

特约专栏

基于 FIB 的三维表征分析及应用进展

贾志宏, 王雪丽, 邢 远, 刘莹莹, 刘 庆

(重庆大学材料科学与工程学院, 重庆 400044)

摘 要: 聚焦离子束技术凭借其独特的微纳尺度制造能力和优势, 已成为纳米科技工作者不可或缺的工具之一。随着新型 FIB 硬件设备的多功能化, FIB 三维表征技术的不断完善, 使 FIB 三维表征技术在材料研究领域的应用更加广泛和深入。与其他三维表征技术相比, FIB 三维表征技术具有控制精度高、分析微观区域大、分辨率高等特点。FIB 技术与 SIMS、SEM、EDX、EBSD 等系统的结合, 可对不同材料进行三维空间状态下的形貌、成分、取向等信息的分析。文章简要概述了 3D-SIMS、3D-Imaging/EDX、3D-EBSD 4 种基于 FIB 的三维表征技术, 具体包括 FIB 三维表征技术的成像-切割的原理及过程。综述了几种不同表征手段在各种材料中的应用和发展。最后指出 FIB 三维表征技术在应用中的一些不足并对该技术发展方向进行了展望。

关键词: FIB 三维表征技术; 3D-SIMS; 3D-Imaging; 3D-EDX; 3D-EBSD

中图分类号: TN405 **文献标识码:** A **文章编号:** 1674-3962(2013)12-0735-06

FIB Three-Dimensional Characterization Analysis Techniques and Its Application Progress

JIA Zhihong, WANG Xueli, XING Yuan, LIU Yingying, LIU Qing

(College of Materials Science and Engineering, Chongqing University, Chongqing 400044, China)

Abstract: Focused ion beam (FIB) technology has become one of indispensable tools in nano technology area with its unique micro-Nano-scale manufacturing capability and advantages. With multi-functionalizing of the new type hardware and improving of the 3D characterization technology, the applications of FIB 3D characterization technology in the field of materials research became more extensive and in-depth. FIB 3D characterization technology has many distinctive features, compared to other 3D characterization technology, such as highly controllable accuracy, largely detectable region, high resolution and so on. FIB technology can analyze the morphology, composition, orientation of different materials in three-dimensional space conditions when it is combined with SIMS, SEM, EDX or EBSD systems. This paper briefly summarized four different 3D characterization technologies that include 3D-SIMS, 3D-Imaging/EDX and 3D-EBSD, and introduced the details of imaging-cutting principle and process of FIB 3D characterization technology. At the same time, this paper also summarized the applications and the development of several different characterization methods in different materials, and pointed out some deficiencies in application and prospects for the development direction of the FIB 3D characterization technology in the end.

Key words: FIB 3D characterization technique; 3D-SIMS; 3D-Imaging; 3D-EDX; 3D-EBSD

1 前 言

聚焦离子束技术(Focus Ion Beam, FIB)经过几十年

发展, 已成为一种多功能的微纳显微加工及表征分析技术, 从最初主要应用在半导体材料检测, 如今已广泛应用到材料和生命科学等研究领域。近些年来, 伴随着 FIB-SEM 系统在分辨率、稳定性、用户友好的自动化程序等方面的发展, 结合各种先进的信号探测模式, 如低能背散射电子(BSE)、能量分散 X 射线能谱(EDX)、电子背散射衍射(EBSD)、二次离子质谱(SIMS), 使得 FIB 的三维分析技术呈现多样化, 在对材料微纳尺度三维空间进行深入研究上发挥了不可替代的重要作用。

收稿日期: 2013-08-31

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51271209); 中央高校基本科研业务费资助项目(CDJZR12130048, CDJZR12248801)

第一作者及通讯作者: 贾志宏, 男, 1974 年生, 教授, 博士生导师

DOI: 10.7502/j.issn.1674-3962.2013.12.04

与其它三维分析技术相比, FIB-SEM 三维分析技术具有大尺度高分辨的三维表征分析能力, 获取的材料微观信息具有很好的整体代表性。依据开发和应用时间, 基于 FIB 的三维表征分析技术已发展形成 3D-SIMS、3D-Imaging、3D-EDX、3D-EBSD 4 种主要技术。依据文献资料, 3D-SIMS 和 3D-Imaging 技术已被国外的研究者广泛运用在各种材料的研究中, 随着 3D-EDX 和 3D-EBSD 技术相关配套技术的发展, 在近些年也逐渐应用到材料的研究中, 且相关研究报道逐年增加。在国家对教育和科学研究经费的强力支持下, 我国近年来各科研高校和研究所添置了许多配置齐全的先进 FIB-SEM 双束显微分析系统, 具备了很好的 FIB 三维表征分析硬件设备, 在利用 FIB 的微加工技术方面已进行了大量的应用, 但在利用 FIB 三维表征分析功能进行材料研究还属于起步阶段。本文主要概述了运用 FIB 技术进行三维表征的原理、过程以及各种三维表征分析技术在多学科领域中的应用与发展现状。

