

Метод изготовления образцов для просвечивающей электронной микроскопии с применением широких ионных пучков в режиме односекторного травления

© В.И. Вдовин, А.К. Гутаковский

Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова,
630090 Новосибирск, Россия
e-mail: vivdovin@isp.nsc.ru

Поступило в Редакцию 18 декабря 2025 г.

В окончательной редакции 20 июня 2026 г.

Принято к публикации 31 июля 2026 г.

Представлен простой и универсальный метод изготовления образцов для высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии из полупроводниковых гетероструктур с использованием травления в широком Ar^+ ионном пучке. Изучен эффект трансформации рельефа образца, содержащего тонкий слой эпоксидной смолы, в процессе ионного травления и зависимость рисунка рельефа от точности позиционирования линии склеивания и ионных пучков относительно оси вращения образца. Представлены экспериментальные результаты, демонстрирующие преимущество односекторного режима ионного травления, а также травления во встречных ионных пучках, для изготовления высококачественных фольг. Возможность получения больших по площади тонких участков фольги с минимальными эффектами дифференцированной скорости травления материалов в сопряженных слоях и переосаждения распыленного материала продемонстрирована на примере многослойных гетероструктур, содержащих как мягкие (InP , InAlAs), так и твердые (GaN , Al_2O_3) материалы.

Ключевые слова: ионное травление, полупроводниковые гетероструктуры, тонкие пленки, просвечивающая электронная микроскопия.

DOI: 10.61011/JTF.2026.11.63788.342-25

Введение

Современные полупроводниковые материалы, используемые для создания широкого спектра функциональных устройств и приборов нанoeлектроники, обычно представляют собой многослойные гетероэпитаксиальные системы, содержавшие в качестве активных областей наноразмерные структурные элементы: сверхрешетки, нанокристаллы, металлические и диэлектрические слои и т.п. Создание нового функционального устройства или прибора всегда требует решения не только технологических, но и научных фундаментальных задач. К последним относятся установление физических закономерностей формирования структуры отдельных элементов гетеросистемы, определение механизмов сопряжения кристаллических решеток разнородных материалов, анализ механизмов дефектообразования и т.д. Для решения таких задач необходимы знания о структурно-химических особенностях как гетеросистемы в целом, так и образующих ее отдельных структурных элементов. Когда размеры этих элементов лежат в нанометровом диапазоне и они встроены в основную матрицу гетеросистемы, важно иметь информацию как об их атомном строении, так и особенностях границ сопряжения с матрицей.

Высокоразрешающая просвечивающая электронная микроскопия (ВРЭМ/HRTEM) с атомарным пространственным разрешением и набором встроенных спектро-

метров для химического анализа (EDX, EELS) является наиболее адекватным методом прямой визуализации и структурно-химического анализа таких объектов. Достоверность и полнота результатов ВРЭМ исследований определяется, главным образом, качеством тонких прозрачных для проходящих электронов фольг, изготавливаемых из многослойных гетероструктур в виде поперечных срезов. Качество фольги характеризуется отсутствием артефактов препарирования, толщиной, обеспечивающей реализацию атомного разрешения, и наличием достаточно больших участков для изучения латерального и вертикального распределения структурных элементов и дефектов в материале.

К настоящему времени разработано множество разнообразных методов изготовления образцов для ВРЭМ с помощью ионного травления [1,2], специфика которых обусловлена размерными и физико-химическими особенностями исследуемых материалов. Используемые методы включают ионное травление в широком пучке ионов Ar^+ либо фокусированным ионным пучком (ФИП). Универсальность и локальность метода ФИП, использующего пучки ионов Ga^+ с энергией до 50 keV, обеспечили его широкое применение в большинстве исследовательских лабораторий. Однако этот метод явно уступает травлению в широком пучке ионов Ar^+ с энергией 1–5 keV по толщине аморфного слоя, образующегося на поверхности фольги в процессе травления, и размеру электронно-прозрачных областей для исследу-

дования. На Si-фольгах, приготовленных с помощью обычного ионного травления (3 кВ; 3°) и ФИП, толщина аморфного слоя соответственно составляет около 5 и 22 нм [3], тогда как требуется толщина аморфного слоя ≈ 1 нм для получения высококачественных ВРЭМ изображений на фольгах толщиной ≤ 10 нм. Поэтому нередко после изготовления фольги с помощью ФИП используется дополнительное травление в широком ионном пучке для улучшения ее качества [4].

Метод малоуглового травления в широком пучке ионов Ar^+ [5] достаточно эффективно применяется для изготовления фольг из различных материалов. Поиск новых решений в развитии этого метода продолжается, поскольку инициируется стремлением к упрощению способа, сокращению затрат времени на изготовление образцов и повышению качества фольги. Во всех случаях основными требованиями к получению высококачественных образцов являются большая площадь прозрачных для электронов участков фольги, отсутствие артефактов [6] и минимальная толщина аморфного слоя [1,3] на поверхности фольги.

Образы для ВРЭМ обычно представляют собой сэндвич из склеенных эпоксидной смолой двух частей исходного образца. С целью обеспечения достаточной механической прочности образцов их чаще всего замуровывают в оправку в виде металлической [7,8] или кварцевой [9] трубки. В других случаях их закрепляют в специальной Ti-сеточке [5] или в блоке с дополнительными фиктивными пластинами [10]. Однако в этих случаях увеличивается количество материалов с различными механическими характеристиками или значительно увеличивается площадь эпоксидной смолы. Другой подход заключается в креплении образца к несущей сетке с помощью эпоксидной смолы. При этом к сетке крепится либо тонкая (5–10 μm) плоскопараллельная пластина после полной механической обработки образца [2,11,12], либо толстая пластина с последующей механической полировкой ее второй стороны [13]. Использование обкладок вокруг образца [2,5,8,11,14] способствует в некоторой степени защите его от разрушения, но преимущественно они выполняют дополнительные функции. Например, обкладки из Si обеспечивают контроль толщины [13] или минимизируют скругление краев образца [7], а стеклянные — позволяют наблюдать за элементами конструкции прибора в процессе шлифования [5]. Практический опыт показывает, что перечисленные подходы не гарантируют достаточную надежность предохранения образца от разрушения и, кроме того, существенно усложняют выполнение операций с фиксацией образца на разного рода носителях.

Сокращение затрат времени на изготовление образца достигается в основном за счет стадии ионного травления, что требует изготовления предельно тонкого образца на предварительной стадии. Для быстрого ионного травления и лучшего качества фольги образцы должны быть толщиной $\leq 1 \mu\text{m}$, что практически достигается

при изготовлении полусферической лунки на плоскопараллельной пластинке [15].

