

特约专栏

FIB/SEM 双束系统在微纳加工与表征中的应用

彭开武

(国家纳米科学中心 纳米检测实验室, 北京 100190)

摘要: 简要回顾了聚焦离子束/扫描电子显微镜双束系统在国家纳米科学中心的应用。围绕透射电镜样品制备、扫描电子显微镜与扫描离子显微镜、纳米材料的二维与三维表征等材料表征, 以及离子束直接刻蚀加工如光子晶体阵列器件原型加工、材料沉积加工如用于电学性能测试的四电极制作、指定点加工如原子力显微镜针尖修饰、三维加工、电子束曝光及其与聚焦离子束联合加工等纳米结构加工两方面, 以一些具体实例分类进行了介绍。针对限制其应用的一些不利因素, 如加工效率低、面积小、精度不足、加工损伤等问题, 一些新技术如新型离子源 Plasma、 He^+ / Ne^+ 离子等与现有 Ga^+ 聚焦离子束系统配合将成为未来发展方向。

关键词: 聚焦离子束; 双束系统; 纳米材料表征; 纳米结构加工; 电子束曝光; 透射电镜样品制备

中图分类号: TN 405 **文献标识码:** A **文章编号:** 1674-3962(2013)12-0728-07

Applications of FIB/SEM Dual Beam System for Micro-Nanofabrication and Characterization

PENG Kaiwu

(Testing Laboratory for Nanostructures, National Center for Nanoscience and Technology, Beijing 100190, China)

Abstract: The applications of Focused Ion Beam (FIB)/Scanning Electron Microscopy (SEM) DualBeam system at National Center for Nanoscience and Technology for micro-nanofabrication and characterization of nanomaterial are briefly reviewed by means of a lot of typical practical examples. Regarding characterization of nanomaterial, the capabilities, such as TEM sample preparation, Scanning Ion Microscopy (SIM), 2D and 3D characterization of nanomaterial, are illustrated. And as for micro-nanofabrication, the applications include: (1) direct milling for nanostructures, for instance, photonic array prototyping; (2) precise material deposition, for example, platinum metal deposition for four-electrode measurement; (3) site specific fabrication, such as AFM tip modification; (4) 3D nanofabrication; (5) electron beam lithography (EBL) and its combination with FIB. The application fields of DualBeam system involve material science, electronics, life science and natural resources. To extend the application field, a number of new technologies, including various new types ion source, such as plasma, He^+ and Ne^+ are expected to be used in the near future to overcome some present disadvantages, for instance, low productivity, small fabrication area, bad fabrication precision, FIB induced damage and so on.

Key words: focused ion beam (FIB); dual beam system; micro-nanofabrication; nanocharacterization; electron beam lithography (EBL); TEM sample preparation

1 前言

聚焦离子束(Focused Ion Beam, FIB)是纳米科技中一种应势而生的新兴研发工具。纳米材料的尺度越来越小, 性能也表现得愈加多姿多态, 很多纳米材料的电学、力学等性能均表现出与宏观材料迥异的特点。要对材料的结构-组成-制备-性能关系有完整理解, 需要

有更先进的表征仪器, 尤其在成像与分析方面^[1]。扫描电子显微镜(Scanning Electron Microscopy, SEM)和透射电子显微镜(Transmission Electron Microscopy, TEM)是表征该方面极其常用的典型仪器。前者能对样品表面进行形貌观察与成份分析, 但却不能获取样品内部信息; 后者虽然能对反映样品内部(或表面)信息的薄膜样品进行形貌、成份、结构信息分析, 但前提是能制备出待分析区的薄膜样品, 而传统的透射电镜样品制备方法越来越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。为解决这些问题, 聚焦离子束系统的应

收稿日期: 2013-09-04

作者简介: 彭开武, 男, 1971年生, 高级工程师

DOI: 10.7502/j.issn.1674-3962.2013.12.03

用得到不断拓展。20 世纪 70 年代末高亮度液态金属 Ga^+ 离子源的诞生和 20 世纪 80 年代初离子光学的发展, 直接导致了 FIB 系统在科学研究和工业上的应用^[2]。它既能对纳米材料的指定位置进行截面处理, 露出样品内部结构供扫描电镜检测, 又能在指定位置高效制备出适合透射电镜表征的薄膜样品, 因而成为联系扫描电镜(微米和纳米级分析表征)和透射电镜(纳米和原子级分析表征)的桥梁。不仅如此, FIB 系统还在微纳米器件原型加工方面优势明显。微纳米器件研发初期, 设计者往往需要频繁改变器件原型结构或调整结构参数以优化器件性能, 这需要相应的微纳加工工艺也能快节奏地匹配这种调整变化。同传统的光学曝光加工技术相比, 聚焦离子束加工无需掩模, 是一种直写技术; 普通的电子束曝光(Electron Beam Lithography, EBL)加工技术尽管也是一种直写技术, 但需首先在对电子束敏感的抗蚀剂上进行图形生成, 然后通过图形转移等工艺将图形结构转移到加工材料上, 是一套系列加工工艺, 加工周期很长, 且通常是一种平面工艺, 不易形成三维结构。而聚焦离子束则因能利用会聚成束的 Ga^+ 离子直接在各类材料上加工出微纳米结构, 使得器件的原型加工周期明显缩短。