2 FIB 切割 - 成像 - 重构原理及过程

本文以 ZEISS 公司生产的 AURIGA 型 FIB-SEM 双束系统为例, 介绍了其三维重构操作原理及过程。ZEISS AURIGA 聚焦离子束双束系统以 Ga 做为离子源, 在一定的加速电压下轰击样品表面, 起到对样品的切割作用。3D-Imaging 是基于电子束与离子束共同作用的结果, 即“切割 - 成像”过程。采用“Mill for depth”模式, 设置片层厚度及成像参数, 利用离子束切割, 每进行一次离子束刻蚀, 电子束将在横断面进行成像, 经多次重复“切割 - 成像”过程, 得到一系列截面 SEM 图片, 再利用重构软件重构三维图像。如果进行系列的 EDX 分析或 EBSD 分析, 重构后则会分别得到三维空间成分分布或晶体学信息。

以 FIB 三维成像技术为例介绍。图 1 给出了 FIB 切

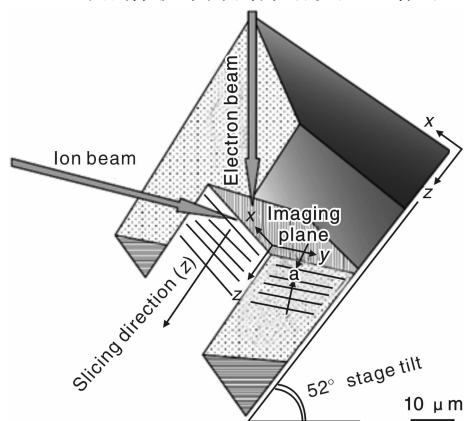


图 1 样品刻蚀出“鼻尖”的几何原理图^[1]

Fig. 1 Illustration of the “Apexnasi” sample cube geometry

割 - 成像示意图^[1]。首先, 对选择的研究区域进行 Pt 沉积保护, 利用离子束将 Pt 沉积保护区前端及两侧进行刻蚀, 形成“鼻尖”, 以 $x-y$ 面为初始平面, 沿 z 轴方向, 用离子束刻蚀一定厚度 a , 该厚度可根据不同的要求进行设置。然后, 进行重复“切割 - 成像”过程。

图 2 显示了对 Al-Si-Mg-Hf 合金热处理后的第二相形貌系列图像及三维重构截图。图 2a 为实验中所获得的一系列 SEM 图像, 通常需要几百张, 箭头所指为析出相。对所得 SEM 图像利用三维重构软件进行重构, 得到图 2b 所示的三维形貌。将三维形貌进行透明化处理, 即消除 Al 基体信息后, 可以更加清楚直观显示合金中第二相形貌、分布等信息, 如图 2c 所示。

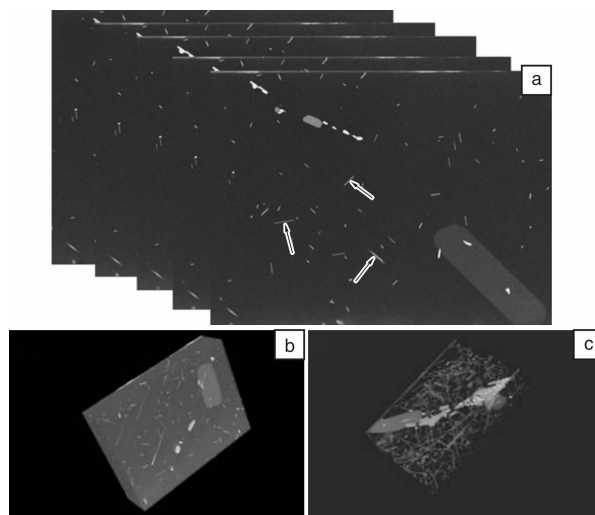


图 2 Al-Si-Mg-Hf 合金进行热处理后的第二相析出形貌: (a) 系列 SEM 二维形貌图, (b) 三维形貌图, (c) 消除 Al 基体后的第二相三维形貌图

Fig. 2 Secondary phase morphology of Al-Si-Mg-Hf alloy after heat treatment: (a) a series of 2D SEM Images, (b) the reconstructed 3D Imaging (matrix included), and (c) the reconstructing 3D Imaging (matrix free)

3 基于 FIB 的三维表征分析技术及应用

3.1 3D-SIMS

二次离子质谱自 19 世纪 60 年代开始, 迅速发展成为一门被诸多学科利用的技术^[2], 其原理是一次离子在高真空环境下轰击样品表面时, 会从样品中溅射出正、负二次离子, 用质谱法分析二次离子就可得到样品表面元素、同位素、化合物的组分及分子结构和一定的晶格结构信息。