Большое разнообразие в схемах и режимах ионного травления обусловлено стремлением не только к уменьшению времени травления образца, но и к минимизации таких сопутствующих эффектов, как трансформация рельефа (топологические изменения), аморфизация приповерхностного слоя и переосаждение фольги [1] в процессе ионного травления. Трансформация поверхности фольги в процессе травления вызвана более быстрым распылением эпоксидной смолы по сравнению с полупроводниковыми материалами, что приводит к образованию в образце клиновидного профиля вдоль линии эпоксидной смолы. При двухсекторном ионном травлении этот эффект приводит к образованию дырки в виде узкой щели, вытянутой вдоль эпоксидного слоя, и канавок на обеих сторонах фольги [16]. Форма боковых стенок в таких канавках оказывается очень разнообразной [17] и неконтролируемой. Неблагоприятным следствием такой формы фольги является положение тонких участков, пригодных для ВРЭМ исследования, далеко от центра дырки, поскольку там сохраняется эпоксидная смола, защищающая эпитаксиальный слой от стравливания. По этой причине площадь прозрачных участков оказывается довольно маленькой и сами участки имеют сильно выраженную клиновидную форму. Кроме того, практически невозможно предсказать заранее место начальной перфорации образца и форму дырки, что исключает возможность прицельного формирования тонкого места фольги в заданной области образца.

В работах [16,17] были выполнены модельные расчеты для оценки изменения топологии поверхности материала при малоугловом ионном травлении. Было получено хорошее соответствие расчетных и экспериментальных профилей травления и сделано заключение о том, что в режиме односекторного ионного травления может быть получена фольга с оптимальными тонкими участками. В ряде работ [5,11,14] были предложены различные схемы предварительной подготовки образцов для ионного травления в односекторном режиме. Представленные экспериментальные результаты демонстрируют предпочтительность односекторного ионного травления для получения больших прозрачных участков фольги. Однако эти данные пока не позволяют в полной мере описать различные варианты трансформации поверхности фольги в зависимости от условий травления. Это обстоятельство требует детального изучения особенностей взаимодействия ионных пучков с образцами, имеющими узкий слой эпоксидной смолы.

Анализ рассмотренных методов, список которых далеко не исчерпывает всего имеющегося многообразия, показывает, что последнее обусловлено, во-первых, значительным различием механических свойств и размеров исследуемых материалов, а во-вторых, разнообразием используемого оборудования в той или иной лаборатории. В настоящей работе представлен простой и универсальный метод изготовления поперечных срезов

из эпитаксиальных гетероструктур на основе Si, Ge, III–V-материалов, GaN и сапфира, который может быть осуществлен с использованием различного оборудования и на разных твердых материалах.

1. Оборудование, материалы и методы

Используется традиционный подход, включающий изготовление тонкой плоскопараллельной пластины с полусферической лункой и финишное ионное травление под малым углом в широком пучке ионов Ar^+ . Комплекс применяемого оборудования состоит из отрезного станка с алмазной дисковой пилой Minitom (Struers), шлифовального станка Minimet 1000 (Buehler), полировального станка Dimple Grinder Model 656 (Gatan) и установки ионного травления PIPS Model 691 (Gatan). Особенности выполнения отдельных процедур представлены в разд. 2.

Предлагаемый метод был использован нами в исследованиях множества различных гетероструктур, в настоящей работе для демонстрации достигаемых результатов выбраны гетероструктуры, существенно различающиеся по физическим свойствам входящих в них материалов. Для твердых материалов использовались созданные методом прямого сращивания пластин многослойные структуры на основе Si и сапфира (Al_2O_3), входящих в них в качестве слоя или подложки. Для мягких материалов использовались гетероструктуры GaAs/AlAs/InSb/AlAs/GaAs(001), выращенные методом молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ), содержащие нанометровые слои различных III–V-соединений. Для проверки влияния различия скорости ионного травления материалов (эффект преимущественного распыления) на электронно-микроскопический контраст вблизи интерфейса использовалась гетероструктура $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{In}_{0.53}\text{Ga}_{0.47}\text{As}/\text{InP}(001)$, выращенная методом МЛЭ, которая характеризуется наибольшим различием механических свойств сопрягаемых материалов. Образцы были выращены в лабораториях Института физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН. Исследование изготовленных фольг проводилось методом ВР-ЭМ на просвечивающем электронном микроскопе Titan 80–300 (FEI).

2. Основные процедуры и особенности выполнения

2.1. Размеры образца, склеивание и резка

В данном методе мы используем короткие ($\sim 2\text{ mm}$) заготовки поперечных срезов, которые приклеиваются к несущей сетке после полного завершения механической обработки образца. Такой подход обеспечивает защиту образца от разрушения при помещении его в держатель установки ионного травления или электронного микроскопа за счет исключения механического

контакта образца с подвижными деталями держателей. Склеивание двух частей исходного образца проводится лицевой стороной навстречу друг другу, что обеспечивает защиту рабочей поверхности от распыления в процессе ионного травления. В отдельных случаях одна часть сэндвича может быть заменена фиктивной пластиной из Si, стекла или иного материала. Склеивание обычно осуществляется с помощью специальных эпоксидных смол: Araldite 2011 (Huntsman, USA), Glue G-1 Epoxy (Gatan, USA), M-Bond 610 (Agar Scientific, USA), Epoxy Bond 110 (Allide, USA). Эпоксидная смола Epoxy Bond 110 имеет явное преимущество перед остальными благодаря оптимальному сочетанию таких свойств, как минимальная вязкость смеси в течение более 30 min и быстрое (3–5 min) отверждение смолы при нагреве до 130°C – 150°C , сопровождающееся изменением ее цвета от исходно желтого до темно-красного при полном отверждении. Процедура склеивания сэндвича включает нанесение эпоксидной смолы Epoxy Bond 110 на одну из частей заготовки, притирку и выравнивание обеих частей сборки вдоль выбранного направления $\langle 110 \rangle$, последующее крепление заготовки в пружинное зажимное устройство и прогрев на электроплитке.

Резка образца ($10 \times 10\text{ mm}$) проводится дисковой алмазной пилой в две стадии: сначала вырезается полоска шириной около 2 mm параллельно выбранному направлению $\langle 110 \rangle$; затем полоска нарезается перпендикулярно этому направлению на несколько срезов шириной $\leq 1\text{ mm}$. Для резки заготовок поперечных срезов сэндвич закрепляется на пластинке стекла с помощью термопластика (например, Thermoplastic for mounting thin sections, Buehler).