商用聚焦离子束大多采用 Ga^+ 离子, 在用于扫描成像时也会刻蚀待测样品, 因此常与扫描电镜一起形成

FIB/SEM 双束系统——SEM 功能主要用于成像表征, 而 FIB 则主要用于加工。

国家纳米科学中心的 Nova200 NanoLab 聚焦离子束/扫描电镜双束系统由美国 FEI 公司生产。该系统实际上是一台高度集成化的纳米工作站。在该仪器上不仅可以实现对各类物质的直接加工, 如材料刻蚀、金属 Pt 沉积、非金属 SiO_2 沉积, 以形成各种微纳米级结构, 还可以实现对加工过程进行观察和结果表征。该设备上还配备了一套 Omniprobe 操纵手, 用于 TEM 样品制备。同时还集成了一套德国 Raith 公司图形发生器, 能实现电子束曝光功能。除了具备先进的硬件组成外, 该仪器还配备了几款针对性强的应用软件, 如用于三维重构技术的 Auto Slice & View 软件及 Amira 软件、对同一样品不同位置进行 TEM 样品制备的 AutoFIB 软件等。本文将围绕双束系统在纳米材料表征与纳米结构加工两方面, 回顾其在国家纳米科学中心的应用情况。

2 双束系统应用

FIB 系统有 3 种工作模式: 成像模式、刻蚀模式及沉积模式^[3], 如图 1 所示。成像模式的工作原理与 SEM 基本相同, 主要用于材料表征; 后两者为直写加工模式, 主要用于结构加工。

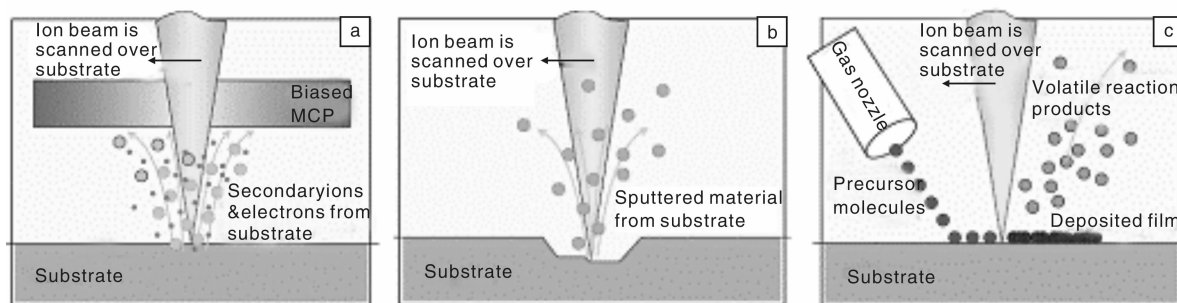


图 1 FIB 系统的 3 种工作模式: (a) 成像模式, (b) 刻蚀模式, (c) 沉积模式

Fig. 1 Principle of FIB: (a) imaging, (b) milling, and (c) deposition

2.1 纳米材料表征

2.1.1 透射电镜 TEM 样品制备

制备 TEM 样品是 FIB 系统的一个极具特色的重要应用。它起源于 20 世纪 90 年代, 因当时的 FIB 系统为单束系统, 只能采用仪器外(Ex-Situ)取样方式。21 世纪初双束系统商业化, 使仪器内(In-Situ)取样得以推广, 制样质量得到相应提高^[2]。图 2a~f 描述了仪器内取样方式的制样全过程——从指定的 CdS 颗粒上沿平行于直边的方向取出一薄片并转移到 Cu 网(TEM 专用)侧边上。

同传统 TEM 样品制备方法相比, FIB 系统制备 TEM 样品有以下特点: ①定点、定向精度高。定位精度小于 $0.5 \mu\text{m}$ 时, 为唯一方法; ②几乎不用样品准备; ③制样时间短; ④制样成功率高; ⑤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; ⑥可对同一块材料的不同时段进行特性分析。