3D-SIMS 是基于 FIB 与二次离子质谱相结合技术。自 20 世纪 80 年代, 逐渐有了相关报道。该技术最初应

用为 FIB 单束系统与 SIMS 的联用, 利用离子束对样品表面进行刻蚀, 再通过收集二次离子信号成像, 得到各种成分的面分布图像, 经过不断逐层剥离得到各种成分的深度分布, 即得到三维成分分布信息。在此过程中, 需要对样品不断的进行 90° 的倾转与恢复, 当样品表面与离子束处于水平时, 对样品表面进行刻蚀, 即剥层。当两者处于垂直, 则对其进行二次离子质谱分析。

1982 年, A. J. Patkln 等人^[3]通过以 Ga 为离子源的聚焦离子束与二次离子质谱的结合, 对金属氧化物半导体表面局部成分及电路完整性进行了三维微观表征, 同时指出了 3D-SIMS 技术的重要性和可发展性。1991 年, H. Sotah 等人^[4]对 3D-SIMS 技术的进一步发展作了详细的阐述。FIB 离子束分辨率及 SIMS 横向成像清晰度的提高, 使得该技术的精度提高了 1~2 个数量级, 成为微观结构三维成分分析的重要工具。1992 年, H. Hutter 等人^[5]对 3D-SIMS 技术成像系统的提高和改进进行了介绍, 包括相关设备的接口控制能力的提高, 磁场控制的改善等。1998 年, 多通道离子检测系统的提出, 使 3D-SIMS 技术有了一个飞跃性的发展, FIB 与多元素并行检测系统相结合以及 FIB 双束系统与 SIMS 的联用, 使三维分析效率大幅度提高, 并且使三维空间分辨率提高到 50 nm, 深度分辨能力达到 5 nm^[6-7]。

3.2 3D-Imaging/EDX

由于材料的不透明性, 对材料内部微观结构无法直接观察。基于 FIB-SEM 系列二维成像及三维图像重构技术的产生及迅速发展, 打破了只对材料表面进行表征的局限。FIB 三维表征技术由于能提供大尺度的三维微观

形貌及成分信息也日渐被人们所依赖。三维形貌及三维能谱分析技术日益成熟, 被众多学科广泛使用。

1998 年, Sakamoto 和 Cheng 等人开始利用离子束 (FIB) 与电子束 (SEM) 双束系统的结合, 对各种半导体材料进行三维空间的观察^[8-10]。2001 年, B. J. Inkson 等人^[11]利用 FIB 单束系统提出系列切片法, 观察了 Fe-Al 基纳米复合材料中颗粒在三维空间中不同位置的形貌。系列切片法的提出, 是 FIB 三维图像重构技术发展的重大突破。随之, B. J. Inkson 等人^[12]又对生长在单晶 Al_2O_3 上的 Cu-Al 复合材料, 使用了纳米压痕仪进行施压, 利用 FIB 系列切片技术, 对其表面的纳米压痕变形区域进行了 3D 分析。2003 年, B. J. Inkson 等人^[13]又对金属氧化物半导体场效应晶体管进行了三维分析。H. Z. Wu 等人^[14]利用 3D-Imaging 技术对 Al-Al/SiC 纳米复合材料次表面的损伤进行了研究。

2004 年, L. Holzer 等人^[15]提出 FIB-SEM 双束系统, 并利用该技术研究了多孔 BaTiO_3 陶瓷材料, 分析了其细小孔隙度的体积分数, 双束系统使系列切片自动化。早期的 FIB 双束系统不能长时间使样品处于稳定状态, 故在系列切片过程中要对其进行机械矫正^[16]。A. J. Kubis 等人^[17]在双束系统基础上, 利用 SBI (Shape Based Interpolation) 技术, 精确地对 Ni 基高温合金中 γ' 析出相进行了形貌再建。2006 年, P. G. Kotula 等人^[18]结合 FIB-SEM 技术并配备了 EDS 系统, 对 Cu-Ag 共溶合金进行了三维形貌及能谱分析。F. Lasagni 等人^[19]对 AlSi_8Mg_5 合金中各种第二相的三维形貌和成分进行了表征, 如图 3 所示。图 3c 中浅灰色和深灰色直观的展现

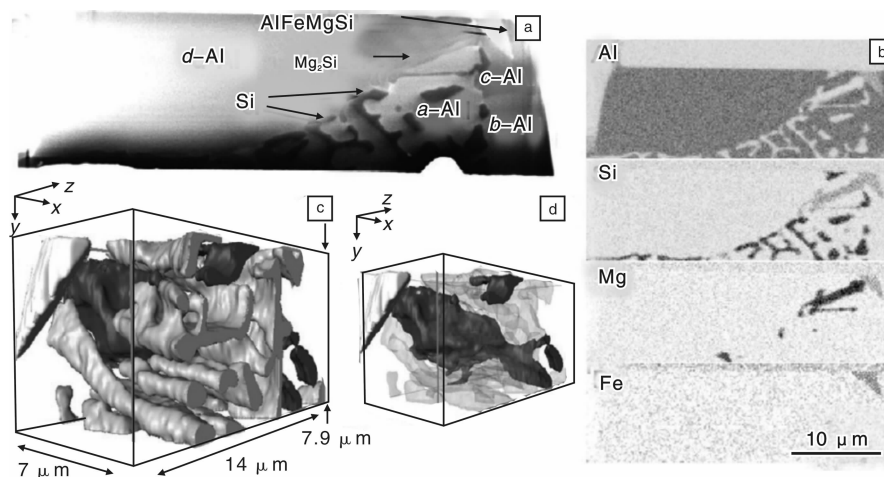


图 3 AlSi_8Mg_5 合金中成分分布, 浅灰色为 Mg_2Si 相结构, 深灰色为 Si 结构^[19]

