

## FIB-SEM 技术在维纳米级单颗粒三维重构中的应用

本文转载自中国科学院化学所分析测试中心

李祥 关波

FIB-SEM 是聚焦离子束 (Focused Ion beam, FIB) 与扫描电子束 (Scanning Electron Microscope, SEM) 双束系统, 聚焦离子束可用于对样品进行微加工, 扫描电子束可用于样品表面形貌微观成像和“二维”表征分析, 也能对 FIB 加工过程进行实时观测, 因此, FIB-SEM 系统可实现对样品进行定点蚀刻、沉积, 截面切割、TEM 电镜样品制备、微纳器件制备、电路修复、三维结构表征等。分析测试中心电镜室负责一台 FIB-SEM 系统 Helios NanoLab G3 CX 的运行, 根据所内科研工作需求, 我们应用此台 FIB-SEM 开展了定点刻蚀、沉积、TEM 样品制备及三维重构等工作, 以下简要介绍各项工作, 重点介绍 FIB-SEM 技术在微纳米级单颗粒三维重构中的应用。

刻蚀和沉积是 FIB-SEM 的基本功能, 是实现所有应用的基础。刻蚀的原理是 FIB 的偏转系统控制高能离子束入射到固体样品上, 与固体原子碰撞散射过程中将能量传递给固体原子, 当这些原子获得足够的能量时逸出固体表面, 这个过程形成了离子束溅射, 控制偏转系统让离子束进行有方向性、区域性、图案化的刻蚀, 以及通过一些辅助软件生成一些更复杂的图案, 图 1 所示是电镜室应用双束电镜在硅表面刻蚀出的不同深度、长宽不一的孔道。沉积是利用电子束或离子束来诱导特定区域发生化学气相沉积反应而形成沉积, 可实现微电路搭建或修复、图案排列、样品表面定点保护等。图 2 所示是利用离子束沉积 Pt 搭建电路, 将制备的纳米线与硅片上相应的电极连接导通, 通过电极外接电路即可实现对纳米线的电学性质进行测量。