2.2. Плоская шлифовка/полировка

В качестве держателя образца, обеспечивающего обработку его на разных станках, мы использовали металлические и кварцевые бочонки (цилиндр диаметром 9.5 mm и высотой 10 mm) фирмы Gatan. Для плоской шлифовки образцов малых размеров ($\leq 3\text{ mm}$) использовали станок Minimet 1000, оснащенный приставкой для изготовления прецизионных тонких шлифов, состоящей из двух дисков, разделенных обоймой с шариками (рис. 1, а). Нижний диск А неподвижный, на него накладывается полировальный диск В диаметром 53 mm. Верхний диск С подвижный, несет микровинт, на котором крепится образец. Для использования этого станка с держателем в форме бочонка была изменена форма микровинта в области крепления образца. В нижней части микровинта (рис. 1, б) был выточен канал D диаметром 9.5 mm и глубиной 8 mm для свободного введения в него бочонка (без механической фиксации в микровинте). Стенки бочонка предварительно смазываются вязкой массой (вакуумная смазка или вазелин) для предотвращения выпадения бочонка из канала при размещении верхнего диска над полировальником.

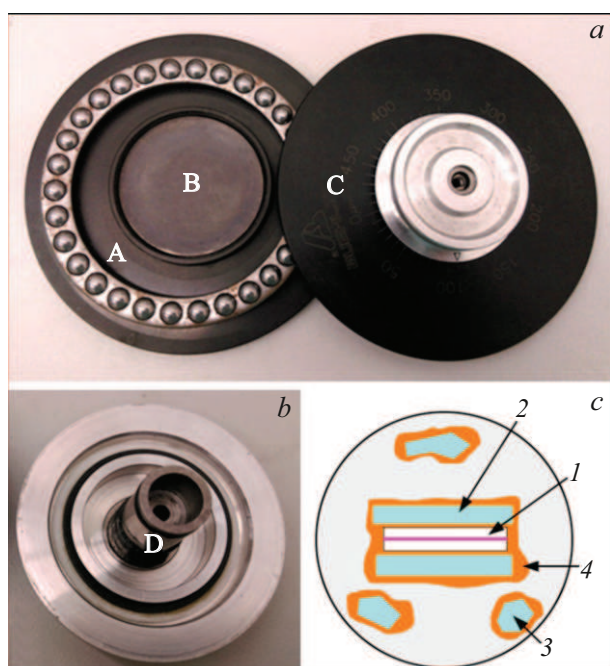


Рис. 1. *a* — общий вид приставки для изготовления прецизионных тонких шлифов: А — нижний неподвижный диск; В — шлифовальный диск; С — верхний подвижный диск с микровинтом; *b* — вид нижней части микровинта с каналом (D) для бочонка; *c* — схема размещения образца и вспомогательных материалов на рабочей поверхности держателя (бочонка): 1 — образец; 2 — обкладки; 3 — опорные части; 4 — воск (термопластик).

Для компенсации качания бочонка в канале микровинта в процессе шлифовки полезно использовать вспомогательные материалы, которые располагаются на рабочей поверхности бочонка (рис. 1, *c*). Образец 1 крепится с помощью воска 4 в центре бочонка вместе с плотно прилегающими обкладками 2, а на периферии крепятся опорные части 3 произвольной формы. В качестве вспомогательных материалов использовались кусочки колотых пластин Si или стекла. Модификация приставки для изготовления прецизионных тонких шлифов в сочетании с данной схемой крепления образца на бочонке обеспечивает плоскую шлифовку/полировку образца размером 10×10 мм с точностью удаления материала $\sim 5 \mu\text{m}$. Использование опорных частей на периферии рабочей поверхности бочонка полезно во всех случаях, когда бочонок с образцом не фиксируется в станке каким-либо механическим способом. И, наоборот, при жесткой фиксации держателя образца в станке (например, многофункциональный станок Leica EM TXP) использование опорных частей не требуется.

Для планаризации поверхности образца с сильно развитым рельефом или удаления большой толщины материала ($> 200 \mu\text{m}$) использовались металлические диски с алмазными микрокристаллами размером от 9 до $30 \mu\text{m}$ (UltraPrep Diamond Discs, Buehler). Для более деликат-

ной шлифовки и полировки образцов использовали гибкие самоклеящиеся алмазные пленки (например, UltraPrep Diamond Lapping Films, Buehler). После планаризации обработка исходной (первой) поверхности заготовки проводилась многоступенчатой полировкой на глубину до $100 \mu\text{m}$ с постепенным уменьшением размера алмазных зерен от 6 до $0.5 \mu\text{m}$. Обработка обратной стороны заготовки проводилась по аналогичной схеме с финишной обработкой на алмазной пленке $3 \mu\text{m}$ до получения плоскопараллельной пластинки толщиной $30\text{--}50 \mu\text{m}$.

2.3. Полировка полусферической лунки

На следующем этапе, сразу после завершения плоской полировки второй стороны заготовки, на ней изготавливается полусферическая лунка. Для полировки лунок используется металлическое колесо с покрытием из самоклеящейся ткани для финишной полировки (например, MasterTex, Buehler), узкая (шириной 2 мм) полоска которой наклеивается на внешнюю поверхность колеса (рис. 2, *a*). Алмазная паста (например, MetaDi II, Buehler) с размерами зерна 3 или $1 \mu\text{m}$ наносится на ткань с помощью соответствующего растворителя (MetaDi). Для полировки твердых материалов, в частности, сапфира, на колесо наклеивается полоска гибкой алмазной пленки, которая используется при плоской полировке (рис. 2, *a*). Полировка лунки в Si ведется до получения ярко-красного или желтого пятна на дне лунки при наблюдении в оптическом микроскопе на просвет (рис. 2, *b*), что соответствует толщине $1\text{--}3 \mu\text{m}$. В случае работы с непрозрачными III–V-материалами измерение толщины образца на дне лунки осуществляется с помощью оптического микроскопа по разности фокусировки на образец и поверхность бочонка (с учетом толщины воска под образцом $\approx 2\text{--}5 \mu\text{m}$). В случае прозрачных материалов измерение толщины также осуществляется по разности фокусировки, но при наблюдении обратной стороны (например, царапин) через образец. При полировке полусферической лунки обкладки выполняют две важные функции:

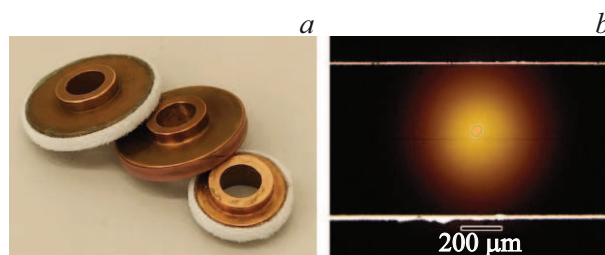


Рис. 2. Металлические колеса с наклеенными полосами полировальной ткани MasterTex и гибкой пленки UltraPrep Diamond Lapping Film (*a*), оптическое изображение поперечного среза в проходящем свете (*b*). Светлые полосы — зазоры между образцом и обкладками.