Fig. 3 (a) scanning electron Imaging (SEI) and elemental composition maps of AlSi_8Mg_5 alloy indicating different Al-grains labelled a~d, (b) corresponding elemental maps of a FIB cross-section (AlSi_8Mg_5 alloy), (c, d) 3D-reconstruction of the investigated alloy showing AlFeSiMg aluminate (white), Mg_2Si Chinese script (light grey), and Si lamellae (dark grey). The Si phase in (d) is depicted as semitransparent for better visualization of the Mg_2Si Chinese script

了 Mg_2Si , Si 不同成分、不同相的形貌及分布。2006 年, F. Lasagni 等人对 AlSi_7Sr 变性合金进行了 3D-EDX 分析^[20]; 接着又对铸态 $\text{AlSi}_{12}(\text{Sr})$ 及固溶处理后的该合金进行了 3D-EDX 研究^[21]。

至今, FIB-SEM 三维成像和成分表征技术已应用于众多材料领域中。如生命科学材料^[22-27], 水泥、陶瓷、岩土材料^[15,28-33], 复合材料^[11-12,14,34], 金属材料^[16,19-21,35-38], 燃料电池^[29,31,39-41], 半导体材料^[42-43] 及其他一些材料^[13,44-46]。

3.3 3D-EBSD

EBSD 广泛应用在多晶体材料的微观组织结构和微观结构的研究。该技术可对材料进行结构及取向差的分析, 包括宏观材料中每种晶体取向所占比例及各种取向在材料中的微观分布, 还可对样品中晶粒尺寸、形状、晶界、亚晶及孪晶性质进行分析。

FIB-SEM 系统结合 EBSD 技术, 通过连续的离子束切割和 EBSD 表征, 获得了一系列 2D-EBSD 表征结果, 再利用三维重构软件将其重构。由于电子束方向(入射电子和散射电子)与水平方向呈 70° 夹角, 其获取图片信息及切割过程与 3D-Imaging 有所不同。如图 4a 为离子束切片位置, 样品 c 面与离子束呈水平; 图 4b 为 EBSD 信息采集位置^[47]。离子束切割与 EBSD 信息采集两个过程中, 样品台需要做 180° 的旋转和 4° 的倾斜。每次切片和扫描转动过程都实现了自动化, 由于机械误差影响, 每次转动后都要对样品位置进行自动化校正, 以免实验过程中切割及扫描区域发生漂移。图 5a 为获得的一系列 2D 取向成像图片, 图 5b 为 3D 图片。

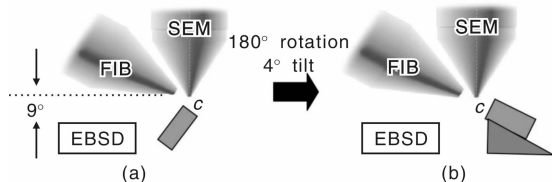


图 4 离子束切割时的样品位置和 EBSD 信号采集时的样品位置^[47]

Fig. 4 Schematic of the FIB-SEM-based serial-sectioning process: (a) sectioning position and (b) EBSD position

2006 年, M. A. Groeber 等人^[48]通过 3D-EBSD 技术对 Ni 基超合金中的晶粒组织进行了表征, 同时也分析了该合金中晶粒的尺寸大小、取向等信息。N. Zafarani 等人^[49]对(111)单晶 Cu 样品上的纳米锥形缺口引起的晶格转动进行了分析。2010 年, F. X. Lin 等人^[50]利用 3D-EBSD 对工业纯铝变形过程中的晶粒变形诱导取向进行了三维表征。2012 年, D. Cédât 等人^[51]对金属陶瓷

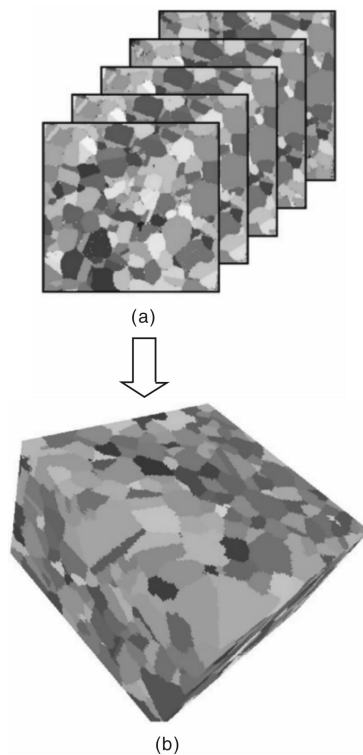


图 5 2D 取向成像图片和三维重构图^[47]

