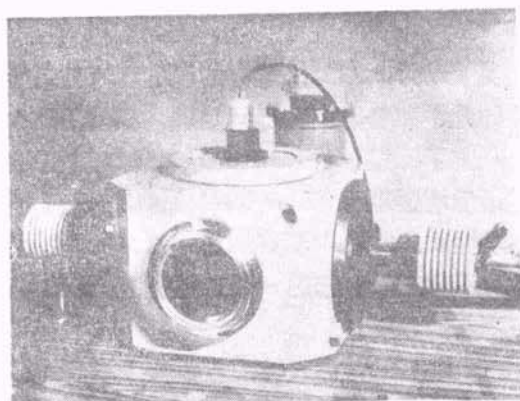


图1(a) 离子轰击减薄装置

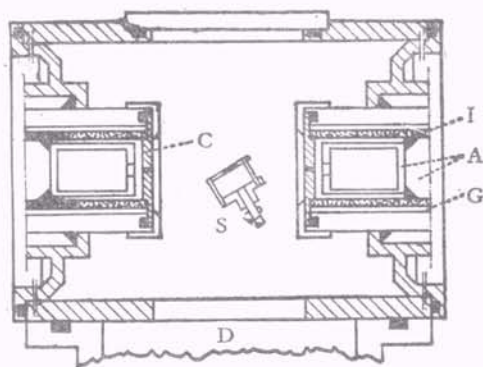


图1(b) 离子轰击减薄装置结构示意图

I——绝缘管; A——阳极; G——氦气通道;
C——阴极; S——样品架; D——扩散泵口

出来的原子数目反而减少。这是因为入射离子能量过大,它就打入到靶材的内部,并在靶材内部造成点缺陷,如填隙原子、空位,或成为注入离子。

有些元素的原子容易被离子打出来,有些则否,靶材溅射量随构成靶材的元素不同而不同,具有周期性特点。

离子轰击时从靶材溅射出的原子数,同离子的入射角有关^[1]。离子垂直入射时,溅射出的原子数目不多,此后随着入射角的增大,溅射量增大,入射角为 70° 左右时,溅射量较大,但是入射角大于 80° ,溅射量又小了。这是因为离子垂直入射时,有的入射离子深入被轰击靶材的内部,传给靶材表层原子的能量少,故靶材溅射量小;而入射角大于 80° 时,有些入射离子仅仅掠过靶材表面,有些离子可能没有打在靶材上,所以靶材溅射量也小。离子垂直入射时,容易在多晶材料、多相材料或多孔材料的表层上,造成不均匀溅射。因此离子垂直入射往往用来作短时间,例如数分钟的腐蚀,以显示材料的表面结构。离子入射角为 70° 左右时,离子进入靶材的深度约10埃左右,这对样品损伤不大。减薄样品时,往往用 70° 左右的人射角。入射角大于 80° 时,虽然靶材溅射量小,减薄效率低,但是这时有较好的抛光效果,有时制备某些材料的透射电子显微镜样品时,需用 80° 以上的人射角,才能避免腐蚀效应,而能较均匀地显示这种材料的内部组织^[4]。我们用氩离子轰击过金刚石、砷化镓、铌三锡、钢、陨石和高分子材料,其结果都表明离子入射角大,抛光效果好,表面光洁度高;入射角小,腐蚀效果较重。所以减薄样品时,可先用 70° 入射角作离子研磨减薄,然后再用 80° 入射角作抛光减薄。

离子轰击减薄装置中,离子枪是重要的部件,它由枪筒、绝缘管、阳极杆、阴极片和真空密封圈等部件组成。图2是离子枪结构图。我们的装置中,阳极杆(17)用不锈钢车成纺锤形,杆上有两层真空密封圈,以保证密封性能,而且阳极杆在绝缘管(9)中有两个支撑点,水平方向移动调节阳极杆时比较稳定。阳极帽(6)可从阳

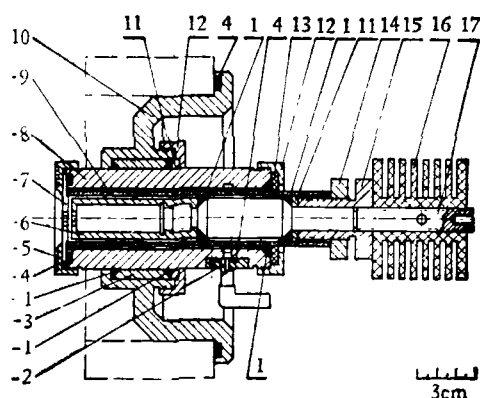


图2 冷阴极辉光放电离子枪结构图

- 1—三角密封圈; 2—氩气接咀; 3—密封衬套; 4—方形密封圈; 5—阴极固定螺母;
- 6—阳极帽; 7—阴极片; 8—可调枪筒;
- 9—水晶绝缘密封管; 10—法兰盘; 11—金属垫片; 12—固定螺母; 13—绝缘垫圈;
- 14—定位螺母; 15—定位螺杆; 16—绝缘子; 17—阳极杆

