XI. FIATAL MŰSZAKIAK TUDOMÁNYOS ÜLÉSSZAKA

Kolozsvár, 2006. március 24-25.

METSZETI MINTAPREPARÁLÁS IONVÉKONYÍTÁSSAL ELEKTRONMIKROSKÓPOS VIZSGÁLAT CÉLJÁBÓL

Kertész Gábor-Gyula, Molnár József-Attila

Abstract

For microstructure investigations the transmission electron microscope is an indispensable tool, where the few nanometer thick sample is illuminated with a 100 keV energy electron bunch, this way we can get a result of the sample's microstructure in the form of a picture. The goal of our research is the TEM and XTEM investigation of the nitrides and carbides of transition metals, obtained by reactive magnetron sputtering (PVD method), by this we can get a general idea of crystal growth mechanisms. In this paper we present the sample preparation steps on a TiAlCN probe.

Összefoglalás

Mikroszerkezeti és fázisösszetételi vizsgálatokra elengedhetetlen a transzmissziós elektronmikroszkóp használata, melyben a néhány nanométer vastagságú mintát 100 keV energiájú elektronnyalábbal világítjuk át, ezáltal szubmikroszkópos méretek tartományába eső képi információt kapunk a minta anyagának kristály- és mikroszerkezetéről. Kutatási tevékenységünk célja a reaktív magnetronos plazmaporlasztással előállított átmeneti fémnitrid és fémkarbid összetételű vékonyrétegek transzmissziós elektronmikroszkópiás mikroszerkezeti vizsgálata felületi (TEM) és metszeti (X-TEM) minták esetén, amely során betekintést nyerhetünk a kristálynövekedés alapfolyamataiba. Dolgozatunkban bemutatjuk az általunk megvalósított TiAlCN rétegek vizsgálata céljából alkalmazott metszeti mintapreparáció módszerét a nagyenergiás Ar^+ ionnyalábbal történő vékonyítás folyamatában.

1. Bevezetés

A transzmissziós elektronmikroszkóp nélkülözhetetlen eszköze a tudományos kutatásnak, amely lehetőséget ad az anyag *mikroszerkezeti* és *fázisösszetételi* vizsgálatára. Az elektronmikroszkópban tanulmányozott preparátumot nagyenergiájú (esetünkben 100 keV energiájú) elektronnyalábbal sugározzuk be. Az igen vékony (néhány tíz nanométer nagyságrendű vastagságú) anyaggal való kölcsönhatás során a monoenergetikus elektronnyaláb szóródása következtében képi információt hordozó elektronnyaláb keletkezik. Az elektronmikroszkóppal tanulmányozható *felületi (TEM)* és *metszeti (X-TEM)* mikroszerkezet vizsgálatának alapkövetelménye a műhibáktól mentes, jóminőségű minta előkészítése. A minták preparálása sokrétű ismeretet és technikai lehetőséget igényel.

Kísérleti kutatásainkban az átmeneti fémek nitridjeinek és karbidjainak reaktív magnetronos plazmaporlasztással történő előállítása és ezek mikroszerkezeti vizsgálata szükségessé teszi az előállított vékonyréteg keménybevonatok metszeti preparálását.

2. Az ionmarás fizikai alapjai

Elektronmikroszkópos vizsgálat céljából az ionvékonyítás technológiája igen hatékonyan alkalmazható a TEM és XTEM minták preparálására. Az ionmarás a katódporlasztás jelenségét hasznosítja a vékonyrétegek felületének tisztítására, marására és polírozására. Az ionsugaras marás folyamatában a néhány százmikrométer nagyságrendű átmérőjű ionsugár előállítását magas vákuumban működő ionforrás valósítja meg, amely az ionnyalábot gyorsítja és a minta felületére fókuszálja, illetve azt porlasztás útján vékonyítja. A felület porlasztási sebessége függ elsősorban a bombázott anyag tulajdonságaitól, az ionsugár energiájától, a nyaláb felületi áramsűrűségétől.

