

# FIB + SEM/TEM测试机构

产品名称	FIB + SEM/TEM测试机构
公司名称	广分检测技术（苏州）有限公司
价格	.00/件
规格参数	服务内容:一站式检测分析测试服务 服务范围:全国 检测类型:第三方检测
公司地址	江苏省昆山市陆家镇星圃路12号智汇新城B区7栋
联系电话	13545270223

## 产品详情

为充分理解材料的“结构-组成-性能”三要素之间的关系，科学界发展了许多成像和组分分析技术，SEM和TEM就是表征这方面的常用仪器。SEM能够对材料表面的结构形貌和成分组成进行分析，但是无法获取材料内部信息；TEM虽然能够对反映出样品内部及表面信息的薄膜样品进行形貌、成分和结构分析，但是前提是要制备出含有待分析区域的超薄样品，而传统的电镜样品制备方法难以适应纳米材料表征中对特定位置、特定方向制样的严格要求。与之相比，聚焦离子束（focused ion beam, FIB）作为一种超精细样品制备技术，可对金属、合金、陶瓷、矿物、玻璃和有机材料等进行加工，制得宽10~20  $\mu\text{m}$ 宽、10~15  $\mu\text{m}$ 高、100~150 nm厚度的薄片。

基于此，FIB既能对纳米材料的指定位置进行截面处理，从而对内部结构进行SEM形貌分析，又能高效制备指定位置的TEM样品，是联系SEM和TEM之间的桥梁。近年来，由于现代加工技术的小型化趋势，FIB技术越来越广泛地应用于不同领域中的微纳结构制造中，成为微纳加工技术中buketidai的重要技术之一。

### 1. FIB的技术原理

FIB的基本工作原理是用加速的重离子轰击目标材料，使原子从目标材料中溅射出来。溅射过程的效率主要由离子源决定，其必须满足以下两个要求：（1）在给定的加速电压下（通常为30 keV），使用重离子以使动量传递达到Zui大化；（2）离子源原料的熔点和蒸气压都应很低。镓（Ga）作为低熔点金属，熔点仅为29.8 °C，能够很好地满足以上两点要求，因此Ga金属被视为一种常规离子源。

在FIB操作过程中，固体Ga被加热至熔点后，液体Ga通过表面张力流动至探针针尖，从而润湿钨针。在钨jianduan施加强电场后，液态Ga形成直径约2-5 nm的jianduan，jianduan处电场强度高达10<sup>10</sup> V/m。在如此高的电场下，液尖表面的金属离子以场蒸发的形式逸出表面，从而产生Ga<sup>+</sup>离子束流（图1）。

图1 FIB系统的工作原理

## 2. Ga<sup>+</sup>与目标材料的相互作用

Ga<sup>+</sup>作为带电粒子，其和电子一样与目标材料接触时会发生一系列相互作用。当Ga<sup>+</sup>离子与目标材料中原子的原子核碰撞时，会把部分能量传递给原子，使原子移位或完全脱离固体材料表面，这一现象就是溅射，FIB加工中的刻蚀功能就是依靠这一原理实现的。此外，入射的Ga<sup>+</sup>也可能通过级联碰撞释放其动能，并在目标材料表面以下一定距离保持静止，这一过程被称为离子注入。入射Ga<sup>+</sup>与目标材料的非弹性散射可产生二次电子、声子、等离子激元和X射线。二次电子被用于成像，特别是在单束FIB仪器中，可通过连续dynode电子倍增器（CDEM）探测器收集电子。

## 3. FIB-SEM联用系统

将离子柱和电子柱组装在同一台仪器中，就形成了一种集FIB和SEM所有功能于一体的仪器，通常被称为聚焦离子束显微镜或者双束电镜，其主要作用分为两块：

（1）FIB的刻蚀和沉积，可用于材料微加工、TEM样品制备、金属沉积。

（2）微区成分形貌分析，兼容常规SEM的二次电子成像、背散射成像、EBSD、EDX分析等，并且双束电镜可在30 kV电压进行透射电子成像，可形成具有高空间分辨率的Z-对比度图像。