当前, 利用 SEM 或 TEM 进行纳米材料的原位力学/电学性能测试备受关注。FIB 系统也可以为这些试验制备相应的样品。

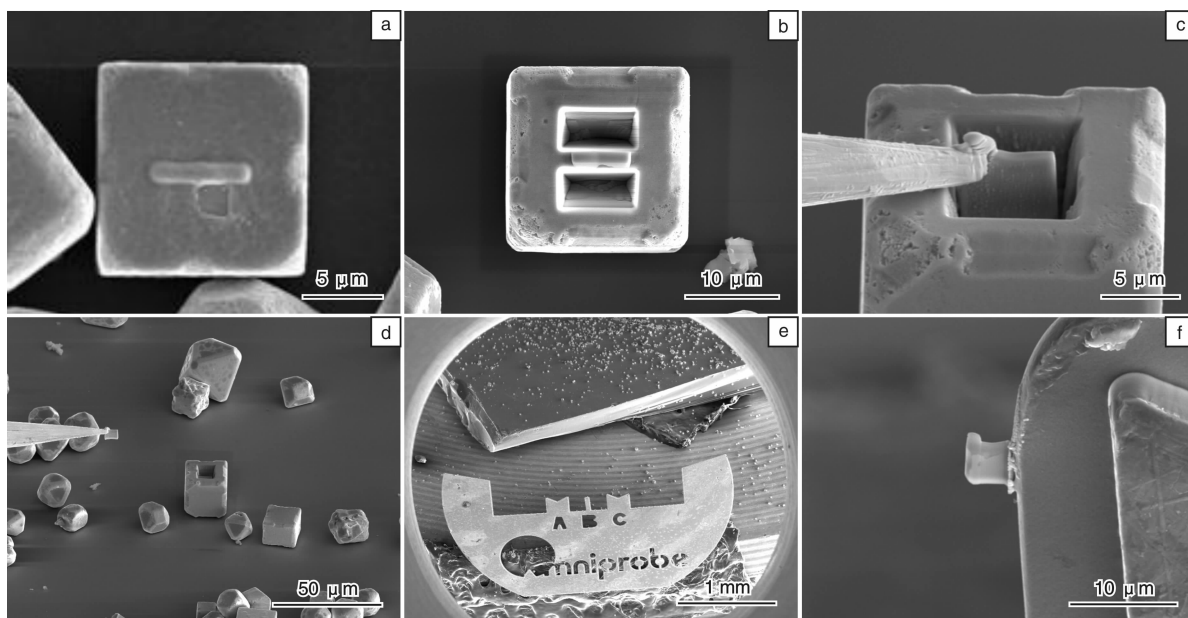


图 2 TEM 样品制备过程: (a) 待制样颗粒, (b) 切片, (c) Omniprobe 取片, (d) 移片, (e) 固定待测样品 Cu 网, (f) 减薄

Fig. 2 The SEM images show prominent steps during FIB based TEM foil preparation: (a) a CdS particle to be cut with the platinum strip deposited on the middle of surface, (b) two trenches already sputtered, one in front of the foil and the other one behind the foil, (c) the foil ready for in situ lift out, (d) Omniprobe micromanipulator with the cut foil away from the particle, (e) a standard TEM copper grid to be used for placing the foil and the silicon wafer with the CdS particles on it, and (f) TEM foil adhered to the TEM copper grid

2.1.2 扫描电子显微镜 SEM 与扫描离子显微镜 SIM

双束系统中的 SEM 功能承担了仪器的绝大多数表征工作。在 TEM 样品制备中, SEM 表征工作贯穿全过程——从样品位置确定, 加工过程中样品检测到制样过程与结果检测。正因如此, 同单束 FIB 系统相比, 双束 FIB 系统可制备出厚度小于 50 nm 的 TEM 样品, 用于透射电镜中的电子能量损失谱 (EELS) 功能测试^[2]。

与之相反, 双束系统的扫描离子显微镜 SIM 功能则较少被应用于材料表征——因采用 Ga^+ 离子源, 其在用于扫描成像时也伴随材料刻蚀。但这并不妨碍在适当时候利用该功能为 FIB 加工提供一些帮助。比如, 可以利用 SIM 功能清除样品表面的污染层。

图 3 为石英衬底上的 Au 颗粒 SIM 图像 (收集信号为二次电子)。图像衬度更多来源于 Au 颗粒的晶粒取向差异, 即材料的沟道效应, 而非表面形貌。这种差异也将直接体现在加工质量上, 因而是加工前检查薄膜质量好坏的重要判据。

SIM 图像衬度还与样品表面电势有关。图 3 中央的 4 个小方格除了右下角外, 其余 3 个为黑色, 表明此 3 个方格内的 Au 处于孤立状态, 即 FIB 对 Au 膜的加工已经穿透, 进入了石英衬底。与同样能量的 SEM 图像相比, SIM 图像衬度更加明显, 是一种非常有效的终点监