Az ionvékonyítás komplex mechanizmusának teljes elmélete még ma sem ismert, jóllehet megközelítő modellek léteznek, amelyek a gyakorlatban jól beváltak. A porlasztási folyamat elméleti és kísérleti vonatkozásait Wehner tanulmánya [1] ismerteti. Elmélete szerint a becsapódó ionok impulzust adnak át a felületi atomoknak, ezeket rezgési állapotra gerjesztik és lökéshullámok formájában terjedő energiát szállítanak a kristályrács atomjainak. Kísérletileg igazolt az a tény, hogy a nagy energiával becsapódó ion mélyen behatol a felület belsejébe, esetenként be is ékelődik a kristályrács atomjai közé, amely a porlasztási hozam csökkenését eredményezi növekvő energiák esetén.

Az ionporlasztás részleteit Sigmund-Thompson elmélete írja le [2]. Az alacsony energiájú ionok esetében a porlasztási hozam értéke egyenes arányban változik a becsapódó ionok energiájával, illetve fordított arányban áll a szublimációs energiával és első közelítésben független a target hőmérsékletétől.

3. Az ionmarás gyakorlati vonatkozásai elektronmikroszkópos mintakészítés céljából

Kísérleti munkánk során elsajátítottuk a metszeti mintapreparálás módszerét és a Si(100) egykristály hordozón reaktív magnetronos porlasztással növesztett TiAlN és TiAlC vékonyréteg bevonatú mintákat előkészítettük a 100 kV-os gyorsítófeszültséggel dolgozó JEOL 100U típusú transzmissziós elektronmikroszkópban való mikroszerkezeti tanulmányozás céljából.

A metszeti mintákkal szemben támasztott követelmény igen szigorú, amelyben az ionmarással roncsolásmentesen preparált, síkpárhuzamos felületekkel határolt területű, alig pár tíz nanométer vastagságú minták elektronnyalábbal való átvilágíthatóságát jelenti.

A vékonyítási eljárás egyszerű *geometriai modellen* alapszik, amely leírja a felületi topográfia változását az ionnyaláb hatására [4]. A homogén anyagokra megfogalmazott modell polikristályos anyagok jellemzésére is alkalmas. A modell egyszerűsítő feltevésekre épül:

- a felületi durvulás makroszkópikus folyamat, ezért a geometriai megközelítés alkalmazható;
- a vékonyítás során nem keletkeznek atomi méretű élek, részben a porlasztott atomok lerakódása, részben pedig a fokozott felületi diffúzió következtében.

Az ionvékonyítás jellemzői (porlasztási sebesség, felületi topográfia változása, sugárzási roncsolódás, stb.) direkt vagy indirekt módon a minta felületének normálisa és a sugár közötti beesési szög θ ($\gamma = 90^\circ - \theta$) értékétől függenek. Nagy beesési szög esetén a felület durva lesz, polírozó hatást csak közel érintőlegesen beeső ionsugárral lehet elérni (a szög értéke $\theta \cong 80^\circ - 85^\circ$), amelynél viszont a porlasztási sebesség nagyon lecsökken.

A beérkező ionnyaláb eltérő szög alatt éri a vízszintes sík felületét, illetve a ferde lépcső falát. Ebből adódóan két különböző eroziós sebesség $V(\theta)$ és $V(\alpha, \theta)$ jellemzi az adott felületeket. A porlasztás folyamatában a porlasztási lépcső helyzete folyamatosan változik, ezt szemlélteti a 4. ábra t_2 időpillanatban a t_1 időpillanathoz viszonyítva. A vízszintes síkfelület esetén $\alpha = 0^\circ$, így az eroziós sebesség $V(\theta)$ csak az ionsugár beesési szögétől függ. Tehát, a lépcső „mozgási sebessége” $V(\alpha, \theta)$ egyaránt függ a lépcső dőlési szögétől és a sugár beesési szögétől.

1. ábra. A porlasztási lépcső mozgásának szemléltetése

Az ionnyaláb bombázó hatására megváltozik a lépcső helyzete és alakja. A lépcső alakja akkor változik amikor változik a lépcső mentén a dölési szög értéke. A lépcső magasságának a változása (csökkenés vagy növekedés) akkor következik be amikor két lépcső mozgása során találkozik. Az új lépcső magassága nem nagyobb mint a találkozó lépcsők magasságának az összege. Homogén minta esetében a lépcső magasságának a változását a közös él mentén találkozó ferde lépcsők porlasztási sebessége határozza meg. A lépcsők magasságának a csökkenésével a felület érdessége fokozatosan csökken, ezáltal a mintát határoló domborzati felület síkkal határolt felületté változik.