Fig. 5 (a) Stacking of individual 2D orientation maps to obtain the reconstructed 3D maps and (b) 3D volume rendering from the 2D images

复合材料中的不同相取向等信息, 利用三维背散射电子衍射技术进行了研究。D. J. Child 等人^[52]也通过该技术对 720Li 合金中的 γ/γ' 相结构进行了观察。N. Saowadee 等人^[53-54]通过不同的材料用不同束流及电压进行切片, 发现用离子束进行刻蚀时, 低电压有利于实验结果的精确性。与 2D-EBSD 相比, 3D-EBSD 可获得多晶材料中晶粒在三维空间上的真实形状、方向、大小、分布, 包括孪晶双边界结构以及晶格张力等信息, 所建的 3D 图像可以分析任何一个晶粒的取向、大小等信息, 并且可从任意角度对任意深度的截面二维 EBSD 图像进行观察和分析。

4 结 语

FIB 三维表征分析技术是通过切割-成像-重构的过程得到三维图像。基于 FIB 三维重构技术, 3D-SIMS 可以实现材料在三维空间结构上的元素分布以及成分分析; 3D-Imaging/EDX 使材料的结构、形貌以及成分等信息能够在三维空间得以表征; 3D-EBSD 可对多晶体材料进行空间状态下的组织、取向、晶粒形貌、大小、分布等信息进行分析表征。FIB 三维重构技术极大程度上推动了材料三维空间结构上的各项分析方法, 已然成为

现代科学中不可或缺的研究技术。三维空间状态的呈现使学科研究更具有真实性和可靠性。我国近年虽然购进不少配置齐全的 FIB-SEM 双束系统, 但目前利用 FIB 三维表征分析手段对材料进行三维空间结构表征的研究鲜有报道。

FIB 三维表征分析技术在国际上虽然已经被大家广泛使用, 但是该技术在一定程度上还有很大的优化空间。

分辨率的提高 由于离子束刻蚀的区域不宜过大, 一般进行三维表征的区域面积较小, 所以分辨率的优化对小区域大倍率的表征质量的提高非常关键。

机械校正的精准化 由于种种外在和内在的因素, 试验过程中, 样品会发生漂移, 精准的校正可使每次切割及成像的样品区域几乎在同一位置, 对获得高质量结果不可或缺。

探测器采集率的提高 FIB 三维表征分析技术虽然可对材料进行三维深入的本征观察, 但试验过程消耗的时间太长, 若提高探测器的采集率, 将大大降低试验所耗时间, 提高实验效率。