测 (End Point Monitor) 方法。

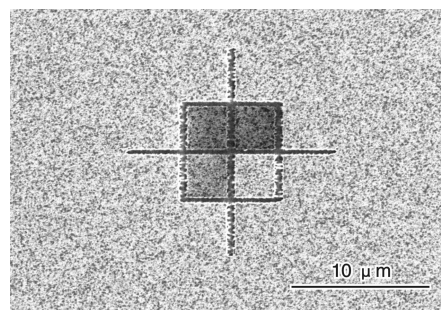


图 3 扫描离子显微镜

Fig. 3 Scanning ion microscopy image

2.1.3 截面观察

常使用双束系统的 SEM 功能对 FIB 加工后的截面进行二维表征。由于 FIB 加工为局部加工, 很适合对一些特殊样品进行截面观察。比如, 为测量包裹在微米级直径光纤的涂覆层厚度, 传统的机械切割会破坏截面形貌。图 4a 是一种典型的紫外光刻机掩模板结构, 悬空的 SiN 膜上有 Au 图形构。采用 FIB 进行局部截面后, 能方便测量出 Au 结构深度 (图 4b)。经 FIB 加工的样品还能继续使用。

图 5 为一种典型的多层膜结构^[4]。中间的 Sn 层经过激光直写加工后形成了半球形小孔阵列。为获取各层

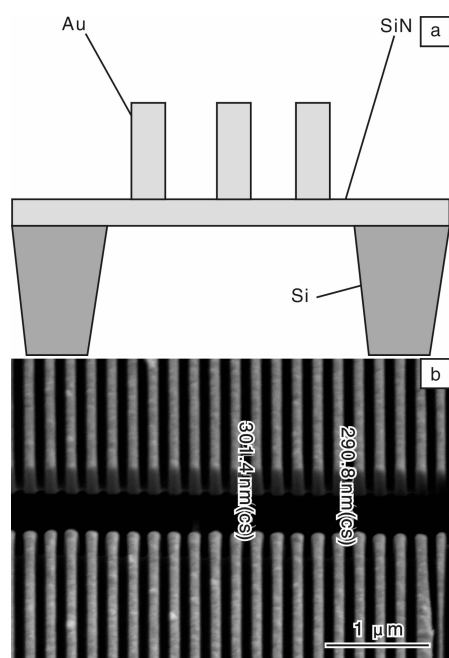


图 4 悬空 SiN 膜上 Au 图形结构截面观察: (a) 截面示意图, (b) FIB 加工后的截面 SEM 图像

Fig. 4 Cross section of gold nanostructure on suspended SiN membrane; (a) sketch of the nanostructure and (b) SEM image of cross section of the milled nanostructure

膜厚度及 Sn 孔大小信息, 采用 FIB 做了截面加工, 然后用 SEM 功能表征 (图 5b); 为获取各层膜的晶向参数, 采用 FIB 做了指定点位置的 TEM 样品 (厚度小于 50 nm), 转入 TEM 分析。

如何使 FIB 截面加工刚好停留在半球形小孔最大尺

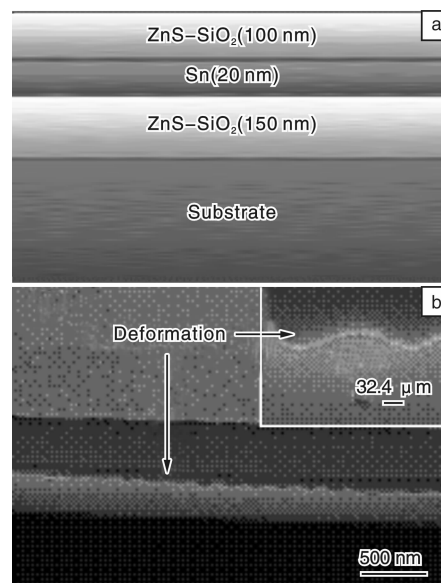


图 5 多层膜结构的截面观察: (a) 截面示意图, (b) FIB 加工后的截面 SEM 图像

Fig. 5 Cross section of multilayer structure; (a) sketch of the multilayer membrane and (b) SEM image of the milled structure

寸处是获取图 5b 图像的关键点, 这归功于双束系统的同步加工与检测 (Simultaneous Patterning and Imaging, SPI) 功能。

2.1.4 三维重构

双束系统的三维重构功能可表征材料表面之下的内部结构, 常用于工业界, 原理如图 6 所示。在实际操作中, 无论是 FIB 的加工参数, 还是 SEM 的成像条件, 以及后续的图像处理, 都需要合理进行, 是一个系统工程。