A geometriai modell nem veszi figyelembe a lépcső árnyékoló hatását, mivel a vékonyítás első pillanataiban legtöbb esetben ez egy tranziens jelenség. Általában a porlasztandó rétegvastagság sokkal nagyobb mint a felületi érdesség maximuma. Vékonyítás során az árnyékolási hatás abban nyilvánul meg, hogy a lépcső ferdesége megváltozik, α értéke fokozatosan α' -re változik. Amikor a porlasztási mélység meghaladja a lépcső magasságát az átalakulás befejeződik, mivel $\alpha' \leq \gamma$.

A gyakorlatban tapasztalt porlasztási sebesség legnagyobb értéke $\theta \cong 58^\circ$ -nál észlelhető. A porlasztási sebességet egységnyinek választva merőlegesen beeső ionsugár esetében, a porlasztási sebesség az előbbinek kétszeresére nő a $\theta \cong 58^\circ$ értéknél. A porlasztási sebesség változását az ionok beesési szögének függvényében Á. Barna [5] analitikus kifejezéssel adta meg, amely a tapasztalati eredményekkel összhangban van.

Forgómozgást végző minta esetében, ha az $|\alpha|$ szög tart a nullához akkor lépcsőelmozdulási sebesség is követi ezt a változást és a mintafelület erős polírozó hatásnak van kitéve, a felület egyre simább lesz.

Egy ionnyalábbal simított felület nehezen nevezhető homogénnek, mivel szennyeződések vannak jelen, ugyanakkor az ionvékonyítást megelőző mechanikai csiszolás felületi hibák és roncsolások kialakulását eredményezi. Ezért célszerű kezdetben nagyobb lépcsőelmozdulási sebességgel vékonyítani, majd a felületi érdesség csökkentése céljából ionpolírozással folytatni. Az ionvékonyítás folyamatában az alacsony beesési szögek tartománya sokkal fontosabb, mivel ez síkpárhuzamos felületekkel határolt mintavékonyítását eredményez.

Ellentétben a forgatott mintával, statikus vagy billegtetett minta esetében az ionágyú helyzete meghatározó. A billegtetés célja, hogy a forgatással végzett vékonyítás során kialakuló nem megfelelő felületi domborzatot ezen folyamat által lesimítani, egyenletessé tenni.

Az ionsugár beesési szöge nagyon kis értékű, a sugár közel érintőleges a minta felszínéhez. A billegtetés ω szöge változtatható, ezáltal elkerülhető a vékonyítás folyamatában az interfészek kiporlódása, amely forgatott minták esetében bekövetkezne.

4. Az ionvékonyítás kísérleti leírása

A metszeti mintapreparálás több lépésben valósul meg, amelynek mindegyike ugyanolyan fontossággal bír a kísérlet eredményességében.

Figyelembe véve a minta kis méretét, amely nem haladja meg a 0,5-1,5 mm hosszúságot és a 100 μm vastagságot, a leírt preparálási munkák optikai mikroszkóp alatt történnek.

A preparálás első lépése a vizsgálatra szánt minta kiválasztása és méretre való darabolása. Ezt egy lassan forgó, vékony gyémánttárcsa segítségével végezzük. A darabolandó mintát hőre lágyuló gyanta segítségével üveglapra ragasztjuk, amelyet elmozdítható koordináta-asztalkára rögzítünk. Vágás után a mintát melegítéssel leválasztjuk az üveglapról. A következő lépésben a mintákat alkohollal vagy kloroformmal megtisztítjuk a gyantától, és a fizikai hibától mentes (letört él, kipattant rétegrendszer stb.) mintát kiválasztjuk a további preparálás céljából. A megfelelő mintákat úgy helyezzük egy kisméretű titánkorongba, hogy azok rétegrendszere egymással szembe kerüljön (2. ábra).

