

# 一种宽离子束刻蚀的防反沉积污染方法

蒋蓉蓉, 姚懿容, 李明, 管建敏, 卢焕明

(中国科学院 宁波材料技术与工程研究所, 浙江 宁波 315201)

**摘要:** 宽离子束刻蚀是一种高质量的抛光制样方法。在微观结构表征中, 尤其是在对样品平整度、残余应力、杂质含量等要求较高的显微分析测试中有着其他传统抛光方法无可比拟的优势。然而, 抛光制备样品的过程中, 发现利用现有的样品台和标准的装样方法, 样品的断面抛光经常性地出现抛光区域反沉积, 刻蚀抛光区域被掩盖的污染状态, 对制样造成了很大的困扰, 严重影响了离子束刻蚀的效果和应用。本案例对现有样品台进行适当的改造, 可以有效避免反沉积的污染问题, 大幅度提高制样成功率。

**关键词** 宽离子束;抛光;反沉积;制样

## An investigation of preventing redeposition pollution during broad ion beam milling

Jiang Rongrong, Yao Yirong, Li Ming, Guan Jianmin, Lu Huanming

(Ningbo institute of materials technology and engineering CAS, Ningbo 315201, China)

**Abstract:** Broad ion beam (BIB) milling has many advantages over traditional polishing methods, enabled the development of key microstructure characterization techniques those require strict control of flatness, stress residue, and impurity content. Yet, In the process of cross section samples preparation, it was found frequently that samples were redeposited in the milled area using the existing sample holder and the standard sample loading method. That will seriously affect the polishing quality and application of BIB technology. Here, a technique is introduced to protect cross section polished area from redeposition, which makes BIB method more efficient.

**Keywords:** broad ion beam;redeposition;milling;sample preparation

### 1 应用背景和价值

宽离子束刻蚀抛光是一种样品表面和横截面抛光的通用方法。BIB 抛光利用离子束来蚀刻固体，在真空环境中，通过高能入射粒子与固体样品表面层附近的原子产生碰撞，从而层层去除样品表面原子的过程<sup>[1]</sup>，如图 1 所示。与传统抛光方法相比，BIB 抛光具有应力应变小、污染少、定位准确、操作简单等特点，使其成为材料领域内一种新型的普适性制样方法。尤其是对于多孔材料、复合材料、层状材料、粉末材料等特殊样品，传统的抛光方法难度大、效果差，且易产生误导性的结果，BIB 尤其能显示出其无可的优势。在对于抛光要求高的各种显微分析中有着越来越广泛的应用，如扫描电子显微镜 (SEM)、电子背散射衍射 (EBSD)、原子力显微镜 (AFM) 等<sup>[2,3]</sup>。

BIB 抛光主要有断面抛光和平面抛光两种方式，虽然两者原理一样，但由于抛光面积和深度的区别，两者在抛光设计上有很大的区别。断面抛光的主要特点是深度深，面积小。抛光时，离子束入射方向和样品被抛光面完全平行，如图 1b) 所示，主要利用一块遮蔽板遮住样品要被保护的部分，裸露出想被移除的部分高度  $H_1$ ，通过离子束轰击，样品表面形成一个未移除和被移除部分的交界平面，这就是抛光面。样品抛光过程中被移除的部分，根据电压和时长的不同，一般厚度  $H$  可达到几十微米 (和  $H_1$  相等)，长  $L$  一般为几个毫米，宽  $W$  各处不等，形成弧线，最宽处一般为几百微米。平面抛光的主要特点是深度浅，面积大。抛光时，离子束入射方向和样品被抛光面呈一定角度，如图 1c) 所示，没有遮蔽板的遮挡，整个样品暴露于离子束之下，且整个过程，样品进行一定速度的自转和左右平移运动，以此增加试样抛光的范围和均匀性。样品被抛光区域直径可调，最大甚至可以达到 32mm，但深度较浅，根据电压和时长的不同，一般为纳米级到微米级。