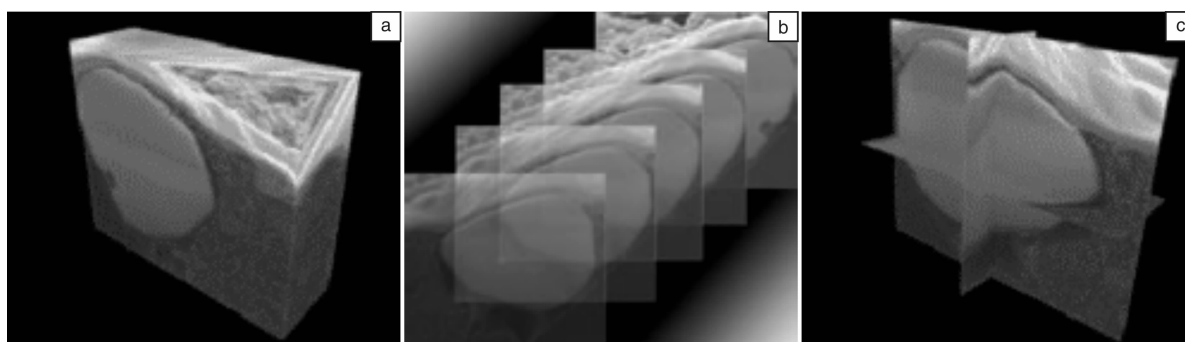


图 6 三维重构原理图: (a) 包埋在样品中颗粒的原始 3D 立体, (b) FIB 对样品逐层切片 SEM 获得系列切片图像, (c) 通过专业软件处理后得到的 3D 图像

Fig. 6 Principle of three dimension reconstruction: (a) a particle embedded in epoxy, (b) SEM images of slices milled by FIB, and (c) 3D image of the particle by image processing software

利用该功能对一块页岩进行了三维重构 (图 7), 以探索页岩气作为一种新能源的可行性。多孔材料的孔隙率表征方法有很多种, 如压汞法、透射电镜 3D 重构法, 但对这种孔径在 100 nm 的材料来讲, 采用双束系统的

三维重构方法最理想^[5]。

2.2 微纳结构加工

2.2.1 微纳结构直接成形加工

直接成形加工是 FIB 系统最常用的工作模式。从原

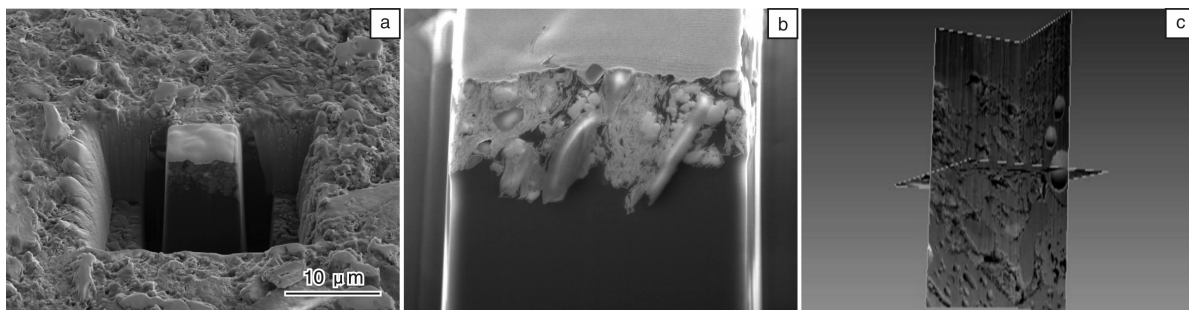


图 7 页岩样品的三维重构: (a) 待表征的页岩样品, (b) FIB 截面加工后获取的第一张 SEM 图像, (c) 软件合成后的页岩孔隙分布图

Fig. 7 3D reconstruction of a piece of shale: (a) the shale sample region of interest, (b) the first SE image of slice, and (c) image of a portion of milled sample after image processing

理上讲, FIB 加工对待加工材料无选择性, 比如图 8 中的材料为石英基底上的 Cr/Au 金属层, 图 9 则为典型绝缘体材料 PDMS^[6]。FIB 系统还很容易实现对每一个加工点深度的控制。在图 8 的沟槽阵列中, 中间的两道狭缝深度要求能刻透 Cr/Au 金属层, 而其余沟槽深度仅为

