

制备透射电子显微镜金属薄膜样品的自动控制装置

周 邦 新

一、前 言

Heidenreich^[1]于1949年首先用 $\phi 3 \times 0.12$ 毫米的铝片做成薄膜,并用透射电子显微镜进行了观察.由于当时对电子衍射成象认识不清,用透射电镜研究金属薄膜的工作停顿了一段时期,直到五十年代后期才蓬勃开展.当时大多采用窗法制备金属薄膜,为了解决样品在电解抛光减薄时面积迅速缩小的问题,在样品四周涂一层清漆进行绝缘,或采用一对尖阴极,使样品表面的电流密度分布有利于中心的减薄.这种方法需要面积较大的样品(1—2厘米²),抛光后割下的薄膜也要用两片铜网夹持才能进行观察^[2].为了克服这些缺点,Strutt^[3]用一束电解抛光液喷射到样品表面,在0.4毫米厚的样品上先抛光出一个碟形凹面,然后再继续电解抛光,从碟形凹面穿孔处取样. Blankenburgs等^[4]改进了上述方法,先从样品上取出 $\phi 3 \times 0.5$ 毫米的圆片,用镊子夹着进行喷射电解抛光,先后将圆片两面都抛成碟形,然后再用通常的方法进行电解抛光,直到样品穿孔.这样的样品不再需要铜网夹持. Hugo等^[5]直接用双喷射电解抛光,将 $\phi 3$ 毫米的样品抛光至穿孔. Dewey^[6]和 Bries^[7]还用聚四氟乙烯制成了专用夹头(文献中常称作teflon或P. T. F. E夹头),将 $\phi 3$ 毫米圆片的四周覆盖住.为了获得尽量大的面积供透射电镜观察,必需在刚发生穿孔的瞬间切断抛光电源,这样在孔的四周才可能保留一圈足够薄的区域.早期的办法是从样品的一面照明,在另一面用肉眼或望远镜观察,并尽量减慢抛光减薄的速度.在用样品夹头抛光时,阳极上产生的气泡常粘附在样品表面,造成过早

地穿孔.为解决这个问题,有的用超声搅动电解液^[6],有的转动样品夹头^[8],而比较满意的办法是将双喷射电解抛光和样品夹头联合使用^[9]. $\phi 3$ 毫米样品装入夹头后,浸在电解液中,同时对着样品喷射两束电解液,这样既可带走样品表面的气泡,又可加快减薄速度.如果再加上光电信号转换,在刚穿孔时自动切断抛光电源^[10],就构成了完善的制备透射电子显微镜金属薄膜样品的自动控制装置.如用激光照明,还可在未发生穿孔前就切断抛光电源,得到更理想的样品^[11].这为在低温条件下制备样品^[12],及制备有放射性的样品^[13]带来了许多方便.

由于透射电镜已成为研究材料中各种问题的一种常规手段,因此,建立一种操作方便,制作迅速的薄膜制样装置就很必要了.

二、装置的结构

本装置由电控部分a和电解抛光部分b组成(图1),后者又由遮光的玻璃容器1和托盘2构成.托盘的结构如图2,上面装有由直流电机带动的塑料离心泵3,迫使电解液循环,通过一对 $\phi 1$ 毫米孔的喷嘴喷射到样品表面.样品夹头6是参照文献[10]中的尺寸,用不透光的硬