参考文献 References

- [1] Holzer L, Cantoni M. Review of Fibtomography[J]. *Nanofabrication Using Focused Ion and Electron Beams*, 2011: 410 - 435.
- [2] Zhou Qiang (周 强), Li Jinying (李金英), Liang Handong (梁汉东), et al. 二次离子质谱(SIMS)分析技术及应用进展[J]. *Journal of Chinese Mass Spectrometry Society* (质谱学报), 2004, 25(2): 113 - 121.
- [3] Patkln J A, Morrison G H. Secondary Ion Mass Spectrometric Imaging Depth Profiling for Three-Dimensional Elemental Analysis [J]. *Analytical Chemistry*, 1982(54): 2 - 5.
- [4] Sotah H, Owari M, Nihei Y. 3-Dimensional Analysis of a Microstructure by Submicron Secondary Ion Mass-Spectrometry [J]. *Journal of Vacuum Science & Technology B*, 1991, 9(5): 2 638 - 2 641.
- [5] Hutter H, Grasserbauer M. Three Dimensional Ultra Trace Analysis of Materials [J]. *Mikrochimica Acta*, 1992, 107: 137 - 148.
- [6] Tomiyasu B, Fukuju I, Komatsubara H, et al. High Spatial Resolution 3D Analysis of Materials Using Gallium Focused Ion Beam Secondary Ion Mass Spectrometry (FIB SIMS) [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 1998, 136 - 138: 1 028 - 1 033.
- [7] Dunn D N, Hull R. Reconstruction of Three-Dimensional Chemistry and Geometry Using Focused Ion Beam Microscopy[J]. *Applied Physics Letters*, 1999, 75(21): 3 414 - 3 416.
- [8] Sakamoto T, Cheng Z H, Takahashi M, et al. Development of an Ion and Electron Dual Focused Beam Apparatus for Three-Dimensional Microanalysis[J]. *Japanese Journal of Applied Physics Part 1-Regular Papers Short Notes & Review Papers*, 1998, 37(4A): 2 051 - 2 056.
- [9] Sakamoto T, Cheng Z H, Takahashi M, et al. Development of Three-Dimensional Microanalysis Using Ion and Electron Dual-Focused Beams[J]. *Bunseki Kagaku*, 1998, 47(6): 313 - 319.
- [10] Cheng Z, Sakamoto T, Takahashi M, et al. Development of Ion and Electron Dual Focused Beam Apparatus for High Spatial Resolution Three-Dimensional Microanalysis of Solid Materials [J]. *Journal of Vacuum Science & Technology B*, 1998, 16(4): 2 473 - 2 478.
- [11] Inkson B J, Mulvihill M, Möbus G. 3D Determination of Grian in a FEAL-Based Nanocomposite by 3D FIB Tomography[J]. *Scripta Materialia*, 2001, 45: 753 - 758.
- [12] Inkson B J, Steer T, Bus G M, et al. Subsurface Nanoindentation Deformation of Cu \pm Al Multilayers Mapped in 3D by Focused Ion Beam Microscopy[J]. *Journal of Microscopy*, 2001: 256 - 269.
- [13] Inkson B J, Olsen S, Norris D J, et al. 3D Determination of a MOSFET Gate Morphology by FIB Tomography[M]// *Microscopy of Semiconducting Materials* 2003. Bristol: Iop Publishing Ltd, 2003: 611 - 616.
- [14] Wu H Z, Roberts S G, Möbus G, et al. Subsurface Damage Analysis by TEM and 3D FIB Crack Mapping in Alumina and Alumina/5% SiC Nanocomposites[J]. *Acta Materialia*, 2003, 51(1): 149 - 163.
- [15] Holzer L, Indutnyi F, Gasser P, et al. Three-Dimensional Analysis of Porous BaTiO₃ Ceramics Using FIB Nanotomography [J]. *Journal of Microscopy*, 2004: 84 - 95.
- [16] Bansal R K, Kubis A, Hull R, et al. High-Resolution Three-Dimensional Reconstruction: a Combined Scanning Electron Microscope and Focused Ion-Beam Approach[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology B*, 2006, 24(2): 554 - 561.
- [17] Kubis A J, Shiflet G J, Dunn D N, et al. Focused Ion-Beam Tomography[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2004, 35A: 1 395 - 1 404.
- [18] Kotula P G, Keenan M R, Michael J R. Tomographic Spectral Imaging with Multivariate Statistical Analysis: Comprehensive 3D Microanalysis[J]. *Microse Microanal*, 2006, 12(1): 36 - 48.
- [19] Lasagni F A, Lasagni A F, Huertas-Olivares I, et al. 3D Nano-Characterisation of Materials by FIB-SEL/EDS Tomography[J]. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2010, 7: 012 016.
- [20] Lasagni F, Lasagni A, Holzapfel C, et al. Three Dimensional Characterization of Unmodified and Sr-Modified Al-Si Eutectics by FIB and FIB EDX Tomography[J]. *Advanced Engineering Materials*, 2006, 8(8): 719 - 723.

