

ДВУЛУЧЕВЫЕ СКАНИРУЮЩИЕ ЭЛЕКТРОННО-ИОННЫЕ МИКРОСКОПЫ: ОБЛАСТИ И ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ

УДК 620.187.22
ВАК 02.00.02

Лукашова М.В., к.ф.-м.н., ООО "ТЕСКАН", LukashovaMV@tescan.ru

Сканирующие электронные микроскопы находят все более широкое применение в науке и промышленности. Значительно увеличивает их возможности комплектация ионной колонной. Ионный пучок позволяет создавать микрошлифы для изучения внутренней структуры образца без необходимости его разрушения, а дополнение специальным программным обеспечением открывает возможности реализации 3D-томографии с нанометровым пространственным разрешением. В статье рассматриваются преимущества и примеры применения сканирующих электронно-ионных микроскопов, а также приведен обзор дополнительных устройств для решения специальных задач.

Сканирующий электронный микроскоп (Scanning Electron Microscope, SEM) – многофункциональный исследовательский инструмент, который используется для изучения образцов на микро- и наноуровне как в академических институтах, так и в заводских лабораториях. Функционал современного SEM далеко вышел за рамки устройства получения увеличенных изображений. Так, в большинстве исследований электронные изображения

сопровождаются данными об элементном составе микровключений и микрочастиц, полученными с помощью энергодисперсионного спектрометра (Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy, EDS), реже – волнодисперсионного спектрометра (Wavelength Dispersive X-Ray Spectroscopy, WDS). Также, в зависимости от комплектации, SEM может предоставлять кристаллографическую информацию об образце, регистрировать сигналы катодолюминесценции и наведенного тока, проводить физико-механические испытания образца *in situ*, выполнять литографию электронным пучком. Кроме того, возможна полная интеграция SEM с рамановским конфокальным микроскопом.

В последние пару десятилетий все более популярными становятся двулучевые сканирующие электронно-ионные микроскопы FIB-SEM, которые, помимо электронной колонны SEM, оснащены также ионной колонной FIB (Focused Ion Beam – сфокусированный ионный пучок). В чем преимущество наличия ионной колонны? Начнем с обсуждения недостатков SEM без FIB.

ОГРАНИЧЕНИЯ SEM

Исследование только поверхности образца

При всей своей многофункциональности SEM ограничены возможностью наблюдения лишь внешней поверхности объекта, помещенного в камеру микроскопа. Не существует твердого вещества, прозрачного для пучка электронов, поэтому пользователь SEM не может заглянуть под поверхность образца (рис.1). Если в оптической микроскопии используются оптически прозрачные покровные стекла и фиксирующие компаунды, сквозь которые может наблюдаться образец, то, поместив такой препарат в камеру SEM, вы увидите лишь поверхность покровного стекла/компаунда, но

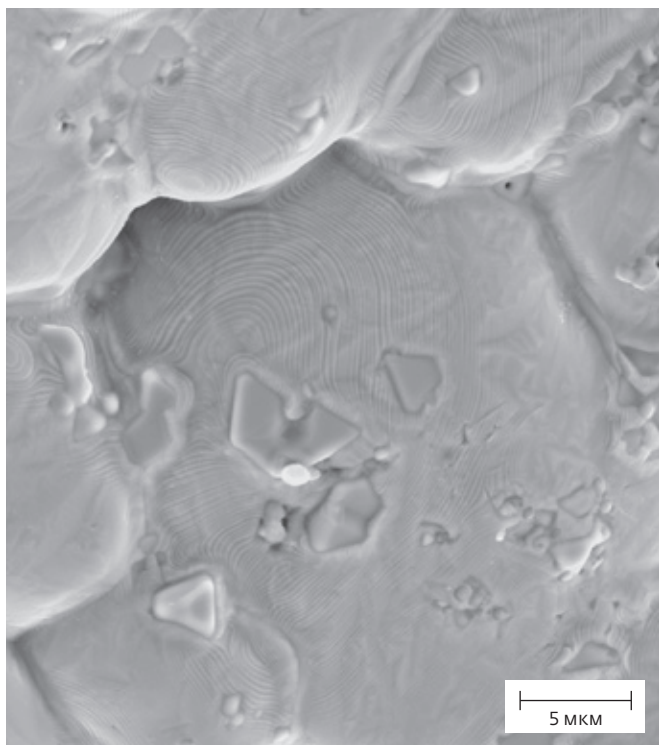


Рис.1. SEM-снимок не позволяет судить о том, что находится под изображенной поверхностью