1) стабилизируют положение вращающегося колеса в лунке, что способствует достижению совершенной поверхности лунки;

2) существенно снижают загрязнение полирующего материала воском.

Для обеспечения высокой точности позиционирования центра лунки на образце необходимо выполнение нескольких условий. Желательно использовать монокулярный микроскоп вместо стереобинокулярного, входящего в комплект станка. Требуется юстировка шлифовального круга для точного совмещения точки контакта круга с осью вращения столика, поскольку заводская настройка не является одинаковой для кругов разного диаметра. Требуется визуальный контроль положения оси вращения столика при каждой установке образца, что легко обеспечивается при использовании более быстрого (100 rpm) двигателя магнитного поворотного стола. Выполнение этих условий в совокупности обеспечивает возможность многократного просмотра образца в отдельном оптическом микроскопе на промежуточных этапах полировки с гарантией надежной и точной его фиксации на станке для продолжения процедуры. Такой просмотр образца позволяет получить объективную информацию об изменении его толщины, а также при необходимости скорректировать положение лунки относительно линии склеивания.

2.4. Крепление образца на несущую сетку

Сетки с эллиптическим (2×1.5 mm) центральным отверстием (например, PELCO® Slot Grids) оптимальны для работы с эпитаксиальными структурами. После завершения полировки лунки, когда образец остается замурованным в слое воска заподлицо, на края образца наносятся маленькие капельки эпоксидной смолы холодного отверждения и на них накладывается сетка. После корректировки положения сетки относительно дна лунки она мягко прижимается к образцу. На этой стадии окружающие образец обкладки выполняют еще одну важную функцию — помогают плоско прижать сетку к образцу, что исключает неконтролируемое отклонение поверхности образца от заданного угла при ионном травлении. В таком состоянии бочонок остается до полного затвердевания эпоксидной смолы. Затем бочонок помещается в емкость с ацетоном до полного растворения воска, после чего сетка с образцом свободно отваливается от бочонка.

3. Экспериментальное изучение процесса ионного травления

3.1. Принципиальные особенности процесса ионного травления при некоаксиальном расположении ионных пушек

При коаксиальном расположении ионных пушек в установках ионного травления (например,

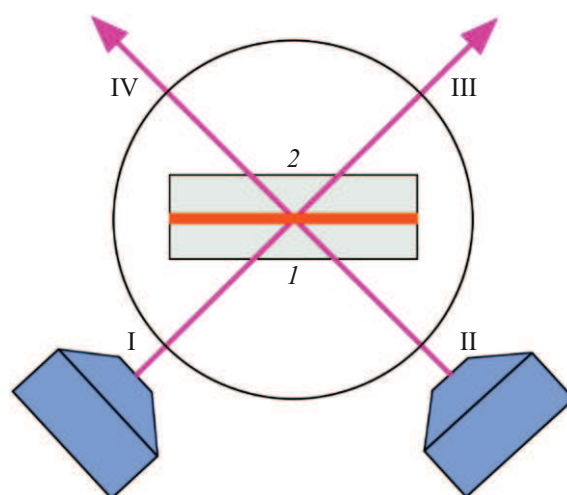


Рис. 3. Исходное положение образца в установке PIPS-691 при помещении держателя в рабочую камеру. Образец представляет собой поперечный срез, состоящий из двух частей (1,2), разделенных слоем эпоксидной смолы. Линия I—III соответствует оси левой пушки, линия II—IV соответствует оси правой пушки.

Fischione 1010) они располагаются на одной оси навстречу друг другу и при качании или неподвижном положении образца реализуется схема встречных ионных пучков. Некоаксиальное расположение ионных пушек (рис. 3) реализуется в установках с малыми размерами рабочей камеры, тогда пушки располагаются в горизонтальной плоскости и под большим углом между их осями (например, PIPS model 691, Fischione 1051). В этом случае используется модуляция токов ионных пучков в процессе травления. Это означает, что каждая ионная пушка работает только в пределах сектора $\pm 30^\circ$ относительно положения оси пушки перпендикулярно к линии склейки на образце, и выключается на время работы другой пушки.

В режиме односекторного (Single) травления каждая пушка работает один раз за полный оборот образца. С момента включения ионных пушек сначала работает левая пушка (положение образца I), затем она выключается и образец проворачивается в следующее рабочее положение, в котором работает правая пушка (положение образца II). Далее образец ускоренно проходит остальную часть круга при неработающих пушках. В этом режиме ионные пучки направлены на образец в одном и том же направлении (1–2) относительно линии склейки. В режиме двухсекторного (Double) травления каждая пушка работает два раза за один оборот. В результате ионный пучок падает на обрабатываемую поверхность в прямом и обратном направлениях: в положениях I (направление 1–2) и III (направление 2–1) для левой пушки; в положениях II (направление 1–2) и IV (направление 2–1) для правой пушки.

3.2. Трансформация формы образца в процессе распыления

В самом простом случае — при непрерывном ионном травлении монокристаллического образца — на его плоской поверхности образуется конусовидная лунка вследствие гауссова распределения плотности ионов в пучке. Однако профиль травления кардинально меняется при наличии в образце слоя эпоксидной смолы. В режиме односекторного травления плоская поверхность образца изменяется с образованием канавки (рис. 4, А-1) на дальней границе эпоксидного слоя с исследуемым материалом. Это происходит потому, что эпоксидная смола распыляется быстрее материала образца, и обнаженный угол образца, в свою очередь, распыляется с большей скоростью, чем остальные участки. В результате на дальней части образца образуется наклонная стенка, линия пересечения которой с поверхностью образца хорошо наблюдается на мониторе установки ионного травления или в оптическом микроскопе (изогнутая сплошная линия). Линия наклонной стенки имеет выгнутую форму в соответствии с профилем распределения плотности ионов в пучке: максимум смещения стенки от границы кристалла с эпоксидной смолой соответствует положению центра ионного пучка на образце. При двустороннем ионном травлении на образце формируется клиновидный профиль, причем ближняя к ионным пушкам часть образца остается плоскопараллельной, а в дальней части развивается клин (рис. 4, А-2). Линия стенки, образующейся на нижней стороне образца, показана изогнутой пунктирной линией. Видно, что только для ближней к ионной пушке части образца угол падения ионного пучка соответствует заданному углу. В этом режиме травления смещение наклонной стенки на обеих сторонах образца происходит в одном направлении относительно линии склеивания. Оптические изображения такой экспериментальной фольги представлены на рис. 5.