- [21] Lasagni F, Lasagni A, Marks E, *et al.* Three-Dimensional Characterization of 'As-Cast' and Solution-Treated AlSi_{12} (Sr) Alloys by High-Resolution FIB Tomography[J]. *Acta Materialia*, 2007, 55(11): 3 875–3 882.
- [22] Scott K. 3D Elemental and Structural Analysis of Biological Specimens Using Electrons and Ions[J]. *J Microsc*, 2011, 242(1): 86–93.
- [23] Hildebrand M, Kim S, Shi D, *et al.* 3D Imaging of Diatoms with Ion-Abrasion Scanning Electron Microscopy[J]. *J Struct Biol*, 2009, 166(3): 316–28.
- [24] Alhede M, Qvortrup K, Liebrechts R, *et al.* Combination of Microscopic Techniques Reveals a Comprehensive Visual Impression of Biofilm Structure and Composition[J]. *FEMS Immunol Med Microbiol*, 2012, 65(2): 335–42.
- [25] Heymann J A W, Hayles M, Gestmann I, *et al.* Site-Specific 3D Imaging of Cells and Tissues with a Dual Beam Microscope[J]. *J Struct Biol*, 2006, 155: 63–73.
- [26] Heymann J A, Shi D, Kim S, *et al.* 3D Imaging of Mammalian Cells with Ion-Abrasion Scanning Electron Microscopy[J]. *J Struct Biol*, 2009, 166(1): 1–7.
- [27] Grandfield K, Palmquist A, Engqvist H. Three-Dimensional Structure of Laser-Modified $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$ and Bone Interface Revealed with STEM Tomography[J]. *Ultramicroscopy*, 2013, 127: 48–52.
- [28] Holzer L, Gasser P, Muench B. Quantification of Capillary Pores and Hadley Grains in Cement Paste Using FIB-Nanotomography[M]// *Measuring, Monitoring and Modeling Concrete Properties*. Dordrecht: Springer, 2006: 509–516.
- [29] Prill T, Schladitz K, Jeulin D, *et al.* Morphological Segmentation of FIB-SEM Data of Highly Porous Media[J]. *J Microsc*, 2013, 250(2): 77–87.
- [30] Holzer L, Münch B, Rizzi M, *et al.* 3D-Microstructure Analysis of Hydrated Bentonite with Cryo-Stabilized Pore Water[J]. *Applied Clay Science*, 2010, 47(3–4): 330–342.
- [31] Holzer L, Wiedenmann D, Münch B, *et al.* The Influence of Constrictivity on the Effective Transport Properties of Porous Layers in Electrolysis and Fuel Cells[J]. *Journal of Materials Science*, 2012, 48(7): 2 934–2 952.
- [32] Desbois G, Urai J L, Burkhardt C, *et al.* Cryogenic Vitrification and 3D Serial Sectioning Using High Resolution Cryo-FIB SEM Technology for Brine-Filled Grain Boundaries in Halite: First Results[J]. *Geofluids*, 2008, 8(1): 60–72.
- [33] Desbois G, Urai J L, Houben M E, *et al.* Typology, Morphology and Connectivity of Pore Space in Claystones from Reference Site for Research Using BIB, FIB and Cryo-SEM Methods[J]. *EPJ Web of Conferences*, 2010, 6: 22 005.
- [34] Steer T J, Möbus G, Kraft O, *et al.* 3-D Focused Ion Beam Mapping of Nanoindentation Zones in a Cu-Ti Multilayered Coating[J]. *Thin Solid Films*, 2002, 413: 147–154.
- [35] McGrouther D, Munroe P R. Imaging and Analysis of 3-D Structure Using a Dual Beam FIB[J]. *Microsc Res Tech*, 2007, 70(3): 186–94.
- [36] Uchic M D, De Graef M, Wheeler R, *et al.* Microstructural Tomography of a $\text{Ni}_{70}\text{Cr}_{20}\text{Al}_{10}$ Superalloy Using Focused Ion Beam Microscopy[J]. *Ultramicroscopy*, 2009, 109(10): 1 229–35.
- [37] Sharma H, Van Bohemen S M C, Petrov R H, *et al.* Three-Dimensional Analysis of Microstructures in Titanium[J]. *Acta Materialia*, 2010, 58(7): 2 399–2 407.
- [38] Mainjot A K, Douillard T, Gremillard L, *et al.* 3D-Characterization of the Veneer-Zirconia Interface Using FIB Nano-Tomography[J]. *Dent Mater*, 2013, 29(2): 157–65.
- [39] Holzer L, Iwanschitz B, Hocker T, *et al.* Microstructure Degradation of Cermet Anodes for Solid Oxide Fuel Cells: Quantification of Nickel Grain Growth in Dry and in Humid Atmospheres[J]. *Journal of Power Sources*, 2011, 196(3): 1 279–1 294.
- [40] Gaiselmann G, Neumann M, Holzer L, *et al.* Stochastic 3D Modeling of $\text{La}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{CoO}_{3-\delta}$ Cathodes Based on Structural Segmentation of FIB-SEM Imagings[J]. *Computational Materials Science*, 2013, 67: 48–62.
- [41] Lee K T, Vito N J, Wachsmann E D. Comprehensive Quantification of $\text{Ni-Gd}_{0.1}\text{Ce}_{0.9}\text{O}_{1.95}$ Anode Functional Layer Microstructures by Three-Dimensional Reconstruction Using a FIB/SEM Dual Beam System[J]. *Journal of Power Sources*, 2013, 228: 220–228.
- [42] Lifshin E, Principe E L, Evertsen J, *et al.* Considerations for Three Dimensional Imaging in the Crossbeam FIB[J]. *Microscopy and Microanalysis*, 2004, 10: 1 134–1 135.
- [43] Lepinay K, Lorut F. Three-Dimensional Semiconductor Device Investigation Using Focused Ion Beam and Scanning Electron Microscopy Imaging (FIB/SEM Tomography)[J]. *Microsc Microanal*, 2013, 19(1): 85–92.
- [44] Phelan R, Holmes J D, Petkov N. Application of Serial Sectioning FIB/SEM Tomography in the Comprehensive Analysis of Arrays of Metal Nanotubes[J]. *J Microsc*, 2012, 246(1): 33–42.
- [45] Schryvers D, Cao S, Tirry W, *et al.* Advanced Three-Dimensional Electron Microscopy Techniques in the Quest for Better Structural and Functional Materials[J]. *Science and Technology of Advanced Materials*, 2013, 14(1): 014 206.
- [46] Elfallah F, Inkson B J. Evolution of Residual Stress and Crack Morphologies during 3D FIB[J]. *Journal of Microscopy*, 2008, 230: 240–251.
- [47] Ghosh S, Bhandari Y, Groeber M. CAD-Based Reconstruction of 3D Polycrystalline Alloy Microstructures from FIB Generated Serial Sections[J]. *Computer-Aided Design*, 2008, 40(3): 293–310.