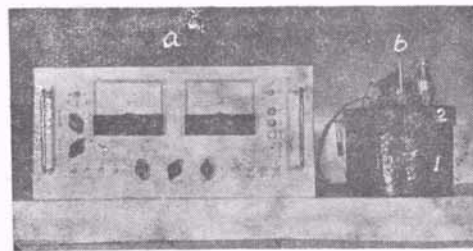


图1 装置的外形
a——电控部分; b——电解抛光容器;
1——遮光玻璃容器; 2——托盘

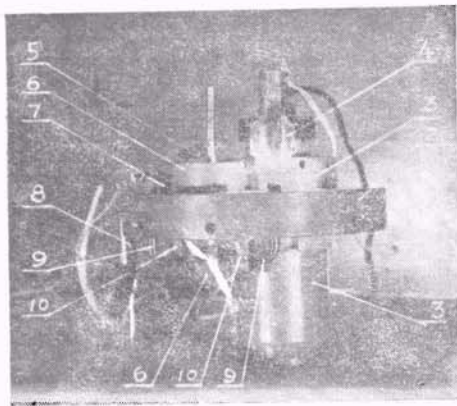


图2 托盘的结构

- 3——离心泵； 4——照明灯； 5——抛光电源正极；
6——样品夹头； 7——光电池； 8——抛光电源负极；
9——石英光导棒； 10——喷嘴

聚氯乙烯制成。用不锈钢棒及 $\phi 0.3$ 毫米的铂丝与 $\phi 3$ 毫米的样品边缘接触构成正极。样品四周被覆盖，中心留出 $\phi 1.6$ 毫米的面积被抛光。光电信号转换部分是由一对弯曲的石英光导棒9、照明灯4及硅光电池7组成。石英光导棒是用 $\phi 6$ 毫米石英棒拉成锥形，细端头为 $\phi 2$ 毫米，外面喷涂一层银，裹上黑色塑料再

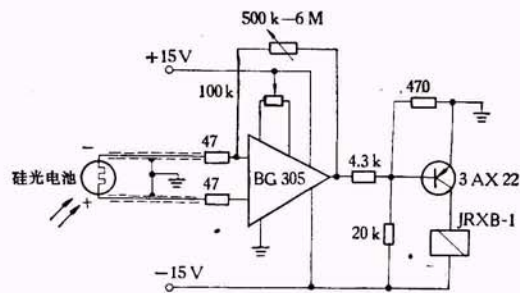


图3 放大器线路的原理图

用石蜡密封做成。为了提高光的强度，在样品夹头能自由放取的情况下，尽量将一对光导和喷嘴靠近，相距约8毫米。样品穿孔后，由硅光电池(用电子探针的背散射电子探测片做成)产生的电信号，通过运算放大器BG 305放大，BG 305的输出与一只3AX22晶体管的基极相连，控制该晶体管的导通或截止。将一只JRXB-1直流继电器作为3AX22晶体管集电极的负载，由它的吸合或释放来实现接通或切断抛光电源。放大器需要的 ± 15 伏直流稳压电源，由两只集成稳压器WA715B组成；图3是该线路

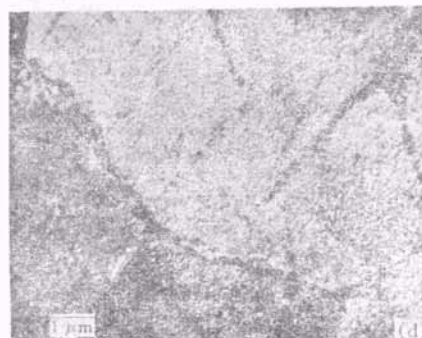
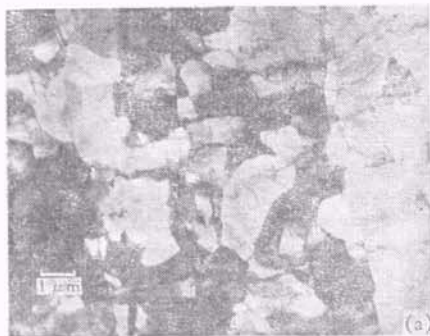


图4 几种样品的薄膜照片

- (a) 轧制后的纯铝(亚晶)； (b) β 相加热空冷的铅-2合金；
(c) 退火后部分再结晶的不锈钢(1Cr18Ni9Ti)； (d) 铅-2合金表面的氧化膜

的原理图。调节 BG 305 的平衡电阻及反馈电阻,可改变电信号的放大倍数。此外,整个装置中还有可调直流电源、电压及电流测量系统、指示灯及音响报鸣系统。通过改变测量电压的选择旋钮,可监测 3 AX22 晶体管的电压 V_{BE} 和 V_{CE} ,使该晶体管不要在深度导通状态下工作,以便得到高的灵敏度。实验证明放大倍数在 3000—5000 倍时,可得到满意的结果。

