

制备生物材料扫描电镜样品的阴极溅射镀膜技术

顾 耀 文

(中国科学院微生物研究所, 北京)

大多数生物材料在进行扫描电镜观察之前都必须镀一层数十埃至数百埃厚的金属膜, 以增加样品表面的二次电子发生率及导电性。常用的金属材料有金、铂、铝、铬等。镀膜的方法有真空蒸发法及离子阴极溅射技术中的阴极溅射法。

阴极溅射技术虽然比真空蒸发问世更早些, 但将它应用于扫描电镜技术还是较新近的事情。由于阴极溅射技术在扫描电镜样品镀膜中有许多突出的优点, 所以应用日渐广泛, 有取代蒸发镀膜之势。

阴极溅射的基本原理是: 利用低真空下的

气体辉光放电, 电离所产生的气体正离子被阴极加速后打击在作为阴极的溅射源上, 使溅射源的金属原子离开阴极, 经过气体分子散射后而沉积在被镀样品的表面。

一般溅射的真空度在 10^{-1} — 10^{-2} 托, 溅射电压在 500 至数千伏, 电流密度为 0.5 — $1\text{mA}/\text{cm}^2$ 。不同的金属溅射效率相差很大, 金、银、铂是溅射率很高的金属, 而铝却很难溅射。另外, 在一定条件下, 当电压与电流增大时, 溅射速度将明显提高^[1]。

在扫描样品的阴极溅射中, 用金作溅射源是最适宜的, 因为金的溅射效率高, 二次电子发

生率也高,又不会与放电气体反应,不必用专门的惰性气体来置换。

我们研究室的溅射装置是利用原有的 DM-300 型镀膜机(北京仪器厂产品)改装而成的。该机械带有真空清洁用的 3000 伏直流离子轰击电源,只需把原有的轰击环拆下来,改装上自制的溅射台即可以进行溅射(图 1)。选择真空度为 5×10^{-2} 托,样品与阴极距离 3—4cm,

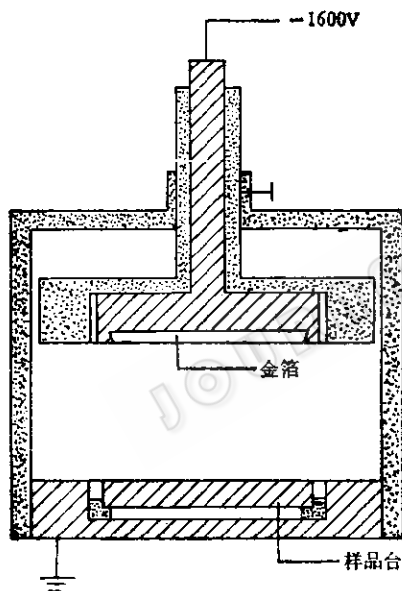


图 1 自制的阴极溅射装置

溅射电压 1600 伏, 溅射电流密度 $0.25-0.5 \text{ mA/cm}^2$, 时间为 2—4 分钟, 效果较好(图版 I)。

溅射台是铝制的, 外加有机玻璃罩绝缘, 溅射源以 0.05—0.1mm 厚的金箔为宜。我们用直径 1mm 的金丝锻压成 0.1mm 左右的薄片拼接成直径为 5cm 的圆面, 效果同样良好。

溅射时改变所用电压及真空度就可以改变和调整溅射速率, 而镀膜的厚度可通过溅射时间来控制, 一般可以用玻璃片来检验, 形成蓝绿色的透明膜即可。

从实际效果看, 阴极溅射镀膜比真空蒸发镀膜有如下优点: ①消耗的贵重金属材料可降低好几倍, ②不需要高真空, 设备和操作都很简单, ③镀膜一次, 全过程为 10 分钟左右, 较为快速, ④所得镀层均匀细密(可测定厚度在 200 埃左右), 死角少, 图象层次清晰, 细节丰富, 不会产生所谓“雪景”而把表面细节覆盖住。

溅射的质量与所用条件及样品本身的性质关系密切, 不应把本文所提到的数据当作不变的最佳条件。

近年来国际市场上已有专门的溅射仪出售, 在一些国产的镀膜机上也开始附有溅射配件, 可以选购来供实验使用。

参 考 文 献

- [1] Marton, L.: *Methods of Experimental Physics, Volume 6 Solid State Physics*, pp129—130. Academic Press Inc. New York. 1959.