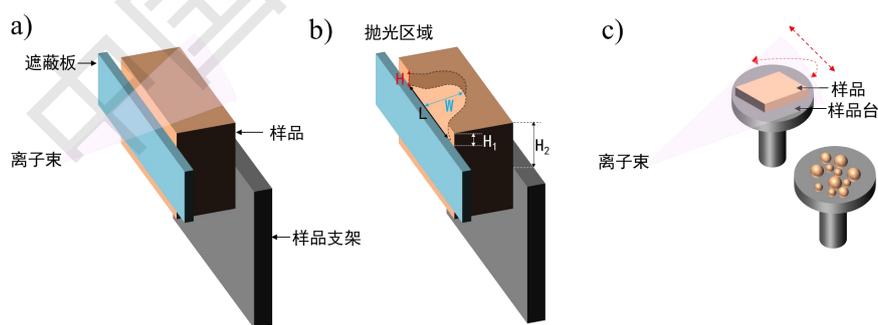


图 1 BIB 抛光示意图

## 2 存在的问题及溯源

然而，在宽离子束刻蚀抛光制样过程中，经常性地发现在断面抛光模式下，样品靠近遮蔽板的边缘抛光区域极易被反沉积污染。反沉积效应是指当样品表面被离子束轰击去除的一些原子不能全部被真空系统及时抽走时，重新附着沉积在样品的其他区域<sup>[4]</sup>。如果沉积的

地方是未抛光的区域,则不会对后续的显微分析产生负面影响;如果沉积的地方是抛光区域,则会对后续的显微分析产生很大的影响,甚至造成误导性的结果。而对于涂层材料、薄膜材料来说,靠近样品的边缘区域正是观察分析的重点,重要信息被污染物所掩盖,无法获得有效的分析结果,因此反沉积现象严重影响了离子束刻蚀的效果。

图 2 所示的是典型的 BIB 抛光后,样品断面被反沉积污染的现象。样品边缘出现了大量小岛状的结构,如红色虚线框内所示,直至距离边缘几微米处,才出现被抛光的平整区域。追溯整个制样过程,样品在进行 BIB 抛光之前进行了机械研磨处理,机械研磨后在光学显微镜下观察试样,样品表面并无外来物引入,小岛状的结构显然不是机械研磨后存在的,而是在 BIB 过程中反沉积造成的。断面抛光时,离子束和样品之间应有的正常的位置关系是离子束和抛光面在同一水平面,而上述被抛光区域再次被反沉积现象的出现,说明小岛状形貌是由于该区域低于离子束的入射基准线而不能被轰击到,反而被轰击出的原子再次沉积在此所形成的组织微观形貌。根据此分析,对整个制样过程进行了总结优化。