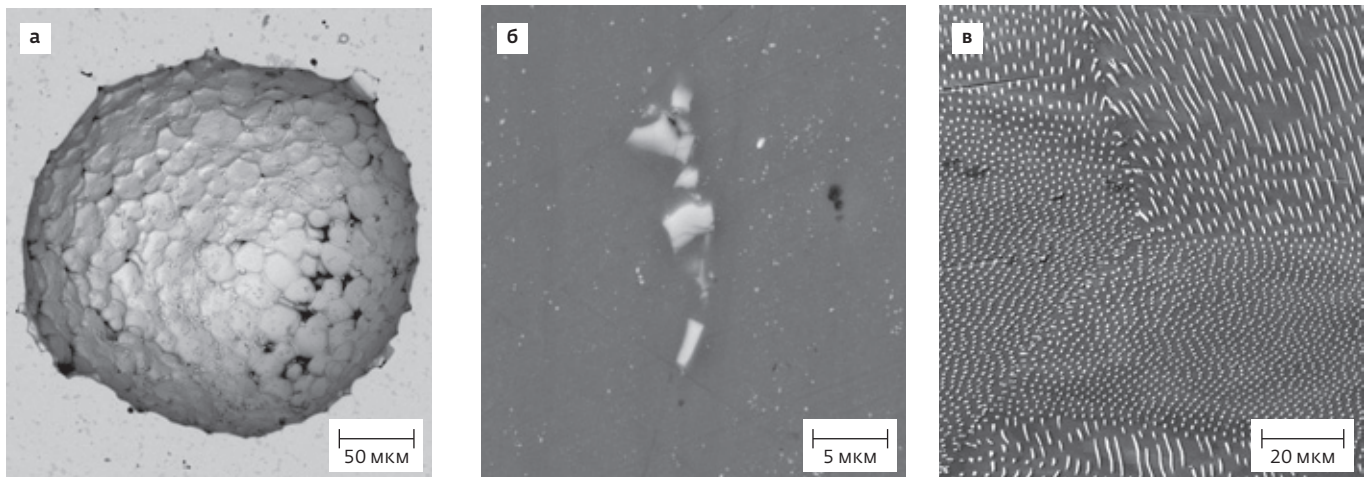


Рис.2. Неопределенности при интерпретации двумерных снимков: а – круглый объект может быть как выступом, так и впадиной; б – группа светлых частиц может являться одним объектом сложной формы, который выходит на поверхность несколькими своими частями; в – белые выделения второй фазы эвтектического сплава могут иметь форму иголок, пластинок или какую-либо другую (изображение предоставлено Институтом физики материалов Академии наук Чешской Республики)

отнодь не изучаемый объект. Когда требуется проанализировать внутреннюю структуру образца, то повсеместно распространенным способом является подготовка поперечных шлифов, что заметно замедляет пробоподготовку и подразумевает частичное уничтожение образца.

При необходимости создания шлифа увеличение длительности пробоподготовки весьма существенно. Если изучается нативный образец, который представляет собой не содержащее влагу твердое тело с габаритами, позволяющими разместить его в камере SEM, то пробоподготовка либо вовсе не требуется, либо, в зависимости от задачи, нужно потратить 10 минут на нанесение на поверхность образца тонкого токопроводящего слоя в напылительной установке¹. Но для подготовки шлифа требуются разрезание образца, запрессовка его фрагментов в эпоксидный наполнитель, последующие шлифовка и полировка. Трудозатраты растут, и метод уже не назовешь экспрессным, поскольку на одно только затвердевание эпоксидного наполнителя иногда требуется больше суток.

Подготовка шлифа во многих дисциплинах трактуется как уничтожение образца. Это недопустимо для музейных экспонатов и вещественных доказательств

при проведении криминалистической экспертизы. При анализе отказов микроэлектронных устройств на сколе обнаруживаются только те дефекты, которые попали на скол, но теряется информация об остальных дефектах.

Двумерная проекция трехмерного объекта

Электронные изображения поверхности образца запечатлевают длину и ширину объекта наблюдения, но не его высоту. Это может приводить к ошибочной интерпретации полученных результатов. Если изучается рельефный образец, то превращение трехмерного объекта в его двумерную проекцию затрудняет понимание особенностей рельефа (рис.2а), а если трактуются снимки полированных поверхностей, то тем более не хватает информации о том, что расположено в глубине образца (рис.2б, в). Что до особенностей рельефа, то отличать выступы от впадин помогают анаглифные изображения. А при исследовании полированных поверхностей качественный скачок от двумерного снимка к трехмерному кубу данных требует послойного срезания и фотографирования каждого нового среза, для чего могут использоваться ультрамикротом или ионная колонна FIB.

Покажем, как наличие ионной колонны FIB в комплектации SEM позволяет преодолеть указанные выше ограничения и обеспечивает несколько дополнительных преимуществ. Большинство изображений, которые используются в качестве примеров в данной статье, были получены на микроскопах марки TESCAN в демонстрационно-методических лабораториях TESCAN в Санкт-Петербурге и Москве.

¹ Напылительная установка – стандартное дополнительное оборудование для SEM, предназначенное для нанесения на поверхность непроводящего образца тонкого проводящего слоя, который нужен как канал оттока заряда, привносимого электронным пучком SEM. В последние годы появляется все больше опций для SEM, позволяющих изучать непроводящие образцы без напыления.

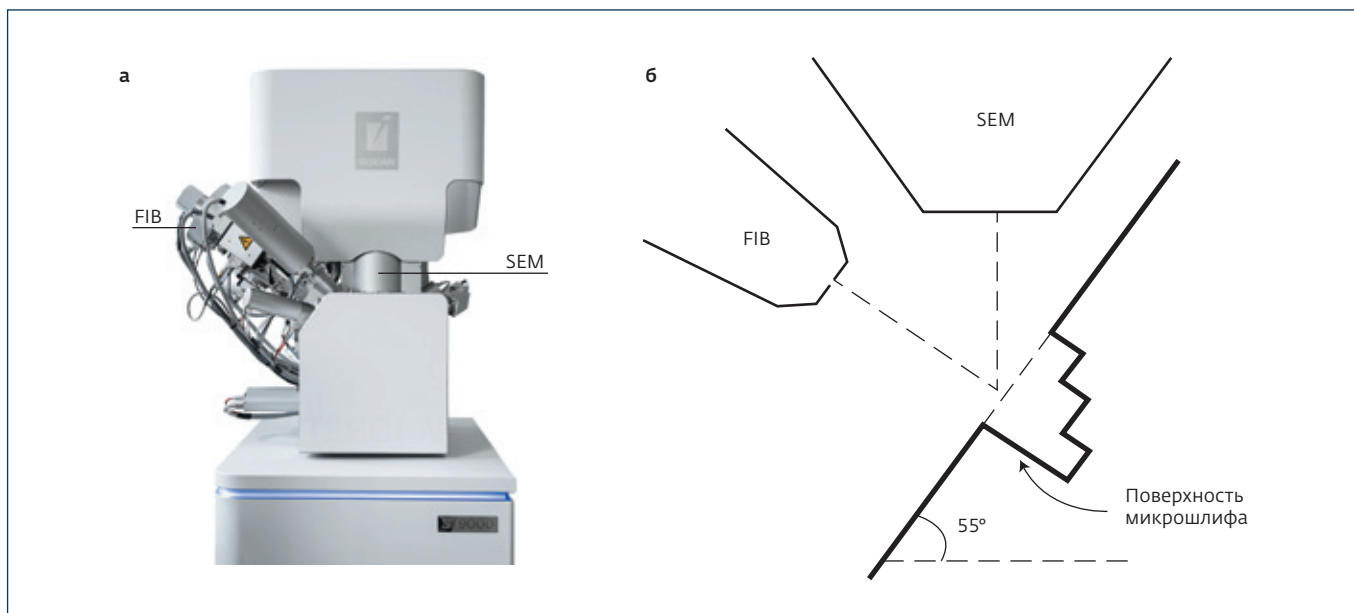


Рис.3. Двухлучевой сканирующий электронно-ионный микроскоп FIB-SEM: а – общий вид; б – схема приготовления микрошлифа с помощью пучка FIB

