

TEM 加热实验样品的高精度 FIB 制备技术探索

段北辰¹, 吴海辰¹, 于海涛¹, 张蕾¹, 陈国新¹

(1.中国科学院宁波材料技术与工程研究所, 宁波 315201)

摘要: FIB 加工时因电子束、离子束与样品不是垂直关系, 投影视角导致对加工位置的判断出现偏差。本文以表面受剪切应力的非晶条带原位 TEM 加热样品制备为例, 探索开发了一种投影视角下精确判定加工位置的方法。并对比了不同制备细节对原位 TEM 实验结果的影响。依照模拟计算结果预判薄片焊点, 可以将样品精确的固定在 SiN 观察窗口, 满足 TEM 实验的测试要求。该方法克服了投影视角导致的位置偏差, 显著提高了 FIB 制样的实验成功率, 也可为其他有定点要求的 FIB 加工提供思路借鉴。

关键词: FIB 加工; 精确定位; 原位 TEM 加热

中图分类号: TH87

文献标识码: A

Research on high-precision FIB preparation technology for in-situ TEM heating experimental

Duan Beichen¹, Wu Haichen¹, Yu Haitao¹, Zhang Lei¹, Chen Guoxin¹

(1.Ningbo Institute of Materials Technology & Engineering, Ningbo 315201)

Abstract: The visual error caused by projection affects the judgment of the relative position between lamina and MEMS. Sample plane is not perpendicular to the electron beam or ion beam, resulting in the top view projection. In this paper, we design a high-precision FIB preparation technology can accurately determine relative position between lamina and MEMS from the projection perspective, and used for preparation of amorphous ribbon subjected to shear stress. Different preparation methods resulted in different in-situ TEM results. Predict the relative position of lamina and MEMS based on simulation calculation results, accurate confirmation of solder joints can meet the preparation requirements of in-situ TEM experiment. This method corrects the visual errors by top view projection, significantly improves the experimental success rate of FIB sample preparation, can also be applied to other accurate preparation processes from FIB.

Keywords: FIB processing; accurate positioning; in-situ TEM;

1 引言

透射电子显微镜 (TEM) 具备极高的空间分辨率, 能够提供微区形貌、化学成分、晶体结构等信息, 已广泛应用于半导体器件研发、纳米技术、生物医疗等领域¹。在高分辨 TEM 中引入力、电、磁场、温度等外场作用, 并作用在材料的指定微区, 结合高分辨成像、能谱、衍射分析等手段, 可以实时获得外场刺激下材料的结构和形态演变信息²⁻⁶。其中, 原位 TEM 加热实验是人们了解热场作用下材料结构演变的重要手段⁷⁻⁸。

由于加热芯片体积小、导热性高、热损耗低, 能够保障精确的温度控制, 同时减轻试样漂移、缩短变温时间⁹⁻¹¹, 已成为目前实验室常用的原位 TEM 加热手段。该加热芯片的 TEM 观测窗口由多个不连续的、直径约为 5 μm 孔洞组成。对于块体样品材料, 需要将样品的薄区用聚焦离子束双束系统 (FIB) 准确转移至该 TEM 观察窗口上。然而 FIB 加工时因电子束、离子束与样品不是垂直关系, 投影视角导致对加工位置的判断出现偏差, 无法确认薄片焊点位置, 大概率导致感兴趣微区被遮挡而影响 TEM 观察, 重复 FIB 制样而造成实验资源浪费。本文以表层受剪切应力的非晶纳米条带为例, 对比不同制样方法对 TEM 的影响。

2 实验部分

2.1 实验仪器

Zeiss Auriga 双束扫描电镜系统 (Zeiss 公司, 德国), Talos F200x 透射电子显微镜 (Thermo Fisher Scientific 公司, 美国)

2.2 实验过程

实验采用的加热芯片型号为 ThermoFisher NanoExTM-i/v, TEM 观察窗口的尺寸约为 5 μm 的圆形孔洞 (图 1)。

采用 Zeiss Auriga 聚焦离子束双束系统对样品进行加工。首先把热电芯片固定在 45° 预倾台的斜面上, 用离子束溅射去除 SiN 膜, 避免其影响透射成像。采用“U”切法分离提取样品薄片, 操控机械手转移、焊接薄片于窗口上, 样品薄片与芯片成 20° 夹角。