В режиме двухсекторного травления трансформация рельефа на каждой поверхности образца происходит аналогичным образом, с той лишь разницей, что обе его части трансформируются поочередно при каждом повороте образца на 180° . В результате на обеих поверхностях образца формируется рельеф в форме канавки с наклонными боковыми стенками (рис. 4, В), а на мониторе на верхней поверхности наблюдается рисунок в виде двух изогнутых кривых, которые, как правило, не являются симметричными относительно линии склейки. Крутизна наклонных стенок в этом режиме ионного травления больше, чем в режиме односекторного травления, из-за частой смены направления ионного пучка.

С учетом установленной закономерности трансформации профиля образца при ионном травлении, схема травления во встречных пучках представляется оптимальной. В этом случае фольга должна быть равномерной

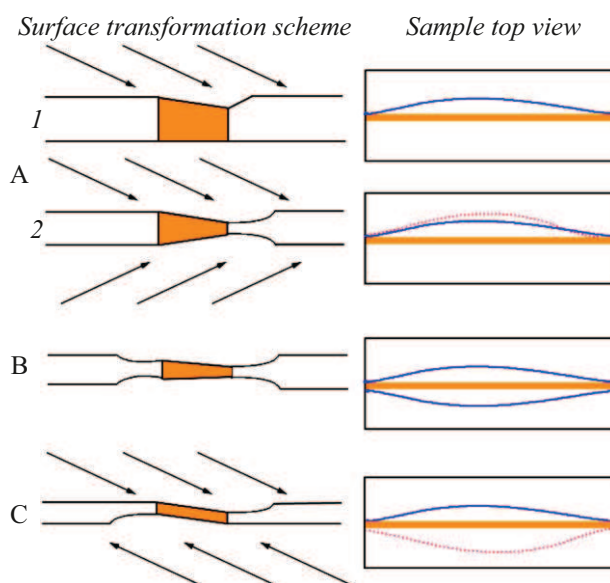


Рис. 4. Трансформация поверхностей образца при ионном травлении в различных режимах: А — односекторное травление: А-1 — одностороннее; А-2 — двухстороннее; В — двухсекторное травление (двухстороннее); С — встречные пучки: двухстороннее травление неподвижного образца.

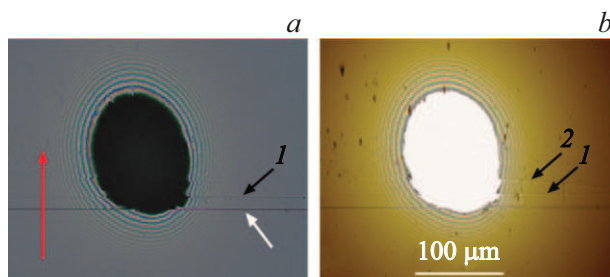


Рис. 5. Оптические изображения фольги, изготовленной в установке PIPS-691 в режиме односекторного травления: а — светлоспольное на отражение; б — на просвет. Отметки: 1 и 2 — линии стенок на верхней и нижней поверхностях образца; красная стрелка — направление ионных пучков; белая стрелка — слой эпоксидной смолы.

по толщине на большей площади, поскольку движение наклонных стенок на верхней и нижней поверхностях образца происходит в противоположных направлениях относительно линии склеивания. Профиль такой фольги схематически представлен на рис. 4, С. Подобный эксперимент был выполнен нами на установке Fischione 1010 с неподвижным образцом. На рис. 6 показано оптическое изображение на просвет изготовленной фольги. Следует обратить внимание на нормальное пересечение края фольги со слоем эпоксидной смолы, т.е. без образования глубокого протравливания вдоль эпоксидного слоя.

В установке PIPS-691 ионное травление во встречных пучках можно было бы получить в односекторном режиме, если бы правая ионная пушка включалась

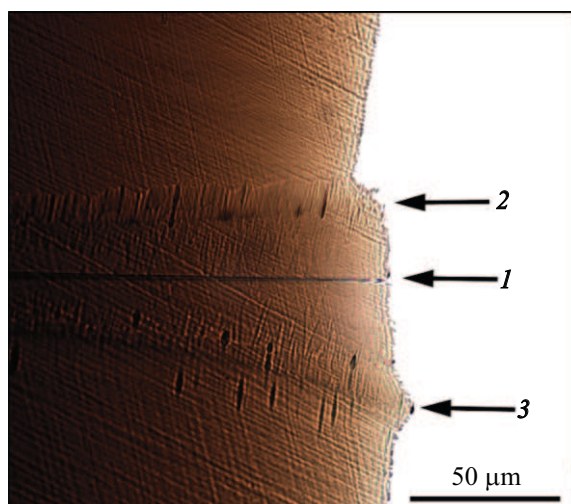


Рис. 6. Оптическое изображение на просвет Si фольги, изготовленной в установке Fischione 1010: 1 — слой эпоксидной смолы; 2,3 — линии стенки на противоположных сторонах образца.

в IV положении образца вместо положения II (рис. 3), что невозможно осуществить в автоматическом режиме. Однако подобный эксперимент может быть осуществлен вручную на неподвижном образце, если проводить травление одной пушкой, периодически поворачивая образец на 180° и меняя положение пушки относительно образца. Такой эксперимент был осуществлен нами, а также ранее в работе [5]. Результаты этих опытов явно подтверждают эффективность травления во встречных пучках для увеличения площади прозрачных участков.