ПРИНЦИП РАБОТЫ МИКРОСКОПА FIB-SEM

В SEM сфокусированный пучок электронов шаг за шагом сканирует поверхность образца. При взаимодействии электронов с материалом образца генерируются ответные сигналы: электроны различных энергий, характеристическое и тормозное рентгеновское излучение, катодолюминесцентный сигнал и т.д. Каждый тип ответного сигнала передает специфическую информацию об образце, например, о рельефе поверхности, составе микрообъектов, типе кристаллической структуры и ориентировке кристаллических плоскостей отдельных зерен [1]. Изображения и прочие данные накапливаются последовательно, шаг за шагом, по мере продвижения пучка электронов по поверхности образца. Пространственное разрешение электронных снимков ограничивается диаметром пучка (чем более узкий пучок, тем лучше разрешение). Разрешение конкретного SEM зависит от конструкции его электронной колонны и пушки, в последние годы наиболее популярны SEM с так называемым катодом Шоттки и пространственным разрешением 1 нм. За редким исключением детекторы собирают ответный сигнал, испускаемый поверхностью образца во внешнюю полусферу камеры образцов, – это означает, что на толщину образцов не накладывается никаких ограничений, поэтому они могут быть довольно громоздкими. Для сравнения, если бы собирался прошедший через образец сигнал, как это происходит в просвечивающем электронном микроскопе, то доступны для изучения были бы только очень тонкие образцы, через которые пучок

электронов может пройти насквозь. Образцы в камере SEM должны находиться под вакуумом, иначе пучок электронов будет рассеиваться молекулами атмосферы и не достигнет образца, поэтому возможна работа только с такими образцами, которые выдерживают вакуумирование: твердыми, желательными не содержащими влагу, в исключительных случаях – замороженными при криогенных температурах.

Ионная колонна, так же как и электронная колонна, формирует сфокусированный высокоэнергетический пучок заряженных частиц, только теперь это не отрицательно заряженные электроны, а положительно заряженные тяжелые ионы (чаще всего – ионы галлия, реже – ионы ксенона). Обе колонны – FIB и SEM – устроены похожим образом и подчиняются общим принципам оптики заряженных частиц. Двухлучевой сканирующий электронно-ионный микроскоп FIB-SEM представляет собой комбинацию из электронного и ионного микроскопов, объединенных одной вакуумной камерой [2]. Электронная колонна при этом обычно расположена вертикально (как и у всех прочих моделей SEM), а ионная колонна – под углом к вертикали, поскольку вертикальная позиция уже занята (рис.3а). При сканировании ионным пучком по поверхности образца, так же как и в случае SEM-сканирования, генерируются ответные сигналы, которые могут быть использованы для формирования различных изображений и карт, но получение изображений и карт с помощью FIB – это второстепенное направление

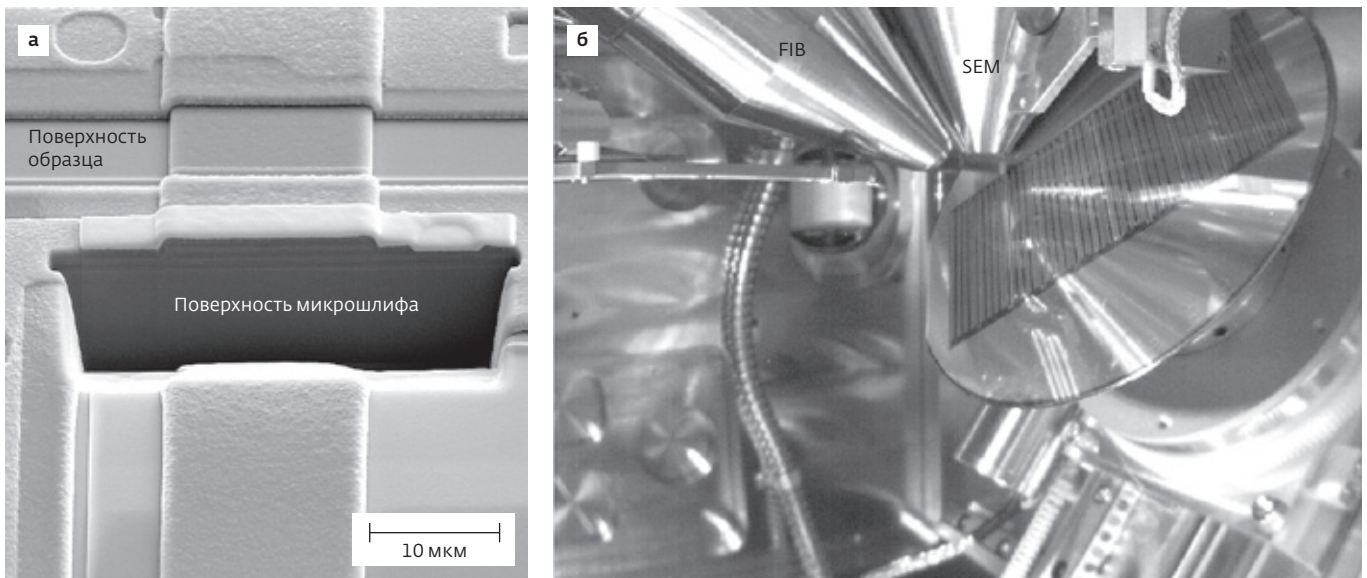


Рис.4. Исследование микроэлектронных устройств: а – типичный микрошлиф, приготовленный ионным пучком; б – снимок инфракрасной камеры, показывающей происходящее внутри камеры образцов, данным аксессуаром комплектуются почти все SEM. Пластина диаметром 4 дюйма расположена по нормали к пучку FIB

использования FIB-колонны. Главная особенность ионного пучка состоит в том, что его воздействие на образец гораздо более разрушительно, чем в случае электронного пучка, поскольку ионы значительно тяжелее электронов. При взаимодействии пучка ионов с поверхностью образца материал последнего буквально разлетается во все стороны и откачивается вакуумной системой, причем происходит это на микро- и наноровне, так как диаметр пучка ионов составляет единицы либо десятки нанометров.