三、样品的制备过程

由于样品不要再用铜网夹持,因此导热性好,可观察的面积也大。不过抛光时的起始厚度要在 0.1 毫米以下。用铣、磨、轧等加工手段,取出 0.5 毫米厚的片状样品是不困难的,然后可用无变形加工——电火花切割,取出 $\phi 3$ 毫米的圆片。如果先制成金相样品,还可在显微镜观察后,从某些特定区域内取样。取出的样品,仿照研磨玻璃时常用的粘结办法,用重量比为 3:1 的松香和石蜡将样品粘到玻璃板上进行研磨。这种粘结剂的熔点为 $\sim 40^\circ\text{C}$,只要热风一吹即可熔开,但在水中研磨时,却有很强的粘结力。只要操作仔细,用 600—800 号水磨砂纸研磨,不会造成样品变形。一次可粘数十片,研磨后的样品用甲苯清洗。

图 4 是用该装置制成的铝、不锈钢和铅-2 合金样品的照片。所用电镜是国产 DXA 4-10 型,加速电压为 100 千伏。由于该装置的灵敏度高,即使在较快的抛光减薄速度下,也可获得

穿孔为 ~ 50 微米的样品。以铝为例,在孔的四周约有 10^4 平方微米面积可供观察。制备一个样品的电解抛光时间只需 1—2 分钟。

如果用一薄层云母将样品的一面保护起来,从样品的另一面进行抛光,还可满足某些特殊的制样需要,如象研究外延生长和氧化过程等表面问题。图 4(d) 是用这种方法制备的铅-2 合金表面氧化膜的照片。

在放大器的制作过程中,曾与郑斯奎、吴国安等同志进行了许多有益的讨论。特此致谢。

参 考 文 献

- [1] R. D. Heidenreich, *J. Appl. Phys.*, **20**(1949), 993.
- [2] P. B. Hirsch et al., *Electron Microscopy of Thin Crystals*, Butterworths, London, (1965), 24.
- [3] P. R. Strutt, *Rev. Sci. Instrum.*, **32**(1961), 411.
- [4] G. Blankenburgs et al., *J. Inst. Met.*, **92**(1963—1964), 337.
- [5] J. A. Hugo et al., *J. Sci. Instrum.*, **42**(1965) 354.
- [6] M. A. P. Dewey et al., *J. Sci. Instrum.*, **40**(1963), 385.
- [7] G. W. Bries et al., *J. Inst. Met.*, **93**(1964), 77.
- [8] I. L. Caplan, *Rev. Sci. Instrum.*, **38**(1967), 1489.
- [9] R. L. Ladd et al., *Rev. Sci. Instrum.*, **38**(1967), 1162.
- [10] R. D. Schoone et al., *Rev. Sci. Instrum.*, **37**(1966), 1351.
- [11] R. L. Smialek et al., *Rev. Sci. Instrum.*, **42**(1971), 890.
- [12] A. S. Pearce et al., *J. Physicis E. Sci. Instrum.*, **5**(1972), 984.
- [13] A. Mastenbroek et al., *J. Physicis E. Sci. Instrum.*, **5**(1972), 10.



欧洲物理学会凝聚态分会 1980 年年会简讯

欧洲物理学会凝聚态分会于 1980 年 4 月 9 日—11 日在比利时安特卫普大学举行年会。参加者主要来自西欧,美国和其他地区的科学家也有人参加,一共数百人。宣读论文近 380 篇。中国科学院在法国短期工作的两位科学家,以及在安特卫普大学进修的数名中国研究生也出席了会议,共宣读论文两篇。

以往该分会的年会都是与某主办会员国的年会一

并举行的。这次年会是第一次纯粹由分会主办的,更具有国际性,标志着西欧各会员国之间的紧密合作关系。凝聚态分会上届会长巴黎大学的 M. Balkanski 教授任期刚满,在会议期间,选出了安特卫普大学的 J. T. Devreese 教授为新任会长。

在年会上宣读的邀请报告将汇编成书出版,一般论文则将刊登于“固体物理通讯”期刊上。(林磊)