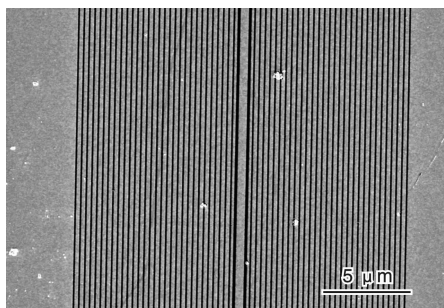


图 8 光子晶体阵列

Fig. 8 Photonic array prototyping

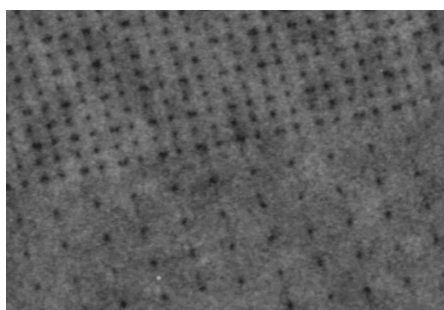


图 9 PDMS 材料点阵

Fig. 9 Dots array in PDMS surface

对图 8 这种厚度通常超过 100 nm 的 Cr/Au 金属层进行纳米级宽度刻蚀, 而且深度可变的加工, 电子束曝光技术十分困难。

2.2.2 材料沉积加工

应用系统的材料沉积功能可制作纳米材料的测量电

极。图 10 中的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, 精确覆盖在碳纳米管上, 以用于碳纳米管的电学性能测量。制备好的样品可随后转入 Keithly 半导体表征系统进行电学性能测试。

图 11 中的 4 针 ZnO 在加工前已经与衬底材料上的 3 个微电极分别接触, 但不能确定接触状态是否良好。为确保其为欧姆接触, 可采用 Pt 沉积功能, 将 ZnO 固定在 3 个微电极上。

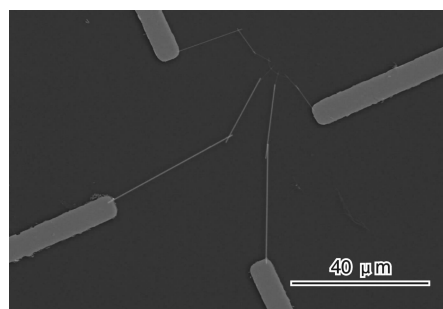


图 10 碳纳米管电极制作

Fig. 10 Four electrodes on a carbon nanotube

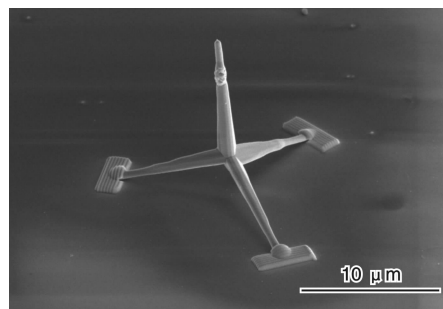


图 11 4 针 ZnO 固定

Fig. 11 A ZnO nanorod fixed by platinum deposition

2.2.3 指定点加工

FIB 系统能灵活对样品特定点加工, 比如对扫描探

针显微镜 SPM(如 AFM、STM)的针尖进行修饰。图 12 给出了 AFM 针尖修饰前后的照片。无论针尖为 Si 材料还是 SiO_2 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。

对 AFM 针尖直接修饰可采用刻蚀与材料沉积两种方式进行。从图 12b 中也可看出,修饰后的针尖既细且匀,体现了 FIB 加工的长焦深特点。

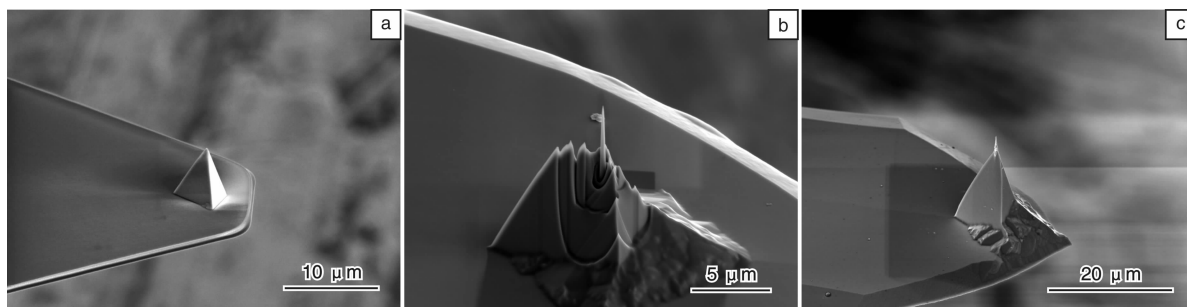


图 12 AFM 针尖修饰: (a)修饰前的 AFM 针尖, (b)刻蚀后的 AFM 针尖, (c)沉积 Pt 后的 AFM 针尖

Fig. 12 AFM tip modification: (a) AFM tip before modification, (b) milled tip, and (c) tip with platinum needle on it