Обычно исследователь старается не допустить видоизменения образца при его наблюдении, но при работе с FIB-колонной модификация поверхности, наоборот, приветствуется, так как она является управляемой, причем на наноровне. Ионным пучком, как очень тонким скальпелем, можно вырезать на поверхности образца желаемые структуры. При всем многообразии рельефов, которые можно вытравить средствами ионной литографии, чаще изготавливают структуру, которую можно назвать микрошлифом (рис.3б). Для создания микрошлифа поверхность образца наклоняют так, чтобы ионный пучок падал на нее по нормали. Электронная колонна при этом наблюдает наклоненные поверхности, но геометрические искажения, возникающие из-за этого на SEM-кадрах, компенсируются специальными функциями, такими как коррекция наклона и динамический фокус. Стенка фигуры на рис.3б, по отношению к которой ионы распространяются по касательной, получается

очень гладкой. Это и есть микрошлиф, изучая который с помощью электронной колонны, можно узнать, что скрывается под поверхностью образца. Геометрия эксперимента в современном FIB-SEM организована так, что вновь созданный микрошлиф сразу доступен для сканирования электронным пучком без необходимости вращать или наклонять образец.

ПРИМЕРЫ МИКРОШЛИФОВ И НАНЕСЕНИЕ ЗАЩИТНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАСОК

На рис.4а изображен типичный микрошлиф, приготовленный ионным пучком FIB. Угол между поверхностью образца и поверхностью микрошлифа составляет 90° (на электронном изображении это неочевидно). Изучение поверхности микрошлифа позволяет узнать строение внутренних объемов образца, что было недоступно при наблюдении поверхности методами классической сканирующей электронной микроскопии. Типичные размеры микрошлифа – около 15 мкм в ширину и около 10 мкм в глубину. Максимальный достижимый за разумное время линейный размер микрошлифа – до 100 мкм для микроскопов FIB-SEM с галлиевым ионным пучком и до 1 мм для приборов с ксеноновым ионным пучком. Длительность приготовления микрошлифа варьируется от 20 минут до нескольких часов в зависимости от его размеров и скорости травления изучаемого материала (у разных веществ скорости могут отличаться на порядок). Обычно FIB-SEM работают с образцами габаритными размерами менее

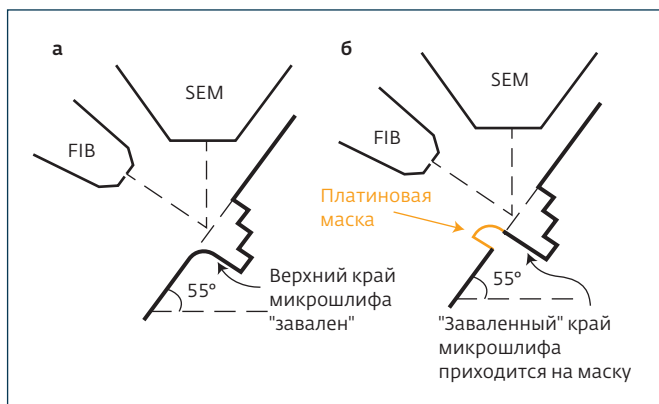


Рис.5. Решение проблемы "завала" верхнего края микрошлифа: а – при "заваленном" крае на микрошлифе не сохраняется информация о тонких структурах образца, прилегающих к его поверхности; б – перед началом вытравливания на локальный участок поверхности образца с помощью опциональной системы GIS осаждается платиновая маска, благодаря чему на микрошлифе сохраняются даже самые тонкие приповерхностные слои

30 мм, но возможно размещение и более крупных объектов, что важно, когда их нельзя разламывать (рис.4б). Микроскопы FIB-SEM марки TESCAN допускают изучение пластин диаметром до 8 дюймов².

Специалисты, имеющие опыт приготовления обычных металлографических шлифов, знают, что край шлифа обычно оказывается "заваленным", поэтому, если планируется изучение именно внешних краев образца, то их нужно защитить, зафиксировав образец в эпоксидном компаунде. Похожий артефакт наблюдается и при использовании FIB: верхний край микрошлифа, приготовленного ионным пучком, оказывается завален (рис.5а), из-за чего остаются доступными для наблюдения только относительно глубокие внутренние структуры образца, но не тонкие слои, прилегающие к его поверхности. Между тем заказчики FIB-исследований зачастую интересуются именно этими слоями, так как FIB-SEM – один из немногих инструментов, позволяющих визуализировать самые тонкие приповерхностные особенности образца. Чтобы защитить приповерхностные слои, используются металлические маски, которые осаждаются на небольшие участки поверхности образца с помощью системы

² Максимальный диаметр образца для TESCAN FIB-SEM в стандартной комплектации составляет 6 дюймов, а при наличии опционального расширения камеры образцов это значение увеличивается до 8 дюймов. Любой участок пластины может быть приведен в точку пересечения пучков SEM и FIB и размещен по нормали к пучку FIB.

инжектирования газов GIS (Gas Injection System) – распространенной опции для микроскопов FIB-SEM. В рабочем положении форсунка GIS подводится к образцу (рис.6а) и создает вокруг точки взаимодействия пучка заряженных частиц с его поверхностью небольшое облачко газа-прекурсора, состоящего из молекул специально подобранных состава. Под действием пучка ионов или электронов молекулы прекурсора разлагаются на летучие и нелетучие компоненты: первые откачиваются вакуумной системой микроскопа, вторые осаждаются на участках образца, по которым сканирует пучок заряженных частиц (рис.6б). Таким образом можно целенаправленно создавать различные структуры из осаждаемых материалов – в основном проводящих, но осаждение непроводящих дорожек также возможно. Система GIS с соответствующими прекурсорами используется не только для осаждения, но и для ускоренного и селективного травления, а также выравнивания скоростей травления материалов различного состава – последнее используется для послойного препарирования микросхем, так называемого *delayering*.

