

用球坑技术制备表面分析样品和电镜样品

仲 永 安

(陕西师范大学物理系)

用俄歇 (Auger) 电子能谱技术作样品深度成分分析, 是一种有效的方法。近几年来, 采用球坑技术制备样品深度剖面, 特别是制备深度大于 $1\mu\text{m}$ 时, 取得较好效果^[1]。球坑技术还可用来制备透射电镜的样品, 如硬质材料陶瓷的样品, 过去, 这种非金属材料样品在预磨至 $30\mu\text{m}$ 后, 还要用离子轰击减薄的方法^[2-4]。现在, 用球坑技术制备陶瓷材料的透射电镜样品取得了成功。球坑技术早期被人们用作半导体器件结的研究^[5], 并用以精确测量表面涂层的厚度^[6]。

此技术的原理如图 1(a) 所示, 仪器上装有一根钢质滚轴, 轴的中间有一“V”形的硬槽, 在此槽上放一只钢球 (钢球直径一般是 $10-30\text{mm}$), 用一只可变速率的电动机驱动滚轴, 样品固定在斜的样品台上, 钢球与样品相接触, 随着样品台的角度变化, 可以改变加在样品上的

负载。钢球的表面涂有细的金刚砂研磨膏 (粒度 $0.1-6\mu\text{m}$), 滚轴滚动时钢球也随之转动, 在样品上面磨出一个球形的坑。坑的直径可用读数显微镜测出。

球坑的几何形状如图 1(b) 所示, 坑的深度可以由测量球坑直径 D 求得。假定滚球半径 $R \gg d$, 深度 d 可从下式得到:

$$d = \frac{D^2}{8R}. \quad (1)$$

图 2 是用球坑法制得掺杂的砷化镓样品的剖面。从图 2 照片上可以看到有四个明显的环, 说明此样品由不同成分的四层所构成。该照片是在扫描电镜中拍摄的, 放大 65 倍, 坑的深度 $d \approx 114\mu\text{m}$ 。每层的厚度可以通过测量每二个相邻环的直径 D_1 和 D_2 , 代入公式 (1), 由 $d_1 - d_2$ 求得。可用俄歇电子能谱仪逐层分析样品的成分和界面情况。

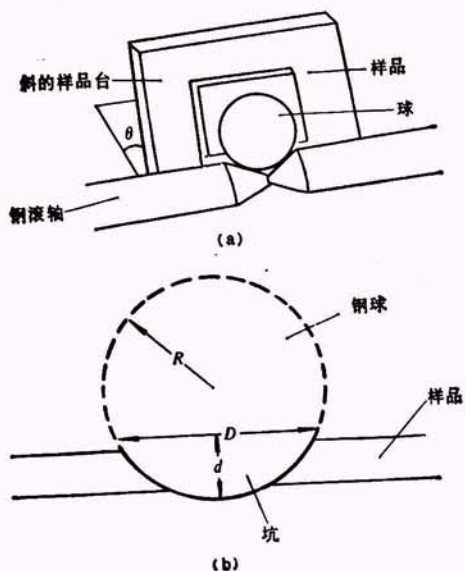


图 1 (a) 球坑技术的主要部分;
(b) 球坑的几何形状

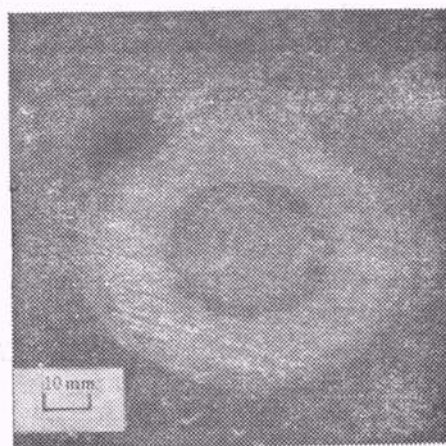


图 2 砷化镓样品的剖面图

利用此技术制备透射电镜样品的方法如下: 在样品上磨坑, 一直磨到刚好穿透样品, 围绕着穿透孔边缘的地方相当薄, 电子可以穿透。

在原理上, 如果电子穿透样品的最大允许厚度为 t , 薄区域的直径可由下式给出:

$$x \approx (2Rt)^{\frac{1}{2}} \quad (2)$$

我们取厚度 t 为 $0.1 \mu\text{m}$, 球的半径为 $R = 15\text{mm}$, 电子穿透区域的直径 x 大于 $50 \mu\text{m}$.