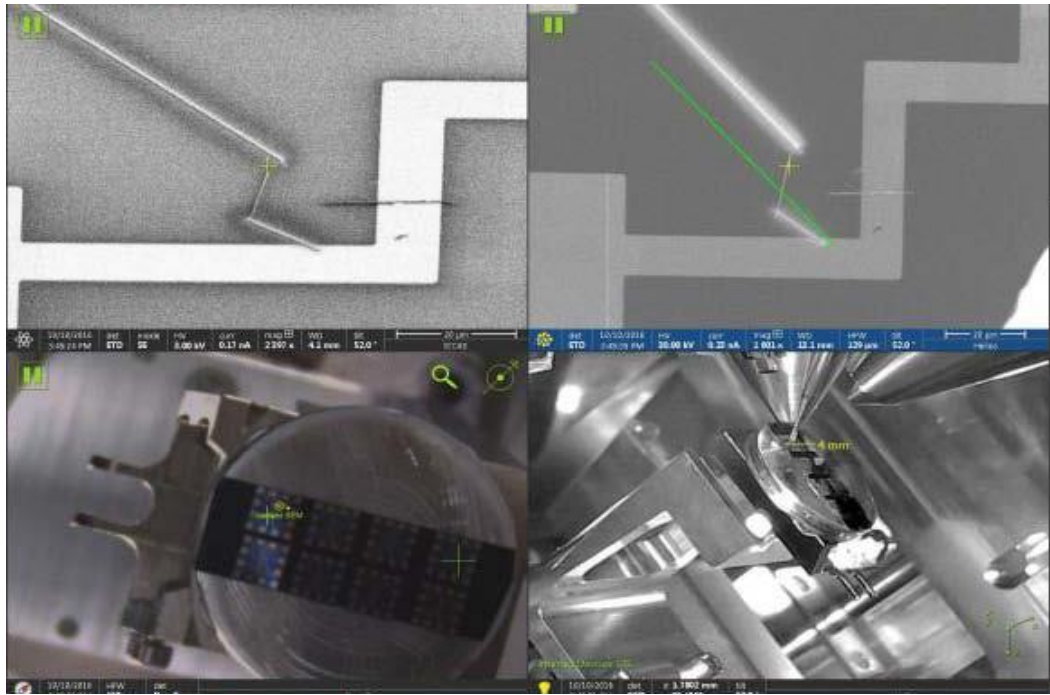


图 1. 应用 FIB-SEM 在硅表面刻蚀的孔道 图 2. 应用 FIB-SEM 沉积 Pt 实现线路搭建

TEM 样品制备是基于定点刻蚀和沉积功能，可在样品感兴趣区域制备 TEM 样品，图 3 是电镜室制备硅表面多层膜的 TEM 样品制备过程，首先在电子束观察下，选择感兴趣区域，然后利用离子束对所选区域两侧进行切割，直至切出所需的薄片，再用纳米手将切好的薄片提取出来，通过 Pt 沉积把样品固定在专用的铜网上，最后把样品抛光逐级减薄至达到所需厚度。

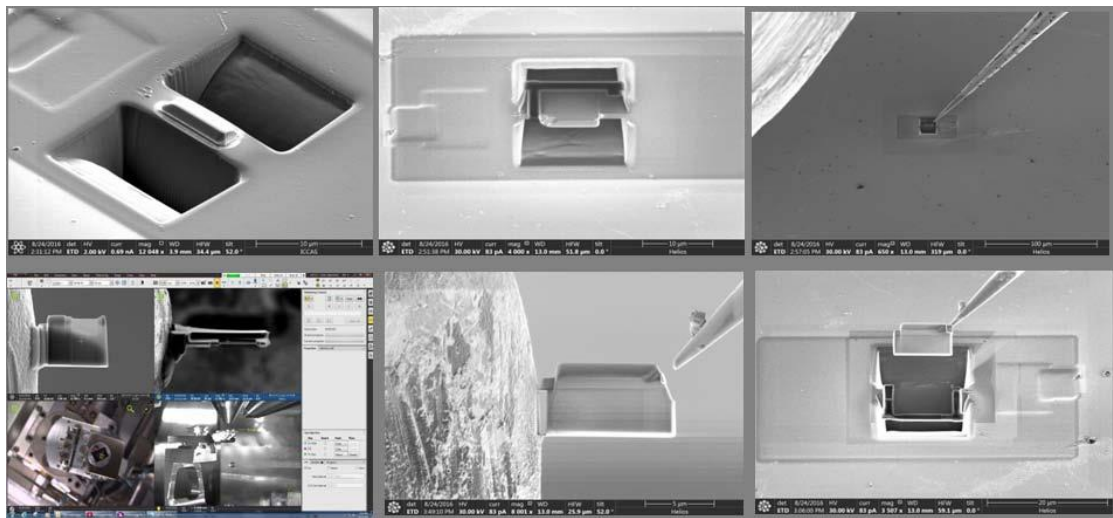


图 3. 应用 FIB-SEM 进行 TEM 制样流程

聚焦离子束三维重构是在离子束序列切片过程中电子束序列拍照最终得到一系列的切片图像，对切片图像进行重构从而得到样品的三维结构，在地质、生物、材料等领域用于对油气矿岩、细胞组织、锂电池正负极材料等进行微观三维结构成像，在这些应用中样品为块

状，只需在表面镀一层 Pt 作为保护层，在表面及截面分别做标记用于自动切割及采集图像，即可进行序列切片的数据采集。但是，对于微纳米级的单颗粒样品，如果只在表面镀一层 Pt 保护层，进行切片后将系列图像重构后得到的结果如图 4 所示，类球形结构的样品重构得到的是圆柱形结构，这是由于扫描电镜成像具有景深，系列拍照的每一张图像中不仅包含了本截面的信息，而且具有还未切片的样品信息，导致在三维重构时同一样品信息在 Z 轴方向上重复从而变形，通过 Pt 将整个颗粒包埋解决了此问题。而且，对于单颗粒样品，不像块状样品，无法在样品的截面和表面直接做标记，我们通过在基底上再沉积一块用于做标记的 Pt 块分别做电子束及离子束的标记，即可满足自动采集的要求，同时通过设计特别的样品台及切割-采集数据流程可实现垂直切割及观察。