3.3. Типичные профили трансформации поверхности образца

Рассмотренные выше варианты трансформации профиля образца были представлены для идеального случая, когда ионные пучки хорошо сведены в точке, совпадающей с осью вращения образца, и линия склейки точно располагается в этой точке. Эти два фактора существенно влияют на профиль травления образца. В установке PIPS-691 регулировка ионных пучков выполняется с помощью флуоресцентного экрана, на центральную точку которого ионные пучки выводятся при визуальном контроле. Закрепление образца в держателе должно быть выполнено так, чтобы при размещении держателя в рабочей камере линия склейки совпадала с осью вращения держателя. Вследствие отсутствия какой-либо регулировки, выполнение этой операции также весьма проблематично. Поэтому в зависимости от точности/неточности настройки ионных пучков и позиционирования образца в держателе возможны различные варианты профилирования поверхности, которые можно наблюдать на верхней поверхности образца на мониторе

непосредственно в процессе ионного травления. Наиболее наглядно особенности профилирования поверхности образца выявляются при использовании двухсекторного режима травления. При точном позиционировании линии склейки на оси вращения и ионных пучков в центре экрана на поверхности образца образуется канавка с симметрично расположенными относительно линии склейки наклонными стенками (рис. 7, *a*). Если имеется смещение точки пересечения ионных пучков от центра по линии, перпендикулярной линии склейки, образуется канавка асимметричной формы (рис. 7, *b*). Если же имеется смещение точки пересечения ионных пучков от центра вдоль линии склейки, образуется канавка сложной формы в виде „восьмерки“ (рис. 7, *c*). Возможен также и другой вариант, когда ионные пучки точно выведены на центральную точку экрана, но имеет место смещение линии склейки относительно оси вращения образца. Тогда образуется асимметричная канавка примерно такой же формы, как показано на рис. 7, *b*. В общем случае несовпадение профилей травления на верхней и нижней поверхностях образца приводит к непредсказуемости формы и места появления дырки в образце. Поэтому ионное травление в односекторном режиме представляется предпочтительным, поскольку обычно приводит к образованию дырки округлой формы и создает незначительное протравливание фольги вдоль линии склейки (рис. 5).

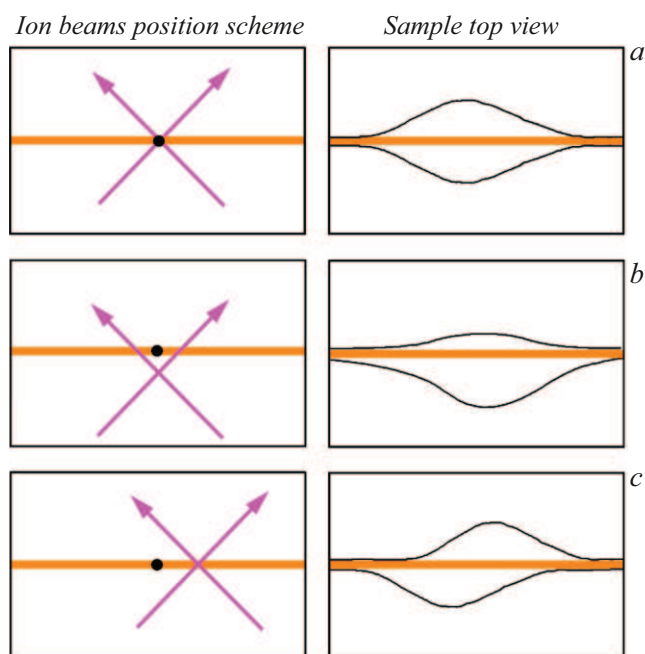


Рис. 7. Схемы профилирования верхней поверхности образца при ионном травлении в двухсекторном режиме в зависимости от позиционирования точки пересечения ионных пучков относительно оси вращения образца: *a* — точно на оси; *b* — смещение перпендикулярно линии склейки; *c* — смещение параллельно линии склейки.

4. Прикладные результаты и обсуждение

Для демонстрации метода мы использовали ионное травление в односекторном режиме и проводили процессы при следующих условиях: ускоряющее напряжение 3–5 кВ; ионный ток 40–60 μA ; угол падающего пучка 3–7°. После перфорации образца и выхода края фольги в интересующую область проводилось финишное ионное травление в течение 1 min при тех же параметрах, но в режиме непрерывной работы пушек. Как правило, продолжительность всего процесса ионного травления варьируется в интервале 5–30 min в зависимости от толщины образца и параметров ионного травления. Для используемых параметров ионного травления толщина аморфного слоя на поверхности Si фольги достигает 3–5 nm.

Представленный метод является универсальным и может быть применен к различным материалам, отличающимся по механическим свойствам (твердость/хрупкость) и прозрачности для видимого света. Кремний в этом отношении представляется модельным материалом благодаря своей средней твердости по шкале Мооса (7 единиц) и прозрачности при толщине менее 10 μm . Большинство полупроводниковых материалов являются более мягкими, включая Ge (6 единиц) и ряд бинарных III–V соединений и их твердых растворов (например, GaAs — 4.5 единицы). Работа с этими материалами не представляет особых проблем, за исключением того, что точное измерение толщины образца в лунке оказывается более трудным при работе с непрозрачными для видимого света материалами. Несколько труднее оказывается работа с твердыми материалами, такими как AlN (7–8 единиц), SiC (9.4 единицы) и сапфир (9 единиц), которые отличаются высокой хрупкостью при толщине менее 5 μm . Однако использование для обработки твердых материалов гибких дисков с алмазным покрытием как при плоской полировке, так и при полировке лунки обеспечивает рутинное изготовление образцов достаточно малой толщины (1–3 μm).

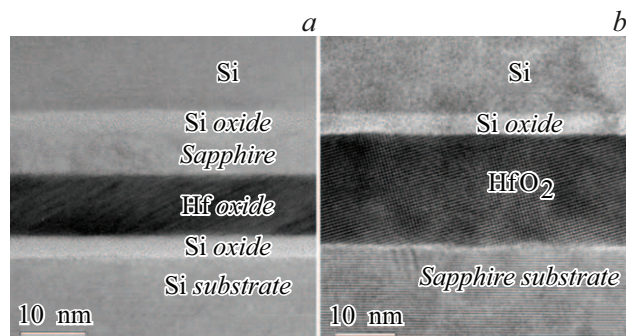


Рис. 8. ВРЭМ изображения многослойных структур: *a* — Si/SiO_x/Sapphire/HfO_x/SiO_x/Si-подложка; *b* — Si/SiO_x/HfO₂/Sapphire-подложка.

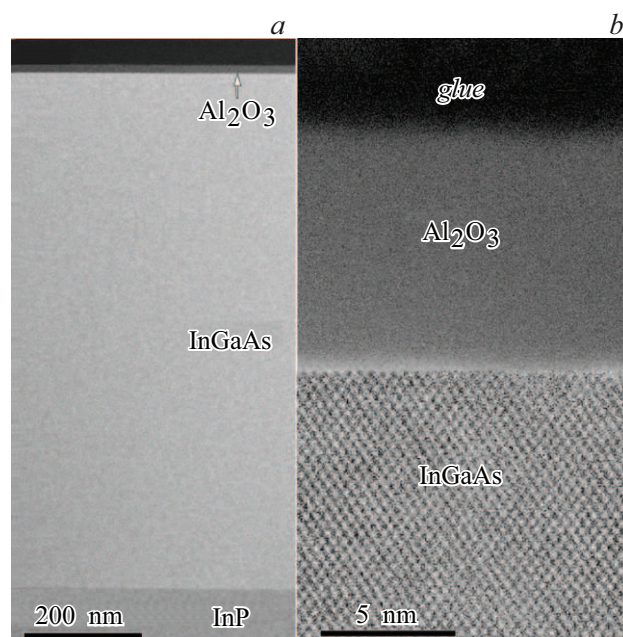


Рис. 9. *a* — просвечивающее растровое электронно-микроскопическое (ПРЭМ) изображение гетероструктуры Al₂O₃/In_{0.53}Ga_{0.47}As/InP(001); *b* — ВРЭМ изображение верхней границы.