此外，如图2所示，双束电镜还可进行3D电子背散射衍射、3D横断面、3D成像和3D EDX分析。

### 图2 FIB-SEM组合系统的应用

## 4. FIB-TEM联用系统

由于TEM样品需要非常薄，电子才可以穿透，形成衍射图像。FIB的高效溅射可实现对样品的精细加工，因此FIB常用于TEM超薄样品的制备优化上。图3为FIB加工制备TEM超薄样品的过程。如图3（a，b）所示，首先对感兴趣的样品表面进行标记，标明要切割的位置并进行Pt沉积。在铣削过程开始时，在铂带前面铣削一个大沟槽，在后面铣削一个较小的沟槽。

通过使用CDEM检测器从样品中获取二次电子图像来监控溅射过程的实际进度。大型沟槽完成后，继续铣削，并减小光束尺寸和离子电流。选择一个小的矩形区域，并根据箔的尺寸对样品溅射一段时间。然后将图案移动并重复该过程，直到产生约500nm的箔厚度。然后将样品相对于离子束倾斜约45°，继续铣削至箔的两侧和底部被切开，仅在箔的顶部留下一条狭窄的Pt条以将其固定并进行进一步抛光。再将样品倾斜回其原始位置后，继续使用较小的光束进行铣削并减小电流，直到达到Zui终厚度。在完成铣削后，Pt带被完全切开（图3c），再配合机械手可将样品薄片安置在TEM铜栅的穿孔膜上。

### 图3 基于FIB的TEM样品制备过程

## 5. FIB-SEM/TEM的应用

### 5.1 TEM样品制备优化

如上所述，制备TEM样品是FIB的一个极具特色的重要应用。与传统TEM样品制备方法相比，FIB制样方法具有以下特点：

定点、定向精度高。定位精度小于0.5 μm时，为唯一方法；

几乎不用样品准备；

制样时间短；

制样成功率高；

对加工材料不敏感，对带孔的、脆的、软/硬结合材料（如软 Polymer /金属）也可实现制样；

可对同一块材料的不同区域进行特性分析。

## 5.2 3D SEM成像

在研究矿物的生成反应过程时，其相位大小接近或者低于光学显微镜的检测限，无法获取充分数据以正确阐述反应机制。然而，研究矿物反应不仅需要识别相结构和化学成分，还需获取不同相的分布、形状和体积量等三维数据。利用FIB-SEM的逐层切片刻蚀和图像采集形成3D成像可以很好地实现这个目的（如图4）。

图4 切片处理和图像采集后的3D图像

## 5.3 3D EBSD

EBSD是测量样品中单个颗粒的纹理、粒度和晶粒取向的强大工具，利用EBSD可以生成相位识别和相位分布图。当将FIB和配备EBSD检测器的SEM组合时，可用于测量三维样品中的晶粒取向。如图5所示，首先利用FIB在样品中铣削沟槽并清洗表面，形成与样品表面法线相同的表面，并保存EBSD。随后连续刻蚀样品并逐层保存EBSD，即可获得3D EBSD图像。

图5 多晶Al中晶粒取向分布的3D EBSD图像

## 5.4 3D元素分布图

与3D SEM和3D EBSD类似，利用FIB和SEM或者TEM进行结合，通过逐层刻蚀和EDX元素采集，同样可以创建3D元素分布图（图6），其检测限为配备的EDX的检测限。

图6 截面区域的元素分布图

## 5.5 FIB 微加工

1) 微纳结构直接成形加工。直接刻蚀成形加工是FIB系统最常用的工作模式，并且从原理上讲FIB加工对待加工材料无选择性，可实现对每一个加工点深度的控制。

2) 材料沉积加工。应用FIB-SEM系统的材料沉积功能可制作纳米材料的测量电极，如图7所示，碳纳米管随机分散在4根8 μm宽微电极中，采用系统的Pt沉积功能，将4根微电极逐段延伸，jingque覆盖在碳纳米管上，以用于碳纳米管的电学性能测量。

图7 碳纳米管电极制作

3) 指定点加工。FIB系统能灵活对样品指定点加工，比如对扫描探针显微镜SPM（如 AFM、STM）的针尖进行修饰。图8给出了AFM针尖修饰前后的照片。无论针尖为Si材料还是SiO<sub>2</sub>等材料，均能获得相似的结果。经过修饰的AFM针尖能用于一些特殊场合，如扎入生物细胞进行检测。