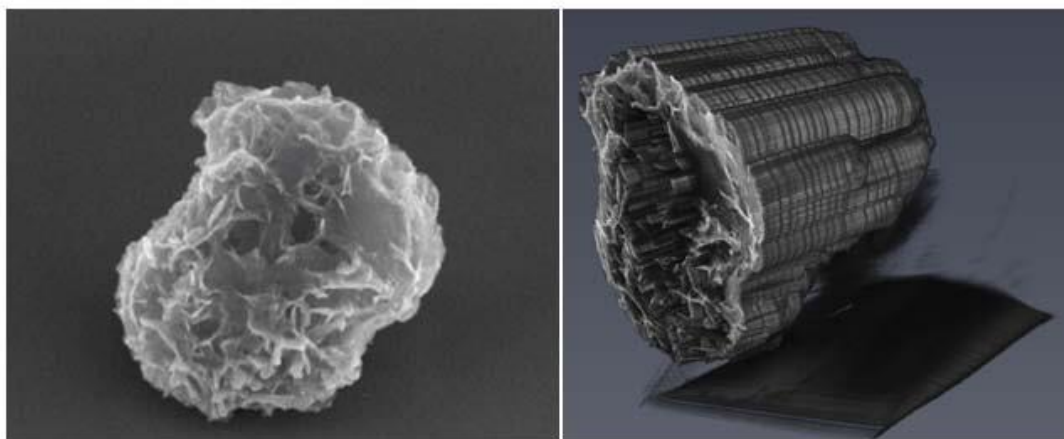


图 4. 应用常规流程对单颗粒样品进行三维重构的结果

通过此种方法得到系列的切片图像后，应用软件 Avizo 进行数据处理及重构。首先是进行图像的对中处理 (Align slices)，虽然在切割过程中，程序会通过识别标记进行漂移校正，但是得到的数据往往会有微小的偏差，会导致重构结果失真或分辨率下降，Avizo 软件中提供了最小二乘法的方法进行自动对中调整，自动对中调整完，若结果不理想还需手动方法进一步进行对中，如图 5 是对中前后 XZ 方向的图像，可以看出经过对中后图像细节处的分辨率有明显提升。对中的数据进行过滤降噪处理后，进行数据分割工作 (Segmentation)，即选择样品中感兴趣的区域，比如对于单颗粒样品，由于用了 Pt 包埋，首先需要将轮廓选择出来，然后选择样品内部的细节如孔等。数据分割的工作量通常很大，因为根据样品大小以及所需的分辨率可得到几百上千张的切片图像，有时为增加过渡的平滑性会使用 resample 功能使得图像数量又增加数十倍，因此尽量根据图像的衬度特点使用一些自动分割的方法如阈值分割、分水岭等，然后再手动分割进行补充修正。我们应用以上方法对微米级的梭形颗粒及多孔微球进行系列切割并处理数据得到了颗粒的三维重构结

构，最终可通过视频方式展示颗粒表面及内部的三维结构，图 6 所示为三维结构视频的截图，可以看出梭形颗粒表面的形貌及内部空心的结构，多孔微球表面形貌及内部孔的微观结构，同时可以对孔的大小等参数进行统计分析。