На примере многослойных структур, содержащих Si и сапфир в качестве слоя или подложки, показана возможность получения однородных по толщине участков фольги, обеспечивающих наблюдение на ВРЭМ изображениях кристаллической решетки сопрягающихся материалов, таких как Si; SiO_x; HfO₂; Al₂O₃ (рис. 8). Отмечаем отсутствие на участках подложки из сапфира (рис. 8, *b*) контраста от артефактов в виде светлых точек, типичных для оксидных материалов [1], благодаря длительности ионного травления менее 30 min. Также отмечаем однородность толщины фольги на всех границах раздела, где формально может формироваться скачок толщины из-за разной скорости травления контактирующих материалов. На рис. 9 демонстрируется однородный электронно-микроскопический контраст вдоль границы раздела Al₂O₃/In_{0.53}Ga_{0.47}As, что свидетельствует об однородности толщины фольги даже в области сопряжения материалов с существенно разной твердостью. Наблюдаемый результат, вероятнее всего, также обусловлен довольно коротким временем ионного травления.

Для более мягких материалов на рис. 10 показана в качестве примера многослойная гетероструктура GaAs/AlAs/InSb/AlAs/GaAs(001) со слоями нанометровой толщины. Данный экспериментальный результат подтверждает получение больших прозрачных участков фольги, а также ее высокое качество в области слоя InSb, как материала, характеризующегося высокой чувствительностью к ионному травлению. В приведенном образце протяженность прозрачных участков вдоль

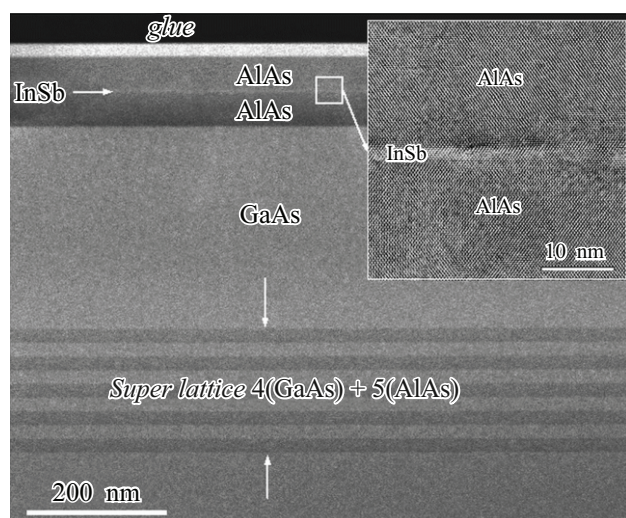


Рис. 10. ПРЭМ изображение гетероструктуры GaAs/AlAs/InSb/AlAs/GaAs(001); вставка — ВРЭМ изображение выделенной области.

поверхности гетероструктуры превысила $20\text{ }\mu\text{m}$, что вполне достаточно для получения достоверной информации о структуре современных эпитаксиальных гетероструктур. В глубину образца тонкие края фольги обычно простираются до $200\text{ }\mu\text{m}$ и более. Приведенные размеры тонких участков фольги, не являющиеся максимально достижимыми, по протяженности вдоль поверхности образца в несколько раз превышают соответствующие участки, получаемые в двухсекторном режиме ионного травления.

Практический опыт использования представленного метода позволяет сформулировать ряд преимуществ и особенностей его применения. Механическая прочность образца надежно обеспечивается его малой длиной ($\sim 2\text{ mm}$), что ранее не применялось в опубликованных работах, и креплением к несущей сетке. Использование одного держателя образца в форме цилиндра (бочонка) на всех этапах механической шлифовки/полировки, осуществленное нами впервые, существенно сокращает временные затраты на эти операции. Кроме того, оптимальный диаметр ($\sim 10\text{ mm}$) бочонка позволяет одновременно обрабатывать несколько (2–10) образцов на первом этапе их шлифовки/полировки. Использование колеса с наклеенной гибкой алмазной пленкой для получения лунки на образце также является оригинальным и оказывается особенно эффективным при полировке твердых материалов.

При использовании ионного травления в односекторном режиме формирование лунки на образце является обязательным условием для получения перфорации вблизи эпоксидного слоя. Важно, что в этом случае качество фольги практически не зависит от толщины эпоксидного слоя, поскольку для исследования преимущественно используется ближайшая к работающим ионным пушкам половина образца, где угол наклона

пучка соответствует заданному значению и отсутствует искажение рельефа. Однако возможность исследования образца на второй его половине не исключается, хотя ее поверхность претерпевает наибольшие изменения. Такая возможность становится более реальной с уменьшением толщины эпоксидного слоя.

При ионном травлении широким пучком особого внимания заслуживает эффект переосаждения фольги. Интенсивность этого эффекта зависит, главным образом, от плотности ионного пучка и периодического затенения отдельных участков фольги при вращении образца. Уменьшение плотности ионов в пучке неизбежно приводит к увеличению переосаждения распыленных материалов на поверхности фольги. По этой причине на заключительном этапе мы не применяли снижение энергии ионов, обычно рекомендуемое для уменьшения толщины аморфного слоя [5], поскольку в установке PIPS-691 уменьшение ускоряющего напряжения приводит к значительному снижению тока ионного пучка. Кроме того, на заключительном этапе травления не уменьшали угол падения пучка, поскольку в таком случае отдельные участки фольги периодически попадают в область затенения. Вместо этого финишное ионное травление проводили в непрерывном режиме с сохранением исходных параметров в течение 1 min. В результате при постоянном угле травления и достаточно высокой плотности ионного пучка (ток ионов $\sim 50\text{ }\mu\text{A}$) переосаждение обычно не наблюдалось или было незначительным. Очевидно, что такой подход является оптимальным в случае использования ионных пушек с низкой плотностью ионного пучка при малых ускоряющих напряжениях (PIPS model 691; Fischione 1010). Иной подход был осуществлен в недавно опубликованной работе [18], где была продемонстрирована возможность существенного снижения эффекта переосаждения за счет увеличения угла наклона пучка (исключается эффект затенения участков фольги) с одновременным снижением ускоряющего напряжения до 100 V (уменьшение толщины аморфного слоя) на заключительном этапе ионного травления перфорированного образца. В этой работе была использована система ионной полировки Gatan PIPS II (модель 695), в которой ионные пушки обеспечивают поддержание высокой плотности пучка при снижении ускоряющего напряжения.