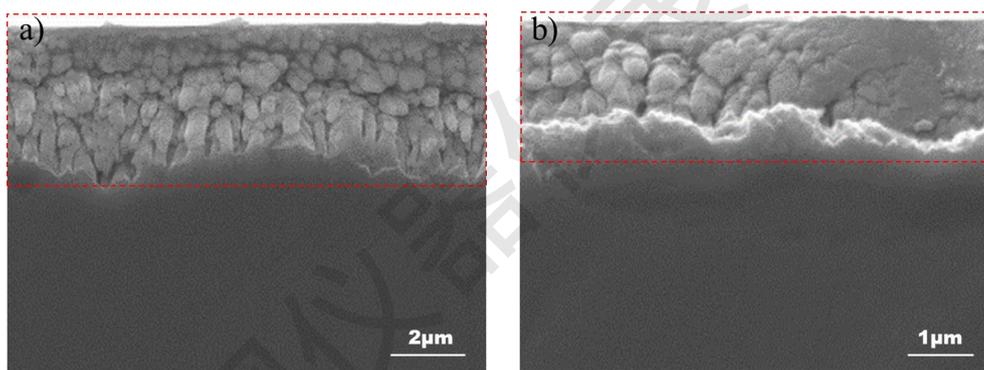


图 2 涂层区域被反沉积污染

根据厂家现有的样品台设计,样品安装时,支撑板与样品的摆放位置有基准线为依据,根据基准线安装样品完毕之后,直接安装到设备样品台上,样品需要抛光的区域与离子束的轰击中心位置对中,便可顺利进行抛光。否则,会导致离子束轰击区域偏离目标区域。但是为了使支撑板不被离子束轰击,生产商的设计是支撑板和样品顶部不齐平,支撑板低于样品,存在约  $H_2=2\text{ mm}$  的高度差。如果将支撑板上移,将导致固定支撑板的螺丝孔位偏移,无法固定样品。将粘着样品的支撑板安装到仪器样品台上之后,遮蔽板、样品和样品支撑板的几何位置关系如图 3a) 所示。从侧视图可知,遮蔽板和样品之间并不是完全平行且贴合的关系。遮蔽板为倾斜状态,和样品之间存在一定的夹角,如图 3b) 所示。当遮蔽板靠近样品时,两者为线接触,样品上只有一条线的区域受力。当遮蔽板和样品刚好贴合时,样品可依旧保持垂直,和支撑板之间有大面积的铜双面胶带粘贴固定。但是,当遮蔽板和样品贴合过

紧时，样品很容易受遮蔽板的推力而倾斜，如图 3c) 所示。样品倾斜造成样品和支撑板之间产生缝隙，只剩线接触。一条线的粘贴面积太小以至于样品固定不稳，尤其在后续的抛光过程中，样品长时间被一定电压的离子束轰击，大部分能量会转换成热，铜双面胶带受热后胶软化造成粘性变差，样品在重力作用下会向下移动甚至坠落。初始设定的抛光区域一旦移动下滑，就会使目标抛光区域低于离子束作用最强、流速最大的区域，不仅达不到抛光作用，反而会成为反沉积的温床。

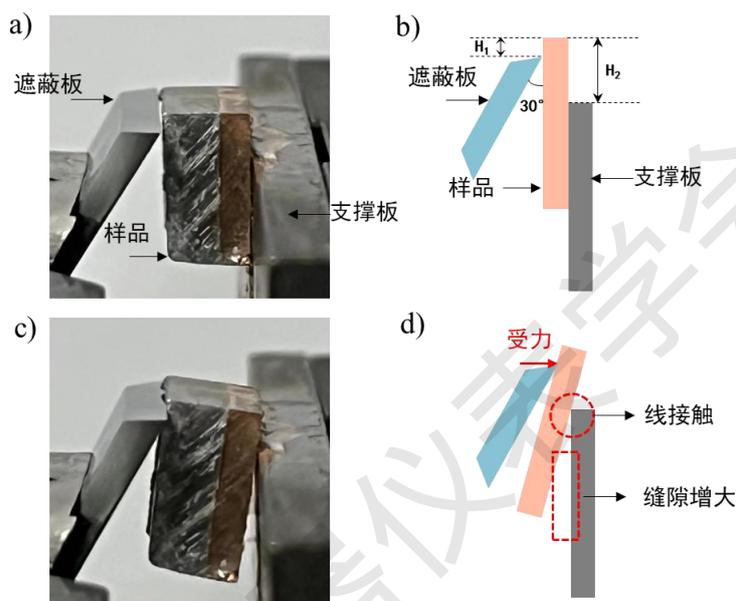


图 3 原本的样品、遮蔽板、支撑板之间的位置关系侧视图

- a): 刚好贴合时三者位置关系; b): 刚好贴合时三者位置关系几何示意图;  
c): 过度贴合时三者位置关系; d): 过度贴合时三者位置关系几何示意图;

### 3 问题解决方案

反沉积污染现象的产生是由于样品的常规装样方式容易在过度受力时倾斜，粘合固定面积过小，且抛光过程中产生的热量使胶带粘性变差而失稳，导致样品移动下坠而造成的。因此从根本上来说，要消除反沉积污染的隐患，就要改进样品的装样方式，在无论何种受力状态下都能固定牢靠。其一，样品和支撑板的粘贴方式无论在何种受力状态下都能保持面接触，样品纵向受力均匀；其二，消除样品和支撑板之间的高度差，样品上部受力面后侧有支撑，即使在过度贴合时也不会倾倒。