- [48] Groeber M A, Haley B K, Uchic M D, *et al.* 3D Reconstruction and Characterization of Polycrystalline Microstructures Using a FIB-SEM System[J]. *Materials Characterization*, 2006, 57(4-5): 259-273.
- [49] Zafarani N, Raabe D, Singh R N, *et al.* Three-Dimensional Investigation of the Texture and Microstructure below a Nanoincident in a Cu Single Crystal Using 3D EBSD and Crystal Plasticity Finite Element Simulations[J]. *Acta Materialia*, 2006, 54(7): 1863-1876.
- [50] Lin F X, Godfrey A, Jensen D J, *et al.* 3D EBSD Characterization of Deformation Structures in Commercial Purity Aluminum[J]. *Materials Characterization*, 2010, 61(11): 1203-1210.
- [51] Cédart D, Fandeur O, Rey C, *et al.* Polycrystal Model of the Mechanical Behavior of a Mo-TiC₃0% Metal-Ceramic Composite Using a Three-Dimensional Microstructure Map Obtained by Dual Beam Focused Ion Beam Scanning Electron Microscopy[J]. *Acta Materialia*, 2012, 60(4): 1623-1632.
- [52] Child D J, West G D, Thomson R C. The Use of Combined Three-Dimensional Electron Backscatter Diffraction and Energy Dispersive X-Ray Analysis to Assess the Characteristics of the Gamma/Gamma-Prime Microstructure in Alloy 720Li[J]. *Ultramicroscopy*, 2012, 114: 1-10.
- [53] Saowadee N, Agersted K, Bowen J R. Effects of Focused Ion Beam Milling on Electron Backscatter Diffraction Patterns in Strontium Titanate and Stabilized Zirconia[J]. *J Microsc*, 2012, 246(3): 279-86.
- [54] Saowadee N, Agersted K, Ubhi H S, *et al.* Ion Beam Polishing for Three-Dimensional Electron Backscattered Diffraction[J]. *J Microsc*, 2013, 249(1): 36-40.

中科院上海光学精密机械研究所低维结构 光学微腔材料研究取得系列进展

中科院上海光学精密机械研究所强激光材料重点实验室在低维结构光学微腔材料研究中持续取得系列创新性研究成果，研究成果已在材料领域国际期刊《Journal of Material Chemistry》，《Nanoscale》，《Journal of Material Chemistry C》上发表。

上海光机所研究员张龙、董红星博士带领研究小组围绕低维结构光学微腔开展了系列宽禁带半导体金属氧化物新型微腔体系的设计、制备、光场调制及紫外激光研究，取得了如下创新性研究成果。

利用碳热还原合成技术，实验上首次实现垂直配置的一维 ZnO 法布里-珀罗腔，有效解决了传统平行配置的一维线状、带状微腔的额外光损失过大问题，并成功实现了室温下的紫外激光。该结果为未来微腔基紫外激光器的设计和应用奠定了前期实验基础，得到了审稿人高度评价，研究结果在《Journal of Material Chemistry》上发表（*J Mater Chem*, 2012, 22: 3069-3074，影响因子 6.101）。

利用 Sb 掺杂技术，首次获得 P 型浅掺杂一维四角类波导 ZnO 光学微腔，实验上发现这种新型微腔体系对光场具有非常有效的二维限制效应。利用差分数值模拟进行对光场分布进行了详细深入的理论分析，该结果对于真正实现微型电致激励效应的微型微腔基光电子器件的应用具有重要的意义。研究结果在《Nanoscale》上发表（*Nanoscale*, 2013, 5(10): 4123-8，影响因子 6.233）。

研究了螺旋锥状回音壁 ZnO 微腔调制的紫外激光随温度和激发光强度变化的依赖关系，推动了宽禁带半导体 ZnO 材料在微腔调制激光研究方面的进展。相应结果在《Journal of Material Chemistry C》上发表（*J Mater Chem C*, 2013, 1: 202-206，影响因子 6.101）。

低维受限微纳结构光学微腔的尺寸接近电磁波波长的尺度，光子会受到较强的限制，这将显著改变微腔结构中的一些基本物理性质（光谱、光波导、光动力学等），对于设计在远程通讯、光学传感、信息处理等领域需要的微型光电子学器件具有非常诱人的应用前景。近年来，伴随微纳合成与精细微加工技术的快速发展，新型低维受限微纳结构光学微腔由于自身独特的结构特点和性能优势，已成为半导体光学研究领域的前沿热点之一。

上海光机所该研究小组近期取得的系列研究成果得到了国内外同行的强烈关注，已受邀在 2012 年和 2013 年度国际纳米科技研讨会上做邀请报告，获得了一定影响力。基于系列成果，研究小组在两年的时间内已经获得国家自然科学基金面上项目、青年基金，中科院人才专项基金以及国家科技专项基金的资金支持。

(From http://www.cas.cn/ky/kyjz/201312/t20131223_4003436.shtml)