极杆上卸下,以便清洗。真空密封圈用截面为三角形的密封圈,用4—5毫米厚的真空橡皮,在车床上车制而成,使用三角形截面密封圈时拆卸也较方便。阴极片(7)的材料,我们用不锈钢和钨。阳极和阴极上有孔,阳极孔大,阴极孔小,直径比是4:1,使用过程中,阴极孔会逐渐扩大,当阳极孔同阴极孔直径比达到4:2.5时,这种离子枪工作就不稳定,需要更换阴极片^[1]。我们使用钨片做阴极,寿命较长,如在阴极孔部位适当加大厚度,阴极片使用寿命可更长些。钨片的缺点是加工困难。文献[4]中介绍的另一种类型的冷阴极离子源,即使阴极孔变大而仍能继续工作。绝缘管(9),我们用水晶管和氧化铝管,所用的氧化铝管要求致密、绝缘性能好,否则使用一段时间后,在氧化铝管壁上出现凹坑,造成漏电或漏气。因为水晶管壁透明,如果离子枪内工作不正常,发生漏电放电,那么可从水晶管在枪筒外的那一端见到闪光。阳极杆和阴极片上的孔,可作成单孔的,也可作成多孔的。多孔极产生的离子束的直径比单孔的大,可用来作较大面积的减薄抛光。阳极孔同阴极孔要求同心对中良好,单孔极容易对中,多孔极对中较困难。阳极同阴极片相距2毫米左右。阴极孔的大小同扩散泵的抽速有

关。我们用过单孔极，也用过十三孔极。用单孔极时，阴极孔直径为1毫米，阳极孔直径为4毫米。用多孔极时，阴极孔直径为0.5毫米，阳极孔直径为1.5毫米。绝缘管(9)要清洁，阳极帽(6)也应该清洁，往往在使用一段时间后就脏了，必须拆下清洗干净，否则离子枪工作不稳定。氩离子束流大小随加速电压和氩气流量的增加而增大。图3是我们四号单孔离子枪的加速电压同离子束流的关系，图中曲线1的氩气压为 3×10^{-3} 托，曲线2的氩气压为 2×10^{-3} 托。高压直流电源一般可用10千伏、10毫安电源，电源输出端应串联一个大的镇流电阻，以防止离子枪内不正常放电时影响电源输出，使枪无法工作。

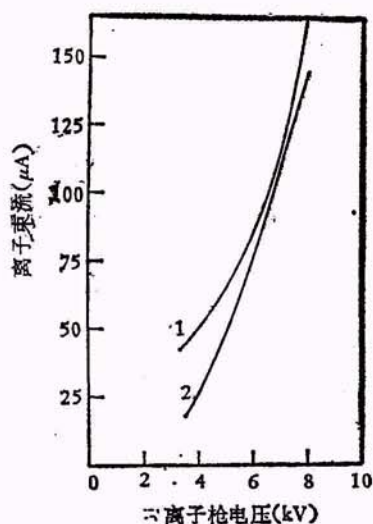


图3 离子束流同电压以及氩气流量的关系。曲线1的氩气流量大于曲线2

样品室中样品支架等零件可用不锈钢和钽制作，因为这些材料受离子轰击时溅射量不大。我们用钽、钼作的样品支架、挡片、盖帽等零件，比铜做的经用得更多，铜在离子轰击下，溅射得很厉害，污染了样品室。

用离子轰击减薄样品时，为避免样品受到离子轰击损伤和温升过高，因此加速电压不宜超过6千伏，离子束流密度不宜大于200微安/厘米² [5]。离子轰击样品时，样品温升可达120℃，装置水冷样品台后，样品温升可降至28℃ [6]。离子减薄的速率随减薄材料、加速电

压、离子束流而异，一般每小时减薄2微米左右。由于减薄速率低，所以需在离子减薄前，先用机械研磨抛光等方法制备出几十微米厚的样品，然后再用离子轰击法减薄。离子减薄前，样品的光洁度要好，如果光洁度不好，那么离子减薄后的光洁度也不好。离子轰击减薄时，样品应以每分钟十余转的转速转动，以避免在样品上形成离子轰击结构。要用两个离子枪同时轰击样品的上下两面，以消除机械研磨抛光时，在样品上造成的形变损伤；提高减薄效率；并避免溅射物沉积在样品的另一个表面。如果只轰击样品的一个表面，有时样品容易开裂。样品可用钼片夹在样品架上，我们也用过10%聚乙烯醇水溶液将样品粘在样品架上。

我们用离子轰击法腐蚀和减薄了一些样品，如金刚石、陨石、塑料以及牙齿等，这些样品用其它方法很难腐蚀和减薄。图4是离子腐蚀的合成金刚石的扫描电子显微镜照片，照片的上半部分是合成金刚石时所使用的触媒镍的区