2. ábra Minta mechanikai vékonyítás alatt

A 3 mm átmérőjű, 0,3 mm vastagságú titánkorong három ablakszerű nyílással rendelkezik, ennek központi ablakába helyezzük a rétegekkel

bevonatolt két mintát egymással szembe fordítva. A két szélső fal összenyomásával a mintákat mechanikailag rögzítjük. A következő lépésben a mintát hőre polimerizálódó ARALDIT típusú ragasztóba ágyazzuk és 150 °C hőmérsékleten 1,5 óráig kemencében hőkezeljük.

A korongot a megszilárdult beágyazó anyagtól megtisztítjuk, majd mechanikai csiszolással vékonyítjuk. Erre a célra egy tárcsás csiszoló berendezést használunk, amelynek segítségével a mintát mindkét oldaláról csiszolva kb. 20 µm vastagságra elvékonyítjuk. A csiszoláshoz 320, illetve 600 szemcseméretű SiC bevonatú csiszolópapírt használunk, majd 20 nm szemcseméretű Al₂O₃ korongon polírozzuk. Az így előkészített síkpárhuzamos korongot az ionvékonyító berendezésbe helyezzük. A keresztmetszeti minták ionvékonyítása céljából egy Technoorg Linda IV 4/H/L típusú korszerű ionsugaras berendezést használtunk, a munkát a Sapienia Egyetem marosvásárhelyi Karán végeztük.

Az ionvékonyítás magas vákuumban (6×10^{-6} mbar) történik 10 keV energiájú Ar ionnyalábbal, amelyet egy különlegesen tervezett ionágyú szolgáltat. A gyorsítófeszültséget fokozatosan emeljük 10 kV – ig, miután a porlasztó ionnyaláb beesési szögét megfelelően beállítottuk. A vékonyítás első fázisában a mintát egyenletesen forgatjuk, ezáltal a felületi domborzati feldurvulásokat csökkentjük. Az ionnyaláb porlasztó hatására a minta felületén kráterszerű mélyedés képződik. A forgatás során az interfész tartományában lépcsőszerű domborzat alakul ki, amelynek folyamatos eltolását a minta billegtetésével valósítjuk meg. A domborzati lépcsőt az interfész tartományából fokozatosan eltávolítjuk a minta szimmetrikus billegtetésével az interfészre merőleges irány körül. Az ionvékonyítást a minta mindkét oldaláról végezzük, arra törekedve, hogy az interfész környezetében síkpárhuzamos felületekkel határolt, elektronsugárral átvilágítható tartományt kapjunk. A mintavékonyítás folyamatát optikai mikroszkópon át figyelve ellenőrizzük.

5. Következtetés

Az ionnyalábbal történő mintavékonyítást szinte bármilyen típusú anyag esetében alkalmazhatjuk: fémek, félvezetők, ötvözetek, stb. esetében is. Sikeresen elsajátítottuk az elektronmikroszkópos vizsgálat által igényelt keresztvékonyítás módszerét és Si(100) egykristály hordozón reaktív magnetronos porlasztással növesztett TiAlN és TiAlC vékonyréteg bevonatú mintákat ionvékonyítással előkészítettük a 100 kV-os gyorsítófeszültséggel dolgozó JEOL 100U típusú transzmissziós elektronmikroszkópban való mikroszerkezeti tanulmányozás céljából.

Irodalom

- [1] Gottfried K. Wehner, G. S. Andersen: Handbook of Thin Films, Chap. 3, Ed. By Maissel and Glang, (1975)
- [2] P. Sigmund: Rev. Roum. Phys. 17, 823-1079 (1972)
- [3] Á. Barna: Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Ser. 3, 254 (1992)
- [4] Á. Barna, P.B. Barna, A. Zalar, Vacuum 40, 115 (1990)
- [5] Á. Barna Mat. Res. Soc. Proc., Fall Meeting 2-6 December, Boston (1991)

Kertész Gábor-Gyula, hallgató

Molnár József-Attila, hallgató

SAPIENTIA EMTE Műszaki és Humantudományok Kara, Gépészmérnöki Tanszék

Románia, Marosvásárhely, Segesvári Út, 1C szám, 540553

Telefon / Fax: 0265-208170

E-mail: office@ms.sapienia.ro