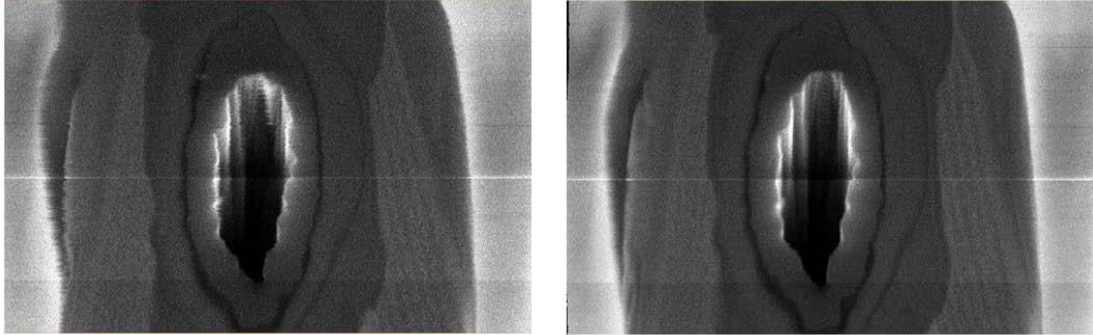


图 5. 对系列切片对中处理前后 XZ 方向的图像。

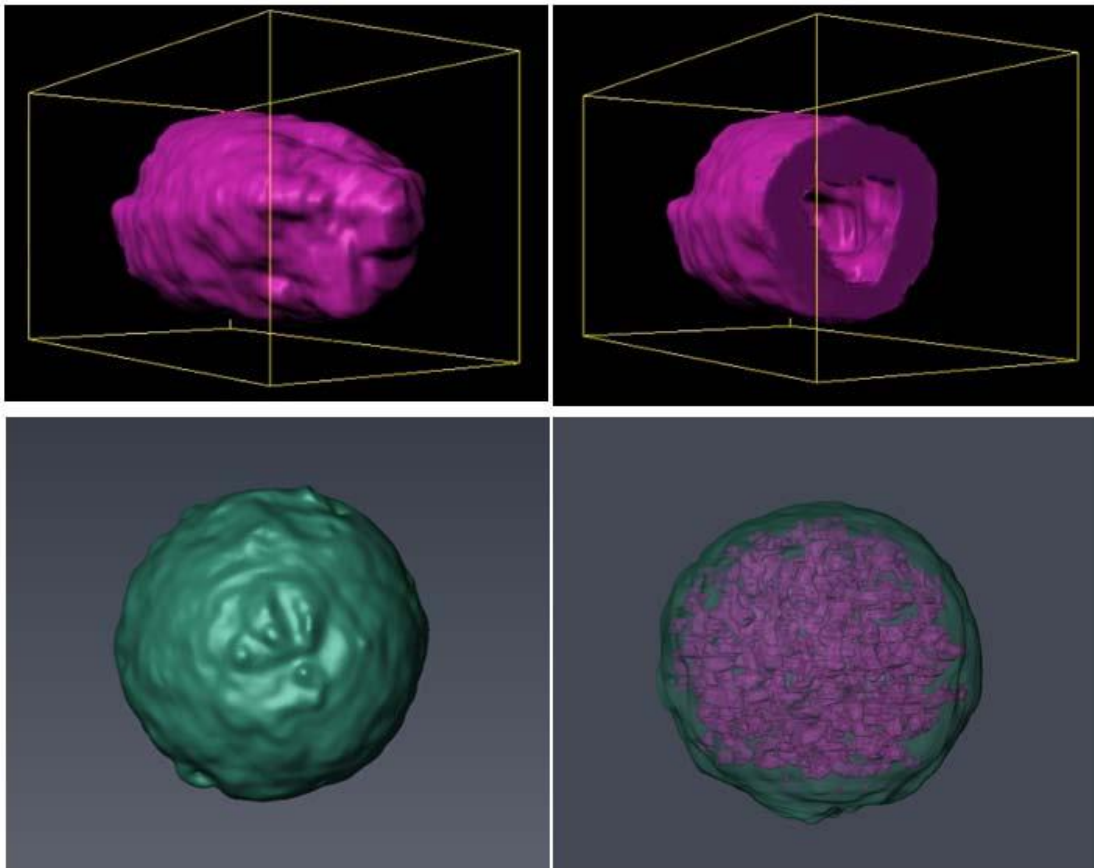


图 6. 应用 FIB- M SEM 技术对梭形颗粒及微球进行三维重构的视频截图