2.2.4 三维加工

FIB 系统的三维加工包含两方面:在平面衬底上实现 3D 加工(如图 13a)和在曲面材料上实现 3D 加工(如图 13b)。

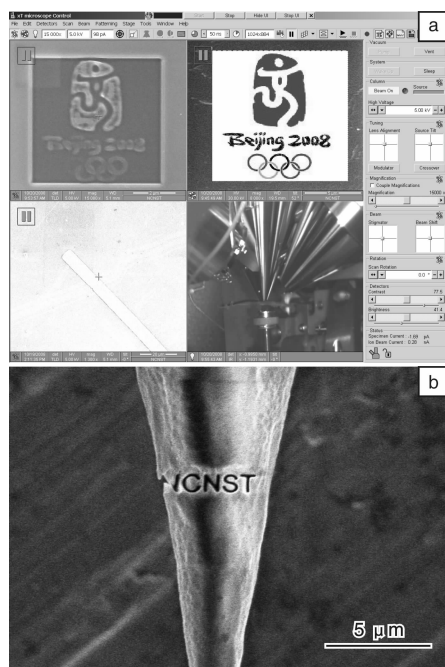


图 13 3D 结构加工: (a)平面衬底加工 3D 结构, (b)曲面衬底加工

Fig. 13 3D milling: (a) 3D structure milling on flat substrate and (b) 3D milling on curly substrate

图 13a 示意了一种很简单的 3D 加工方法, FIB 系统能根据导入的位图 BMP 文件(图 13a 右上方)按照颜色深浅,控制每一点的加工时间,形成各点深度不一的 3D 结构,结果如图 13a 左上方。图 13b 展示了 FIB 在一根光纤尖端加工的结果。

3D 加工的一个技术难点在于精确控制每一点的加工深度。尽管加工图形的每一点深度能理想设定,但实际加工深度结果却受多种因素影响,比如加工图形深度、疏密程度、加工束流大小、仪器真空等,因此加工出一个符合设计尺寸的 3D 结构并不容易。

2.2.5 电子束曝光(EBL)技术及其与 FIB 联合加工

电子束曝光功能是仪器附件功能,它得益于本双束系统中的 SEM 电子源为 Schottky 类型。

图 14 为石墨烯片上的 4 电极制作示意图^[7-8],图 14 中的石墨烯片虽然面积很大,但厚度通常只有几个纳米。尽管双束系统本身能通过离子束沉积 Pt 方式生成 4 电极,但离子束沉积 Pt 过程中 Ga^+ 离子非常容易刻蚀样品;而电子束沉积的 Pt 电极又不是纯金属。

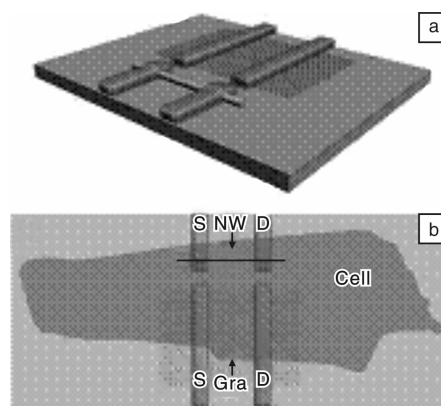


图 14 石墨烯片上的 4 电极制作

Fig. 14 Schematic design of four electrodes fabricated by EBL on a single layer graphene

联合 FIB 与 EBL 功能可以实现一些复杂结构的加工。图 15 中的衬底材料为 Au/石英,图 15 上的图形(除左边的半圆环外)为 HSQ 胶图形,通过 EBL 工艺实

现。随后采用 FIB 的刻蚀功能对 Au 膜指定位置实现图中半圆环结构的加工。

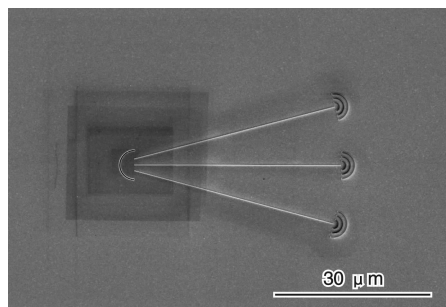


图 15 FIB 与 EBL 联合加工

Fig. 15 Nanostructure fabricated by FIB in combination with EBL

3 聚焦离子束系统的不足

总的来讲, 聚焦离子束系统在国家纳米科学中心的应用领域涉及材料科学、电子学、生命科学、工业应用等各个方面, 但也有不足之处。最突出的一点是加工效率问题。一方面, 在通常应用中, 加工效率极低, 刻蚀一块 10 μm 长的立方体硅材料, 最快也需要 10 min 左右的时间, 不适合大体积加工, 同时也使得 FIB 系统在表征材料内部结构时深度受限; 另一方面, 在某些特定场合, 如对几十纳米厚的 SiN 膜进行小孔(以作为 DNA 序列检测)加工时, Ga^+ 离子加工速度又显得过快, 不易控制。