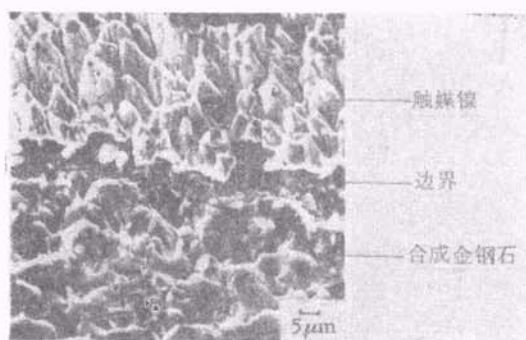


图4 合成金刚石离子腐蚀的扫描电子显微镜照片。照片中上半部分是触媒镍的区域，下半部分是合成金刚石区域

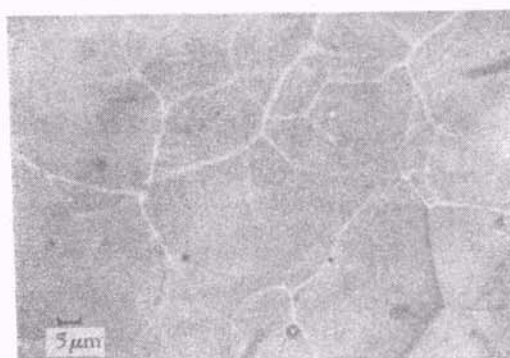


图5 氟塑料离子腐蚀的光学显微镜照片

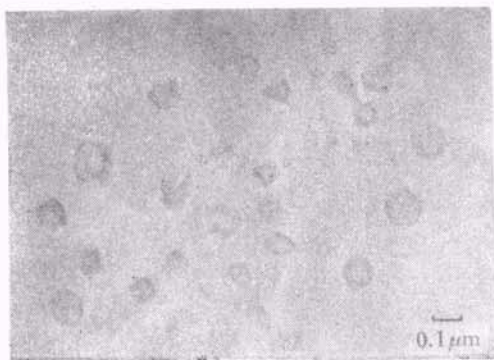


图6 陨石的透射电子显微镜照片

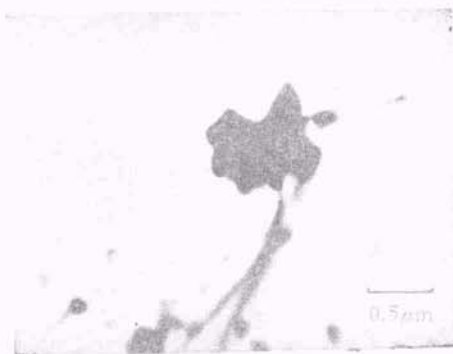


图7 陨石的透射电子显微镜照片

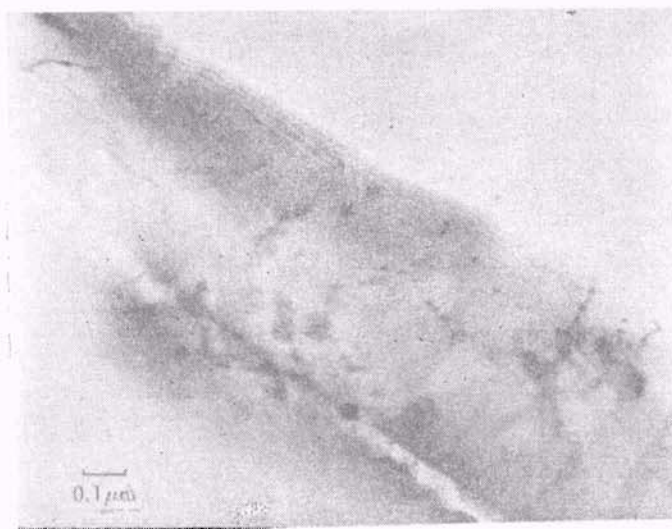


图8 高压合成金刚石透射电子显微镜照片

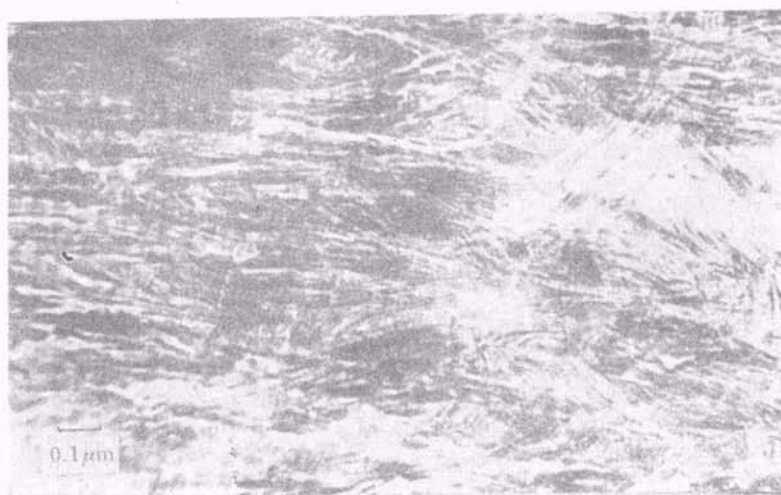


图9 人牙齿的透射电子显微镜照片

(下转第 284 页)