В качестве защитной маски на образец обычно осаждается платина, реже – вольфрам. Если начинать создание микрошлифа с осаждения платиновой маски, то при последующем травлении вглубь образца верхний заваленный край микрошлифа придется на маску, а между ней и образцом сохранятся все слои, в том числе самые верхние, которые потом можно будет наблюдать на электронных снимках микрошлифов (рис.5б и 6в). Обычно маска осаждается сканированием ионным пучком. Но если объект изучения – слой на поверхности образца толщиной несколько нанометров, то есть вероятность его разрушения при первом же сканировании ионным пучком даже с щадящими параметрами. Поэтому в таких случаях начинают с осаждения защитной маски сканированием пучком электронов, а затем продолжают осаждение ионным пучком (пучок SEM, как и пучок FIB, способен индуцировать процесс осаждения, хотя и с меньшей скоростью).

Рис.7 демонстрирует примеры микрошлифов, созданных травлением ионным пучком. На рис.7а осаждение платиновой маски помогло сохранить на сечении внешний темный слой – корку у частицы пыли полиметаллического производства. Как выяснилось, именно эта корка препятствовала извлечению из пыли целевых элементов [3]. При изучении микрогранул данной пыли с использованием механической полировки корку не удавалось зарегистрировать из-за ее малой толщины.

Рис.7б отображает ситуацию, с которой сталкиваются исследователи при осаждении тонких пленок. Как правило, они "по умолчанию" предполагают, что получают качественные гомогенные пленки заданной толщины. Но

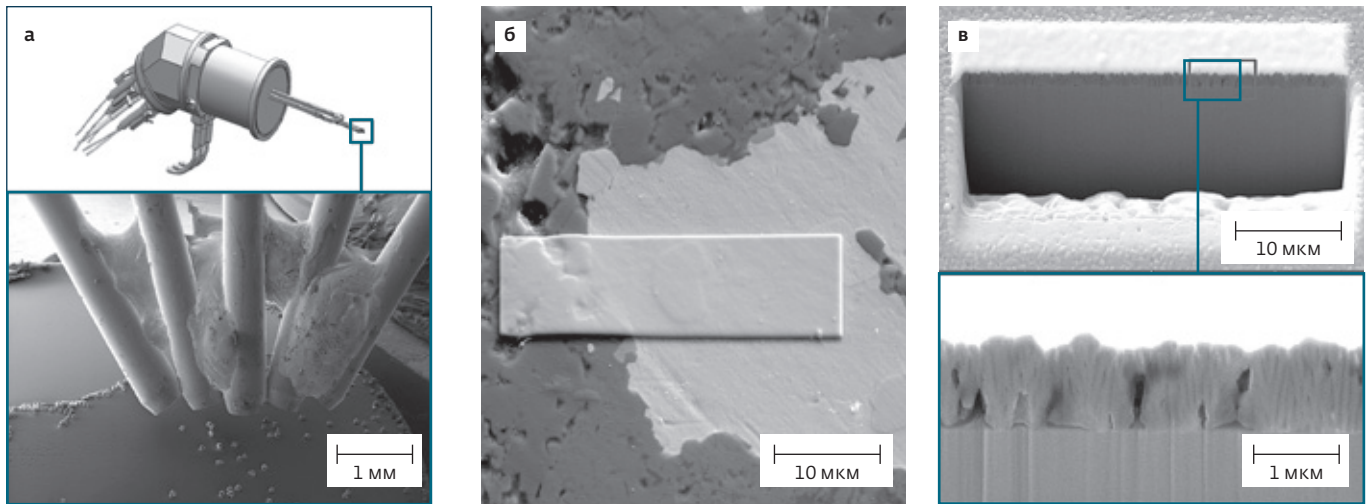


Рис.6. Применение системы GIS для осаждения платиновой маски: а – система GIS и ее форсунки в рабочем положении вблизи образца; б – светлый прямоугольник правильной формы – платиновая маска, осажденная с помощью GIS; в – между маской и основой образца сохранился тонкий субмикронный поверхностный слой, который и являлся объектом изучения

на поверку может оказаться, что пленки содержат пустоты, а толщина слоев больше, чем планировалось.

На рис.7в показан типичный пример контроля качества полупроводникового устройства. На микрошлифе видно прерывание дорожки, что является дефектом. Микроскопы FIB-SEM очень популярны в микроэлектронике в силу малых размеров и сложности изучаемых структур, которые не могут контролироваться применением обычной механической шлифовки/полировки.

На рис.7г показана частица катализатора, сечение которой выполнено FIB-пучком. Здесь демонстрируется то привлекательное свойство FIB-SEM, что после ионного травления не происходит затирания материала образца или материала абразива в поры, как это свойственно

механической полировке, не заманивается пористая структура и не разрушается каркас хрупкого образца.

ПРЕИМУЩЕСТВА И ОГРАНИЧЕНИЯ СОЗДАНИЯ МИКРОШЛИФОВ FIB-ТРАВЛЕНИЕМ

Выше уже упоминался ряд преимуществ ионной полировки пучком FIB, в числе которых сохранность на микрошлифе тонких (толщиной до единиц нанометров) верхних слоев образца и бережное отношение к пустотам внутри него. Рассмотрим другие преимущества.

Результат ионной полировки – это, как правило, очень гладкая поверхность. Сравните качество поверхности после традиционной механической и ионной полировок при изучении одного и того же образца (рис.8). Более

