# TEM 加热实验样品的高精度 FIB 制备技术探索

段北晨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 Beichen<sup>1</sup>, Wu Haichen<sup>1</sup>, Yu Haitao<sup>1</sup>, Zhang Lei<sup>1</sup>, Chen Guoxin<sup>1</sup>

(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-suit 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。



图 1 NanoExTM-i/v 热电芯片。(a-b) SiN 透射电子观察窗口。

3 结果与讨论



图 2 热电芯片上的非晶纳米条带 TEM 成像图。

图 2 为 TEM 视场中 SiN 窗口, 橙框区域为样品薄区, 左侧是薄区底部区域, 该区域与芯片相对位置最接近, FIB 减薄过程受到 Si 反溅射污染, 呈灰色衬度。 TEM 观察窗口范围内未观测到样品表层, 而样品的表层存在剪切带微区, 这正 是实验人员关注的目标。因此图 2 中 FIB 制备的样品不能满足 TEM 实验要求。

分析其原因,离子束溅射 SiN 膜时受边缘效应影响边缘 SiN 膜卷曲,窗口 视野变小,孔洞的直径变为 4.6 µm。样品薄片在转移、焊接过程中,预倾台工作 倾角为 35°。在此工作条件下,电子束光路与芯片表面成 10°夹角,离子束光路 与与芯片表面成 64°夹角,电子束/离子束成像均为俯视投影,如图 3 所示。因此 在转移、焊接过程中,不能通过电子束/离子束成像准确确定样品薄片与 SiN 孔 洞的位置,继而无法判定原位实验视场能否包含感兴趣微区。对于这类有定点观 测需求的样品,因投影视角导致对加工位置的判断出现偏差,不能准确确定焊点 位置,直接导致了 FIB 制样实验的失败。



图 3 薄片转移、焊接至芯片过程的 FIB 示意图(a),电子束成像(b)与离子束成像(c),绿圈标示 SiN

窗口位置。

为实现指定微区位置的精确 FIB 加工,需要计算 FIB 制样过程中不同角度 下的投影位置。在 FIB 制样过程中离子束起加工、成像作用,因此本实验以离子 束成像为基准。为实现样品表层剪切带微区的精确定位,需要在焊接前明确薄片 在 SiN 窗口上的焊点,即透射电子入射方向样品最表层与 SiN 窗口相切。薄片 提取深度为 z,与芯片夹角 20°,离子束与芯片表面夹角 64°(图 4b),此时薄片 深度方向的投影值为 a,则有 a=(z×cos20°×cos26°)。在离子束视野中,SiN 窗 口呈椭圆形;薄片深度方向投影值为 b,则有 b=(z×cos46°)。设定薄片焊点端 与窗口的上切线直线距离为 d,则有 d=(a-b)。薄片提取深度 z 为 5 µm 时,可 以得到 d 的值为 0.12 µm,即薄片焊点端相对于 SiN 窗口上切线偏上至少 0.12 µm (图 4c)。显然,薄片提取深度 z 不同, d 也随之变化。表 1 中给出了不同提取 深度 z 时,计算得到的相应的 d 值,d 为负值表示薄片焊点位于 SiN 窗口内。





图 5 (a) 薄片焊接在窗口上的离子束成像, (b) 薄区的 TEM 成像。

# 4 结论

采用文中方法对样品进行精确的 FIB 加工,制备的样品如图 5 所示。图 5b 中红框区域 可见样品表层微区位于 TEM 观察窗口内,样品满足 TEM 对表层剪切带晶化过程的观测要 求。优化后的高精度 FIB 制备技术有利于提高实验成功率,节约实验时间并降低成本。本 文提供的方法可以为其他对样品位置有精确要求的 FIB 加工提供借鉴。。

## 参考文献:

- [1]Megan C , Dermot D , Andreas R , et al. Novel in-situ lamella fabrication technique for in-situ TEM [J] Ultramicroscopy, 2018, 190: 21–29.
- [2]徐开兵, 崔哲, 陈晓, 等. 原位透射电镜研究 MOF 裂解过程中金属颗粒的析出与迁移过程 [J]. 实验室研究与探索, 2021, 40 (7): 4.
- [3]宋海利, 黄荣. 原位加热电镜技术研究 WO\_3-BiVO\_4 非晶复合薄膜退火相变过程 [J]. 电子显微学报, 2023, 42 (03): 283-290.
- [4]Ferreira P J , Mitsuishi K , Stach E A .In Situ Transmission Electron Microscopy[J]. Mrs Bulletin, 2008, 33 (02): 83-90.
- [5]Dannenberg R , Stach E , Groza J R , et al. TEM annealing study of normal grain growth in silver thin films [J] .Thin Solid Films, 2000, 379 (1-2): 133-138.
- [6]Kamaladasa R J , Sharma A A , Lai Y T ,et al. In situ TEM imaging of defect dynamics under electrical bias in resistive switching rutile-TiO [J]. Microsc. Microanal. ,2015, 21 (1): 140-53.

[7]Yuan W , Wu H , Li H , et al. In Situ STEM Determination of the Atomic Structure and

Reconstruction Mechanism of the TiO2 (001)  $(1 \times 4)$  Surface [J]. Chemistry of Materials, 2017, 29(7).

- [8]Chiu C H, Huang C W, Hsieh Y H, et al. In-situ TEM observation of Multilevel Storage Behavior in low power FeRAM device [J]. Nano Energy, 2017, 34: 103-110.
- [9]Sim T H . A new MEMS-based system for ultra-high-resolution imaging at elevated temperatures [J]. Microsc Res Tech, 2010, 72(3):208-215.
- [10]Young N P , Huis M A V , Zandbergen H W , et al. Transformations of gold nanoparticles investigated using variable temperature high-resolution transmission electron microscopy [J]. Ultramicroscopy, 2010, 110 (5):506-516.
- [11]Mele , LuigiKonings , StanDona , et al. A MEMS-Based Heating Holder for the Direct Imaging of Simultaneous In-Situ Heating and Biasing Experiments in Scanning/Transmission Electron Microscopes [J]. Microscopy research and technique, 2016, 79 (4).