

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

G01N 1/28 (2006.01)

G01N 13/10 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810100875.3

[43] 公开日 2008年8月6日

[11] 公开号 CN 101236143A

[22] 申请日 2008.2.25

[21] 申请号 200810100875.3

[71] 申请人 北京科技大学

地址 100083 北京市海淀区学院路30号

[72] 发明人 翟少岩 孟利 庞景芹 冯惠平

权利要求书1页 说明书3页

[54] 发明名称

一种离子束轰击制备扫描电子显微镜试样的方法

[57] 摘要

一种离子束轰击制备扫描电子显微镜试样的方法，涉及扫描电子显微镜试样的制备。本方法是在高真空度  $2 \times 10^{-3}$  Pa 条件下，不断充入氩气，氩气通过离子枪在高压电场作用下电离获得氩离子束流轰击到试样表面，同时样品台自身 360 度旋转，以保障试样表面获得均匀轰击。样品表面与离子束流之间的夹角通常选择 7 度至 12 度范围，离子枪轰击电压选择 4 千伏至 7 千伏范围，束流在 0.4 至 0.5 毫安范围。本方法不受试样材料电性能的影响，并且在离子束轰击过程中不会给试样带来应力和应变，对材料自身晶体结构无损伤，适合于金属及非金属各类材料的微观形貌分析。

---

1、一种离子束轰击制备扫描电子显微镜试样的方法，其特征在于，在高真空度  $2 \times 10^{-3} \text{Pa}$  条件下，不断充入氩气，氩气通过离子枪在高压电场作用下电离获得氩离子束流轰击到试样表面，同时样品台自身 360 度旋转，试样表面与离子束流之间的夹角通常选择 7 度至 12 度范围，离子枪轰击电压选择 4 千伏至 7 千伏范围，束流在 0.4 至 0.5 毫安范围。

2、如权利要求 1 所述的离子束轰击制备扫描电子显微镜试样的方法，其特征在于，样品台通过安装的液氮冷却装置降低离子轰击时的温度。

## 一种离子束轰击制备扫描电子显微镜试样的方法

### 技术领域

本发明涉及扫描电子显微镜试样的制备,特别涉及采用离子束轰击法制备扫描电子显微镜试样。

### 背景技术

扫描电子显微镜是材料科学研究中进行微观形貌分析不可缺少的手段。然而试样的制备尤为重要,试样的制备方法及过程是保障获得完整真实信息的重要途径。

通常人们普遍使用的是金相法以及电解腐蚀法。金相法容易对软体材料及纯金属材料人为制造缺陷,可使空气中的粉尘颗粒镶嵌入试样中,对实验结果制造假象。金相法对电子信息材料“集成芯片”微米级电路及焊点试样的制备更是无能为力。

《材料结构电子显微分析》[刘文西等著 天津大学出版社 1989年]中介绍了传统的样品制备方法,可知,电解腐蚀法仅限于金属材料,对不同化学元素的合金及纯金属需要选择几种化学试剂配制成电解液,废液的后期处理还涉及到环境保护法的约束。电解液的温度及电压电流参数的选择对制备高质量试样起着重要作用,因此需要付出大量的时间及样品进行摸索。电解腐蚀过程试样中的某些元素活泼易迁移会造成信息的丢失误导后面的实验方案。

### 发明内容

本发明提出采用离子束轰击法制备扫描电子显微镜试样,不受试样材料电性能的影响,即无论材料是否导电、晶体结构是否复杂,均可制备出符合扫描电镜要求的试样,并且在离子束轰击过程中不会给试样带来应力和应变,对材料自身晶体结构无损伤,适合于金属及非金属各类材料的微观形貌分析。

离子束轰击法制备扫描电子显微镜试样的具体方法是:在高真空度 $2 \times 10^{-3}$ Pa条件下,利用氩气(惰性气体)通过离子枪在高压电场作用下电离获得氩离子,试样被轰击过程不断充入氩气,使电离形成的氩离子束流轰击到试样表面,同时样品台自身360度旋转,以保障试样表面获得均匀轰击。

试样表面与离子束流之间的夹角(倾角)通常选择7度至12度范围,离子枪轰击电压(Kv)选择4千伏至7千伏范围,束流在0.4至0.5毫安范围。

离子轰击时,可以通过样品台安装的液氮冷却装置,保障低温敏感试样在零下30度

环境进行离子轰击，而不会破坏低温敏感材料的结构。

离子束轰击法克服了金相法以及电解腐蚀法存在的缺陷。其方法的最大优点是具有将材料表面的原子层“剥蚀”功能。可将粗造不清洁的表面平整清洗，也可将机加工（研磨硬化层）一层一层的“剥蚀掉”，裸露出研究者想要观察层面的“新鲜”基体。对含有微观裂纹及应力腐蚀裂纹，以及含有应力产生应变的特殊试样同样适合离子束轰击，使其裂纹尖端轮廓清晰。

离子束轰击法制备背散射电子衍射（EBSD）要求的试样显示出独特的功效。材料研究者知道晶体取向存在于材料的形变、材料的相变和材料的再结晶过程，研究者关注材料的晶体取向用以控制材料的生产工艺以达到使用者要求的物理性能。使用离子束轰击法可获得理想的（EBSD）样品，离子束可清除样品表面任何残留物将晶粒间界面清晰展现出来，对试样的晶体结构无影响。

离子束轰击法制备扫描电子显微镜试样技术可广泛用于电子铝箔、镁铝合金、金刚石薄膜、集成芯片、矿岩、玻璃纤维等材料的研究，并从中获得大量材料晶体结构方面的信息。

#### 具体实施方式

试样要求：表面清洁、平整、无油迹。

操作方法：首先将试样放置于样品台上，轰击室真空度达到  $2 \times 10^{-3} \text{Pa}$  时符合离子轰击工作条件。试样被轰击过程不断充入氩气，同时样品台自身 360 度旋转。

确定样品与离子束之间夹角（倾角），选择离子枪轰击电压（Kv）及离子束流（mA），依据实验目的确定轰击时间，经验证明硬质材料轰击时间要长一些，软质材料轰击时间要短一些。

材料名称	倾角（度）	电压（Kv）	离子束流（mA）	轰击时间（小时）
（软态）纯铝	12	5	0.4	2
（硬态）纯铝	12	6	0.5	6
镁合金	7	4.5	0.4	0.3—0.5
金刚石薄膜	10	7	0.6	10
集成芯片	10	4	0.4	0.5
矿岩	12	5	0.5	1

---

玻璃纤维	7	4.5	0.4	0.5
铁合金	12	5	0.4	3
镍合金	12	6	0.5	2
钛合金	10	6	0.5	4
铜合金	10	4.5	0.4	1.5
PVC 塑料	12	4.5	0.4	1