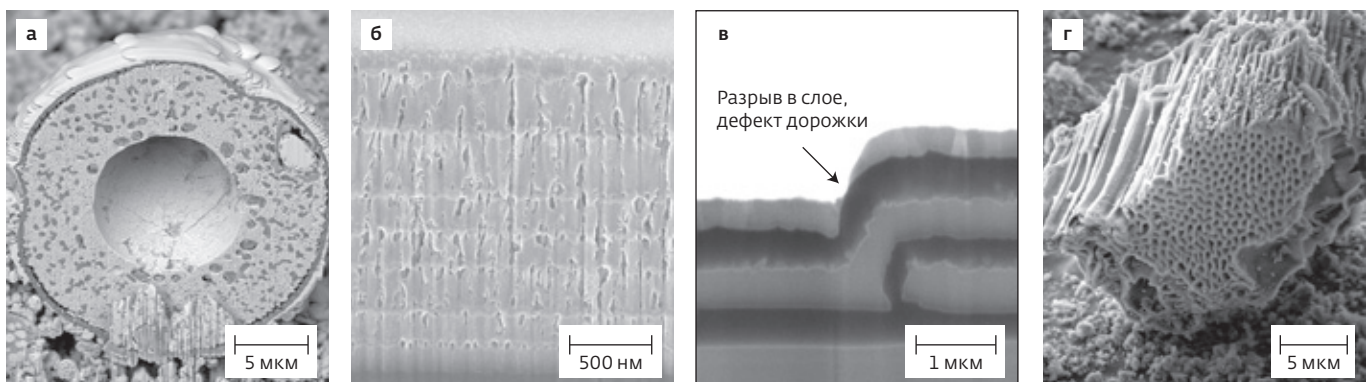


Рис.7. Примеры микрошлифов, полученных травлением ионным пучком: а – микрогранула пыли полиметаллического производства. Между платиновой маской и основой образца видна темная корка, окружающая частицы и препятствующая извлечению из них целых элементов; б – нанесенные на подложку слои оказались негомогенными; в – контроль качества полупроводникового устройства; г – сечение частицы катализатора было выполнено ионным пучком настолько аккуратно, что пористая структура не замылась

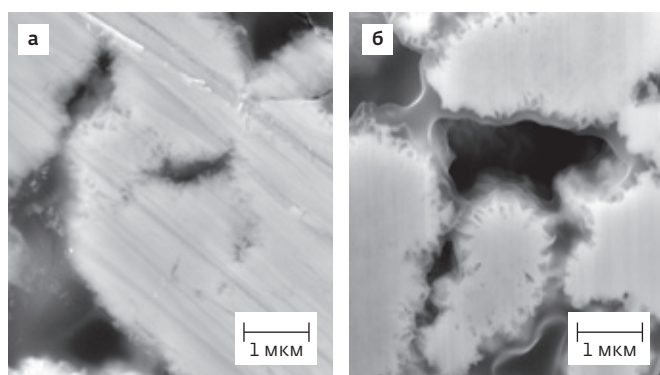


Рис.8. Сравнение гладкости поверхности образца после механической (а) и ионной (б) полировок при одинаковой ширине поля обзора

гладкие поверхности предпочтительны для визуализации тонких структур, поиска включений нанометрового размера или различения компонентов образца, слабо отличающихся друг от друга физико-химическими свойствами. В последнем случае рельеф поверхности скрадывает и так незначительную разницу между оттенками серого на электронных снимках.

Для многих сфер деятельности весьма привлекательной является сохранность образца при использовании FIB-SEM. На рис.9а представлен предмет из коллекции Государственного Эрмитажа [4] – каменная бисерина из позднэнеолитического слоя навеса Мешоко (Майкопский район Республики Адыгея), который датируется второй четвертью 4 тыс. до н.э. На поверхности бисерины наблюдаются слои, возникшие, по-видимому, из-за деградации камня. Для изучения этих слоев с помощью FIB-SEM вытравливался микрошлиф, так как приготовление традиционного шлифа из музейного экспоната запрещено. Микрошлиф на рис.9а имеет размер, равный толщине человеческого волоса, – такое незначительное воздействие на образец можно считать практически неразрушающим.

Важное преимущество травления ионным пучком обозначается в англоязычной литературе термином "site-specific". Суть его состоит в том, что в микроскопе FIB-SEM вы можете прецизионно выбрать участок для создания микрошлифа. Это ценно, когда, например, требуется, чтобы микрошлиф пересекал определенное редкое включение или межфазную границу. При механических сколах и разрезаниях образца гораздо труднее добиться того, чтобы поперечное сечение приходилось на определенные участки, а в большинстве случаев прицельно с микронной точностью просто невозможно. Более того, сохранность образца означает также, что можно сделать несколько микрошлифов (рис.9б), чтобы

проверить разные места, в которых предполагается наличие дефектов.

Недостатком FIB-микрошлифов является прежде всего небольшой размер – недаром в их названии присутствует приставка "микро". Если объект интереса имеет субмикронные размеры, то типичного размера микрошлифа – менее 10 мкм, как правило, оказывается вполне достаточно. Как уже упоминалось выше, современные FIB-SEM с галлиевым ионным пучком за разумное время способны изготовить микрошлиф шириной до 100 мкм. Но иногда и этой ширины недостаточно, если, например, для выявления статистически значимых закономерностей требуется, чтобы поверхность микрошлифа запечатлела много изучаемых частиц. В таком случае можно рассмотреть приобретение более дорогого микроскопа Plasma FIB-SEM с плазменным источником ионов ксенона, который выполняет травление приблизительно в 50 раз быстрее, чем традиционный микроскоп FIB-SEM с жидкометаллическим источником ионов галлия LMIS (Liquid Metal Ion Source). Скорость травления у Plasma FIB-SEM выше отчасти благодаря тому, что ионы ксенона тяжелее ионов галлия и распыляют материал быстрее. Но главная причина более быстрого травления состоит в том, что максимально достижимый ток ионного пучка у Plasma FIB-SEM составляет 2 мкА, а у FIB-SEM с LMIS – 100 нА. Чем выше ток пучка, тем большее количество ионов участвует в травлении и тем выше его скорость. С Plasma FIB-SEM доступно создание микрошлифов шириной до 1 мм.