第一种方法可以通过在遮蔽板与样品之间增加楔形夹块来实现，如图 4a) 所示。增加了楔形夹块，遮蔽板和样品之间的力传递由线变成了面，当遮蔽板靠近样品时，即使用力过度，样品也不会产生倾倒。第二种方法可以通过增加样品上部支撑物来实现。增加样品支撑架的高度 2mm，或者提高样品装配的基准线 2mm，使得样品安装完毕时，样品和支撑架顶

部齐平，安装示意图和新型支撑架的尺寸图和立体图如图 4b) 所示。此时，当遮蔽板靠近样品时，即使用力过度，样品由于后部有支撑，也不会产生倾倒。

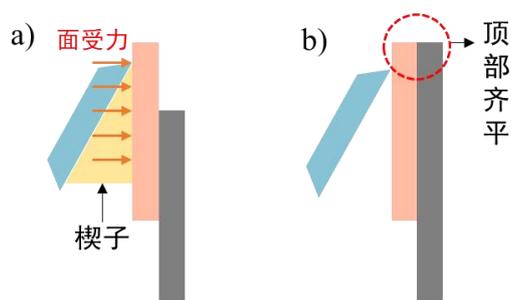


图 4 遮蔽板、样品和支撑板之间新的几何关系

a): 加入楔子; b): 样品顶部与支撑板顶部齐平

加入楔子的方法需要加工一个尺寸合适的块体，还需要加工螺丝孔与遮蔽板固定。相比之下，将样品与支撑板顶部齐平的方法更为简便。在这种情况下，安装样品时，由于离开了基准线，样品与遮蔽板之间的高度差  $H1$  之间的调整要变得比出厂设计的复杂，需手动调整，但是对于由样品固定不稳造成的反沉积现象有明显的改善，大大提高了断面样品 BIB 抛光的成功率，如图 5 所示。

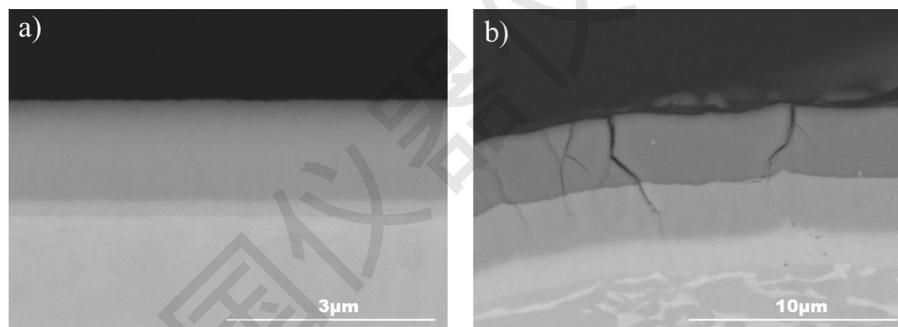


图 5 没有反沉积现象的抛光区域

#### 参考文献:

- [1] Behrisch R. Sputtering by ion bombardment: Theoretical concept. In Sputtering by Particle Bombardment I[M]; Springer: Berlin/Heidelberg, Germany, 1981.
- [2] Takahashi H, Sato A, Takakura M. A new method of surface preparation for high spatial resolution EPMA/SEM with an argon ion beam[J]. Microchim. Acta 2006, 155, 295-300.
- [3] Jiang R R, Li M, Yao Y R, Guan J M, and Lu H M, Application of BIB polishing technology in cross-section preparation of porous, layered and powder materials: A review[J]. Front. Mater. Sci. 2019, 13(2): 107-125.
- [4] Matthijs De Winter, J.J.L. Mulders, Redeposition characteristics of focused ion beam milling for nanofabrication[J]. Journal of vacuum science & technology B 25(6):2215-2218.