用球坑法可以制备金属的样品, 如铝、铁、镍合金等。研磨时用慢的转速, 一直磨到坑的深度与箔的厚度相近。磨好的样品先用溶剂清洗, 然后再放到超声池中清洗。超声清洗用的频率不宜过高, 且时间亦不宜过长。

在研磨过程中, 用于电子透过的薄区域往往会被磨掉。这个问题, 可以在样品的同一位置的两边磨坑来解决。电镜检验结果说明, 金属材料样品如铝和镍合金要比软金属材料金和锡容易研磨, 也容易取得薄的区域。制备硬质材料样品(如陶瓷和玻璃等)的困难要比金属材料大。因为, 陶瓷材料质硬又脆, 用一般机械抛光方法研磨厚度小于 $50 \mu\text{m}$ 的样品极易破裂, 且陶瓷又非导体, 不能用电解腐蚀方法减薄, 故过去只有用离子来轰击减薄的方法。作者采用球坑技术, 制备用于透射电镜的陶瓷样品获得成功。制备样品的时间比离子轰击法可缩短 70%。

球坑技术制备透射电镜样品, 可以得到较大面积的透射电子薄区域。此技术主要由一种球坑仪来实现。仪器结构简单, 操作方便。仪

器上的滚球, 用直径为 30mm 左右的一般轴承钢球即可, 也可根据不同材料的性质, 选用铜的或不锈钢的球。球坑技术还可作为研究材料表面硬度的一种有效的方法。现在有人利用球坑技术正在作研磨机理的研究, 并已取得可喜的结果^[1]。

球坑技术有多种用途, 今后还可考虑进一步扩大到那些多相的材料, 以及目前看来制备技术困难和费时的样品。当前, 在制备透射电镜样品中, 硬质陶瓷材料样品看来是最适合的一种, 即使有些机械损伤亦无妨。

作者对英国 Loughborough 技术大学 Walls 博士, 给这项研究工作的帮助和指导表示感谢, 并对剑桥大学 Page 博士提供陶瓷样品表示感谢。

参 考 文 献

- [1] J. M. Walls et al., *Applications of Surface Science*, 15(1983), 93.
- [2] P. E. Doherty and Leombruno, *J. Amer. Ceram. Soc.*, 47(1964), 369.
- [3] W. H. Engel et al., *Amer. Ceram. Soc. Bull.*, 49(1970), 175.
- [4] T. P. Seward et al., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 50(1967), 26.
- [5] W. Happ and W. Shockley, *Bull. Am. Phys. Soc., Ser. II*, 1 (1956), 382.
- [6] V. Thompson et al., *Surface Technol.*, 8 (1979), 421.

(上接第 340 页)

- [22] D. Arnold W. Kopp. R. Fisher J. Klem and H. Morkoc, *IEEE Trans. Electron Devices Letters*, EDL 5 (1984), 123.
- [23] S. Hiyamizu, T. Mimura and T. Ishikawa, *Jap. J. Appl. Phys.*, 21 Supplement 21-1 (1982), 161.
- [24] K. von Klitzing, G. Dorda M. Pepper, *Phys. Rew. Letter*, 45 (1980), 494.
- [25] D. C. Tsui et al., *Phys. Rew. Letter*, 48 (1982), 1562.
- [26] P. M. Petroff et al., *Appl. Phys. Letter*, 41-7 (1982), 635.
- [27] M. Keever et al., *Appl. Phys. Letter*, 38-11 (1981), 36.