Еще одним недостатком FIB-SEM с галлиевым ионным пучком является небольшое загрязнение обрабатываемой поверхности галлием, что может изменить физико-механические свойства образца. Если целью

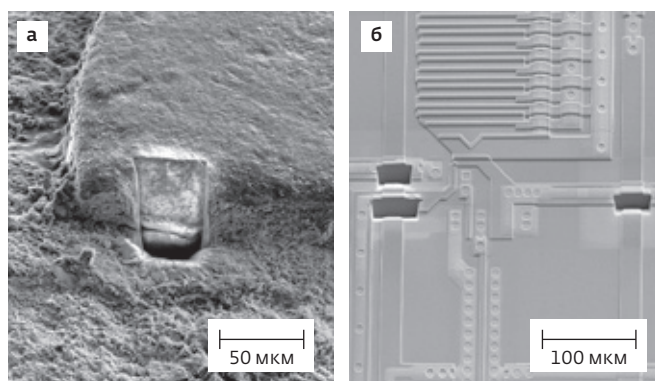


Рис.9. Исследование музейного экспоната – каменной бисерины возрастом 6 тыс. лет (а). Получение шлифа традиционным способом для изучения слоев на поверхности образца означало бы его разрушение. Благодаря технологии FIB микрошлифы можно сделать на нескольких участках (б)

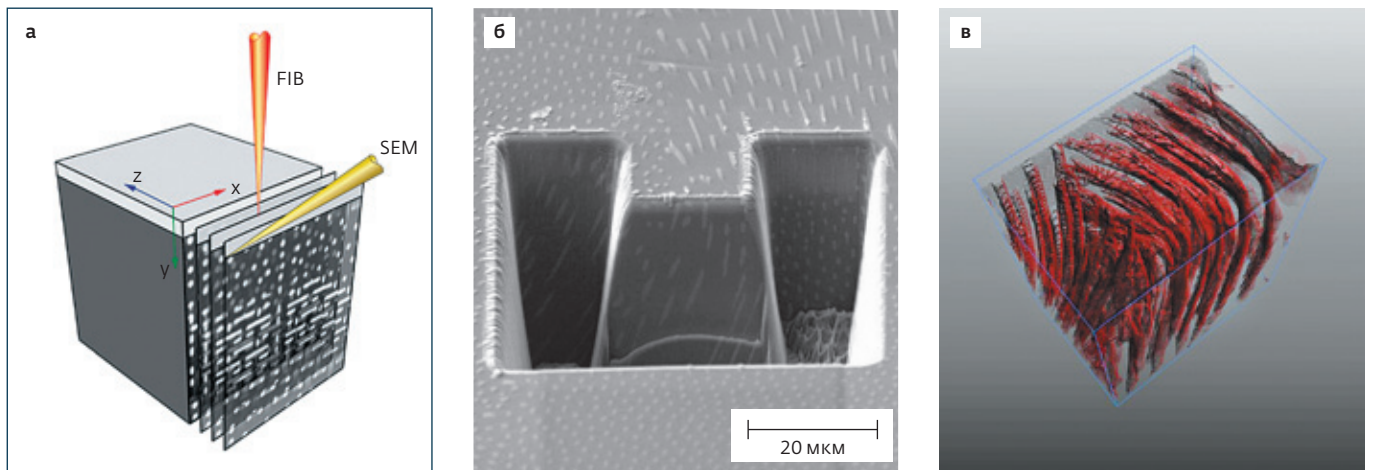


Рис.10. 3D-томография с использованием FIB-SEM: а – схема накопления 3D-данных; б – предварительное вытравливание FIB-пучком широких канавок делает боковую поверхность-микрошлиф доступной для SEM-наблюдений в процессе автоматической 3D-томографии; в – результат 3D-реконструкции эвтектического сплава, представленного на рис.2в. Красный цвет выбран для изоповерхностей, соответствующих светлым участкам на электронных снимках (изображение предоставлено Институтом физики материалов Академии наук Чешской Республики)

являются электронные фотографии, EDS- либо EBSD-исследования поверхности микрошлифа, то, как показывает практика, внедрение галлия не мешает исследованиям. Но в более специфических задачах имплантация Ga в образец может стать препятствием. Например, галлий, будучи металлом, может превратить непроводящие компоненты образца в частично проводящие, что помешает последующему снятию вольтамперных характеристик с помощью нанозондов (nanoprobng). Либо устройство типа плазменной антенны, созданное ионной литографией пучком Ga⁺, из-за изменения свойств проводимости не будет работать так, как задумывалось. Ксеноновый ионный пучок микроскопа Plasma FIB-SEM с этой точки зрения более привлекателен, потому что ксенон – инертный газ, который даже при внедрении в материал образца практически не взаимодействует с его материалом и не меняет его физико-механических свойств.

3D-ТОМОГРАФИЯ

Метод 3D-томографии с использованием FIB-SEM – следующий логический шаг после вытравливания микрошлифов. Там, где сделан один микрошлиф, можно сделать и тысячу, причем эти микрошлифы могут отстоять друг от друга на одинаковый небольшой заранее заданный шаг. На рис.10а представлена схема эксперимента по накоплению 3D-данных, когда выполняются периодические FIB-травления и SEM-сканирования. Ионный пучок каждый раз снимает тонкий пласт материала заданной толщины (в большинстве случаев выбира-

ется в диапазоне 20–100 нм). Как правило, каждый современный FIB-SEM имеет опциональное программное решение для автоматизации сбора 3D-данных, при этом автоматизированы как послойные FIB-травления и SEM-фотографирования, так и этапы, предворяющие процесс накопления 3D-данных: осаждение защитной платиновой маски, вытравливание широких боковых канавок (рис.10б), создание реперного маркера. В зависимости от того, какие SEM-детекторы используются при сканировании каждой вновь открывшейся поверхности, различают следующие виды 3D-томографии:

- 3D SE – с детектором вторичных электронов (Secondary Electrons, SE). SE-сигнал чувствителен к рельефу поверхности образца;
- 3D BSE – с детектором обратно рассеянных или отраженных электронов (Back Scattered Electrons, BSE). BSE-сигнал чувствителен к композиционному и ориентационному контрасту;
- 3D EDS – с энергодисперсионным спектрометром для определения элементного состава микровключений и микрочастиц;
- 3D EBSD – с детектором анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (Electron Backscatter Diffraction, EBSD) для получения локальных кристаллографических данных об образце.

С накопленным трехмерным массивом данных с помощью специальных программных средств выполняется различная постобработка, например, выделение изоповерхностей близкой яркости, построение виртуальных сечений в любом направлении, вычисление объемов вну-

тренних деталей образца, оценка пористости и связности пор. Последнее важно, например, при моделировании того, как жидкости (вода, нефть, технологический раствор) проходят через поры в породе.