Отметим и другие особенности установки PIPS II (изложенные в информационных бюллетенях Gatan), которые, по нашему мнению, также позволяют существенно повысить качество фольг. В установке используется X-, Y-координатный столик для перемещения образца внутри рабочей камеры в пределах $\pm 0.5\text{ mm}$ для его точного позиционирования на оси вращения. Создана возможность программного управления последовательностью включения ионных пушек при модуляции ионных пучков, что формально позволяет реализовать режим ионного травления во встречных пучках. На данный момент этот режим травления на установке PIPS II никем не

был реализован, поскольку мы впервые представляем его описание и схему реализации.

Универсальность представленного метода заложена также в его потенциальных возможностях применения для исследования специфических объектов. Например, при исследовании образцов с одиночными малоразмерными неоднородностями (диаметром $< 10\ \mu\text{m}$), такими как элементы интегральных схем или ростовые макродефекты на поверхности гетероструктур, метод используется для прицельного изготовления как поперечных, так и продольных срезов. Высокая точность позиционирования центра лунки на образце и использование режима односекторного ионного травления обеспечивают надежное получение электронно-прозрачных участков фольги в заданной локальной области.

Заключение

В представленном методе подготовки образцов для ВРЭМ с помощью малоуглового травления в широком Ag^+ ионном пучке реализован ряд оригинальных решений, способствующих упрощению процедур, связанных с механической обработкой материалов, повышению надежности защиты образца от разрушения и получению высококачественных фольг из многослойных структур, содержащих материалы с сильно различающимися прочностными характеристиками. Выполнение ионного травления на установке PIPS (model 691) в режиме односекторного травления, обоснованное на базе результатов изучения трансформации рельефа образца в процессе ионного травления, наряду с рекомендуемой схемой травления обеспечивает получение фольг с большими по площади прозрачными для проходящих электронов участками и минимальными эффектами дифференцированной скорости травления различающихся по химическому составу материалов в сопрягающихся слоях и пересадки расплавленного материала.

Универсальность метода обеспечивается возможностью работы с различными по архитектуре структурами, включая многослойные гетероструктуры, содержащие полупроводниковые материалы, диэлектрики, металлы со слабой адгезией к полупроводникам, а также возможностью применения различного оборудования для выполнения процедур механической обработки и ионного травления. Вместе с тем возможность прицельного изготовления фольг для исследования единичных локальных микронеоднородностей в материалах позволяет совместить локальность, обеспечиваемую обычно методом ФИП, с наблюдением дефектов на более обширной области.

Финансирование работы

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФП СО РАН (FWGW-2025-0014) и на оборудовании ЦКП „Наноструктуры“

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] P.E. Fischione, E.A. Robert, E.A. Williams, A. Genç, H.L. Fraser, R.E. Dunin-Borkowski, M. Luysberg, C.S. Bonifacio, A. Kovács. *Microscopy and Microanalysis*, **23**, 782 (2017). DOI: 10.1017/S1431927617000514
- [2] D.B. Williams, C.B. Carter. *Specimen Preparation*. In: *Transmission Electron Microscopy* (Springer, Boston, MA, 2009), DOI: 10.1007/978-0-387-76501-3_10
- [3] J.P. McCaffrey, M.W. Phaneuf, L.D. Madsen. *Ultramicroscopy*, **87**, 97 (2001). DOI: 10.1016/S0304-3991(00)00096-6
- [4] A. Aitkaliyeva, J.W. Madden, B.D. Miller, J.I. Cole, J. Gan. *J. Nuclear Mater.*, **459**, 241 (2015). DOI: 10.1016/j.jnucmat.2015.01.042
- [5] J.P. McCaffrey, A. Barna. *Microsc. Res. Tech.*, **36**, 362 (1997). DOI: 10.1002/(SICI)1097-0029(19970301)36:5<362::AID-JEMT3>3.0.CO;2-N
- [6] N. Jiang, J.C.H. Spence. *Ultramicroscopy*, **113**, 77 (2012). DOI: 10.1016/j.ultramic.2011.11.016
- [7] R.D.V. Sridhara, K. Muraleedharan, C.J. Humphreys. In A. Méndez-Vilas, J. Díaz (eds.). *Microscopy: Science, technology, education and applications* (Formatex Research Center, Badajoz, Spain, 2010), p. 1232–1244. api.semanticscholar.org/CorpusID:7945310
- [8] E. Müller, F. Krumeich. *Ultramicroscopy*, **84**, 143 (2000). DOI: 10.1016/S0304-3991(00)00026-7
- [9] K. Ostreicher, C. Sung. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **254**, 193 (1991). DOI: 10.1557/PROC-254-193
- [10] J.C. Bravman, R. Sinclair. *J. Electron Microscopy Technique*, **1**, 53 (1984). DOI: 10.1002/jemt.1060010106
- [11] R. Beanland. *Microscopy Today*, **11**, 29 (2003). api.semanticscholar.org/CorpusID:139333579
- [12] M. Tamura, S. Aoki. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **254**, 201 (1991). DOI: 10.1557/PROC-254-201
- [13] L. Weaver. *Microsc. Res. Tech.*, **36**, 368 (1997). DOI: 10.1002/(SICI)1097-0029(19970301)36:5<368::AID-JEMT4>3.0.CO;2-H
- [14] J.H. Yoo, J. Yang. *Appl. Microsc.*, **45** (4), 189 (2015). DOI: 10.9729/AM.2015.45.4.189
- [15] E.M. Zielinski, B. Tracy. *Microsc. Res. Tech.*, **22**, 199 (1992). DOI: 10.1002/jemt.1070220209
- [16] L. Dieterle, B. Butz, E. Müller. *Ultramicroscopy*, **111**, 1636 (2011). DOI: 10.1016/j.ultramic.2011.08.014
- [17] A. Barna. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **254**, 3 (1991). DOI: 10.1557/PROC-254-3
- [18] X. Luo, S. Ding, H. Lu, C. Jin. *J. Microscopy*, **299**, 9 (2025). DOI: 10.1111/jmi.13406