再考虑一下聚焦离子束系统的成像与加工质量问题。对前者, 值得关心的是束流密度分布的半高宽, 而对后者, 则是整个束流分布的形状, 特别是它的尾部, 因为它也能产生不期望的、不可控的加工效果。一个能给出最好的成像分辨率的离子束流密度分布, 并不一定能完成最好的微纳加工^[9]。同场发射电子源相比, 液态金属 Ga^+ 离子源的亮度要小 2~3 个数量级; 强空间电荷效应又限制了可用的最大发射电流, 造成了大的能量分散; 此外, 因采用静电透镜, 与同焦距的磁透镜相比, 球差系数约为其 4 倍。这些因素都导致了离子探针中束流密度分布中长尾巴的产生^[9]。实验表明, 一个能给出最好的成像分辨率的、束斑直径约在 20 nm 的离子探针, 其束流密度分布的长尾巴可达 2 μm 。在利用聚焦离子束系统加工时, 仪器操作者为将 Ga^+ 离子会聚成束, 通常以成像质量为依据, 致使加工质量无法达到某些应用要求, 其根本原因在于离子光学系统的最佳成像条件与最佳加工条件的不统一。

4 结 语

为拓展双束系统应用, 提高加工质量, 近年来聚焦

离子束系统本身(包括离子源与离子光学镜筒)得到了较快发展。一些新型离子源, 如 He^+ , Ne^+ , Plasma 等开始走向应用, 并与现有 Ga^+ 系统集成, 解决了其加工效率及加工损伤等问题, 如离子光学设计不断完善, 聚焦离子束的束流分布更加合理。

可以预期, 国家纳米科学中心的双束系统在纳米材料表征和纳米结构加工方面将得到深度和广度发展。在纳米材料的表征方面, 将不仅仅局限于材料的形貌信息^[10]。在纳米结构加工方面, 将尝试与其它微纳加工设备(如纳米压印)一起, 开展其在微纳机电系统(MEMS/NEMS)中的应用^[11-12]。

参考文献 References

- [1] Yao Nan(姚楠). *Focused Ion Beam Systems: Basics and Applications* [M]. London: Cambridge University Press, 2007.
- [2] Richard Wirth. Focused Ion Beam (FIB) Combined with SEM and TEM: Advanced Analytical Tools for Studies of Chemical Composition, Microstructure and Crystal Structure in Geomaterials on a Nanometer Scale [J]. *Chemical Geology*, 2009, 261: 217-229.
- [3] Steve Reyntjens, Robert Puers. A Review of Focused Ion Beam Applications in Microsystem Technology [J]. *J Micromech Microeng*, 2001, 11: 287-300.
- [4] Zhang Jianming(张建国), Guo Chuanfei(郭传飞), Zhang Haoran(张浩然), et al. One-Step Fabrication of Micro/Nanotunnels in Metal Interlayers [J]. *Nanoscale*, 2013, 10(6): 8351-8354.
- [5] Holzer L, Indutnyi F, Gasser Ph, et al. Three-Dimensional Analysis of Porous BaTiO_3 Ceramics Using FIB Nanotomography [J]. *Journal of Microscopy*, 2004, 216(10): 84-95.
- [6] Guan Li(关丽), Peng Kaiwu(彭开武), Yang Yanlian(杨延莲), et al. The Nanofabrication of Polydimethylsiloxane Using a Focused Ion Beam [J]. *Nanotechnology*, 2009, 20: 145-301.
- [7] Cohen-Karni Tzahi, Qing Quan, Li Qiang, et al. Graphene and Nanowire Transistors for Cellular Interfaces and Electrical Recording [J]. *Nano Lett*, 2010, 10(3): 1098-1102.
- [8] Huang Ping(黄平), Zhu Huarui(朱华瑞), Jing Long(景龙), et al. Graphene Covalently Binding Aryl Groups: Conductivity Increases Rather than Decreases [J]. *ACS Nano*, 2011, 5(10): 7945-7949.
- [9] Chen Wenxiong(陈文雄), Xu Jun(徐军), Zhang Jiedong(张解东). 聚焦离子束 FIB 中的离子光学问题 [J]. *Journal of Chinese Electron Microscopy Society* (电子显微学报), 2002, 21(4): 411-415.
- [10] Giannuzzi L A, Stevie F A. *Introduction to Focused Ion Beams: Instrumentation, Theory, Techniques and Practice* [M]. Germany: Springer Press, 2004.
- [11] Ampere A Tseng. Recent Developments in Micromilling Using Focused Ion Beam Technology [J]. *J Micromech Microeng*, 2004, 14: R15-R34.
- [12] Ampere A Tseng. Recent Developments in Nanofabrication Using Focused Ion Beams [J]. *Small*, 2005, 1(10): 924-939.