3D-томография эвтектического сплава, представленного на рис.2в, показала, что вторая фаза, которая на поверхности обычного шлифа выглядела светлыми точками либо иглочками, имеет форму загибающихся пластин (рис.10в). Получение трехмерных массивов данных – это шаг вперед в понимании структуры материала по сравнению с привычными двумерными SEM-изображениями.

КОРОТКО О СПЕЦИАЛЬНЫХ ПРИЛОЖЕНИЯХ FIB-SEM

Настоящая статья задумана как описание лишь базовых приемов использования ионной колонны FIB. Для многофункциональной нанолaborатории, каковой является микроскоп FIB-SEM, на сегодняшний день разработано множество специальных приложений, которые невозможно охватить в одной статье. Например, FIB-SEM используется как устройство пробоподготовки для просвечивающего электронного микроскопа (Transmission Electron Microscope, TEM): ионным пучком из образца вырезаются ламели, причем, в отличие от других методов, можно очень точно выбрать участок образца. Это исключительно важно для задач, в которых на ламели должны располагаться объекты, представленные в образце в небольшом числе. Схожим образом FIB-пучок используется для подготовки образцов-иглолок для трехмерной атомно-зондовой томографии (Atom Probe Tomography, APT). Также ионным пучком вырезают столбики микронного размера (так называемые pillars) для микротестов на сжатие, которые выполняют с помощью другой SEM-приставки – наноиндентора.

В описанных выше приложениях материал, распыляемый с поверхности образца ионным пучком, откачивается вакуумной системой микроскопа. Но можно проводить регистрацию вторичных ионов, содержащихся в распыляемом веществе, с помощью времяпролетного вторично-ионного масс-спектрометра TOF SIMS. Карти-

рование поверхности образца и профилирование в его глубину с помощью TOF SIMS имеет гораздо большую пространственную точность, чем при использовании EDS: в латеральном направлении – около 50 нм против примерно 3 мкм, а разрешение в глубину у метода TOF SIMS составляет 3 нм. Кроме того, TOF SIMS регистрирует литий, недоступный для EDS.

FIB-SEM позволяет реализовывать на микроуровне методы измерения остаточных напряжений в материале, которые требуют сверления отверстий и обычно выполняются только в макромасштабе. Микроотверстия создаются пучком ионов и контролируются с помощью пучка электронов в процессе их формирования [5]. Благодаря этому FIB-SEM позволяет определять остаточные напряжения в тонких пленках и строить карту остаточных напряжений в микромасштабе.

Таким образом, дулучевой сканирующий электронно-ионный микроскоп FIB-SEM – это многофункциональное устройство, которое можно назвать полноценной нанолaborаторией за возможности как наблюдать образец на наноуровне, фиксируя различные свойства (структуру, состав, кристаллографическую информацию), так и прецизионно модифицировать его с помощью пучка ионов. Чаще всего FIB-SEM используется для создания микрошлифов, что позволяет увидеть внутренние детали образца без необходимости разламывать его и готовить из фрагментов классический шлиф. Также комбинация ионной и электронной колонн на одной вакуумной камере позволяет сделать качественный скачок от двумерных изображений к трехмерным массивам данных. Иногда микроскопы FIB-SEM применяются как устройства пробоподготовки для TEM и APT, также интересна приставка TOF SIMS, позволяющая строить карты распределений не только основных элементов, но и микропримесей с высоким пространственным разрешением.

Дополнительные примеры использования FIB-SEM можно найти в русскоязычной группе ВКонтакте (<https://vk.com/tescanru>) и на сайте компании TESCAN (www.tescan.ru).

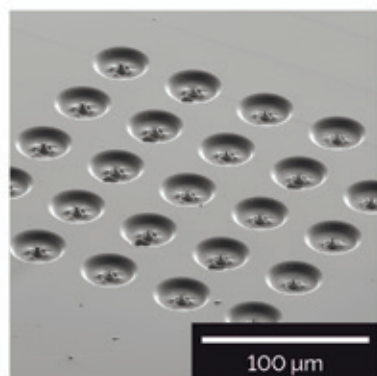
ЛИТЕРАТУРА

1. **Гоулдстейн Дж.** и др. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ, в 2-х книгах. М.: Мир, 1984.
2. **Giannuzzi L.A., Stevie F.A.**, editors. Introduction to focused ion beams: instrumentation, theory, techniques and practice. Springer, 2005. 357 p.
3. **Азекенов Т.А.** и др. Сульфатизирующий обжиг свинцовой пыли. Сборник докладов XI международного конгресса "Цветные металлы и минералы". 2019. С. 815–819.
4. **Чугунова К.С., Григорьева И.А., Лукашова М.В.** Исследование материала бисера из раскопок навеса Мешоко. Предварительные результаты // Археологический сборник. Вып. 42: материалы и исследования по археологии Евразии. 2019. С. 67–72.
5. **Lord J., Ratzke A., Sebastiani M.**, et al. A good practice guide for measuring residual stresses using FIB-DIC. Good practice guide, no. 143. National physical laboratory, 2018.

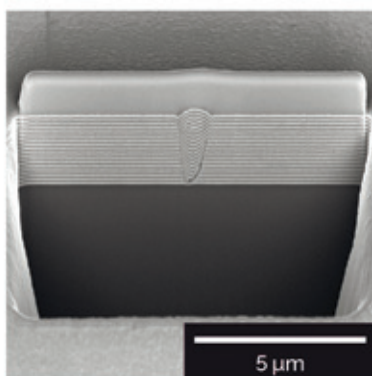


TESCAN AMBER

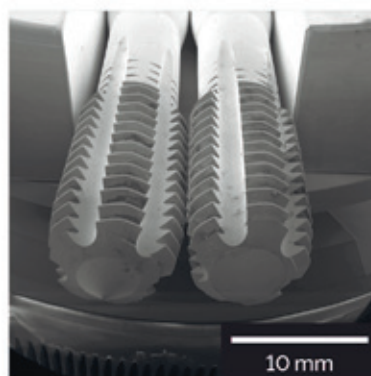
FIB-SEM для материаловедения



▲ Массив элементов для анализа микромеханических свойств



▲ Микрошлиф дефекта в многослойном покрытии



▲ Широкое поле обзора для удобной навигации по образцу

