

TEM样品制备技术

中国科学院物理研究所 王凤莲

2004.9.20

TEM样品制备技术

TEM样品制备在电子显微学研究工作中，起着至关重要的作用，是非常精细的技术工作。

透射电子显微镜样品制备

前言

一 平面样品制备

1. 切割
2. 平面磨
3. 钉薄

二 截面样品制备

三 粉末样品制备

四 离子减薄样品

前言

要想得到好的TEM结果，首先要制备出好的薄膜样品，TEM样品制备在电子显微学研究中起着非常重要的作用。

传统的常规制备方法很多，例如：化学减薄、电解双喷、解理、超薄切片、粉碎研磨、聚焦离子束、机械减薄、离子减薄，这些方法都能制备出较好的薄膜样品。

目前新材料的发展日新月异，给样品制备提出了更高的要求。样品制备的发展方向应该是制备时间更短，电子穿透面积更大，薄区的厚度更薄，高度局域减薄。

TEM样品类型

块状：用于普通微结构研究

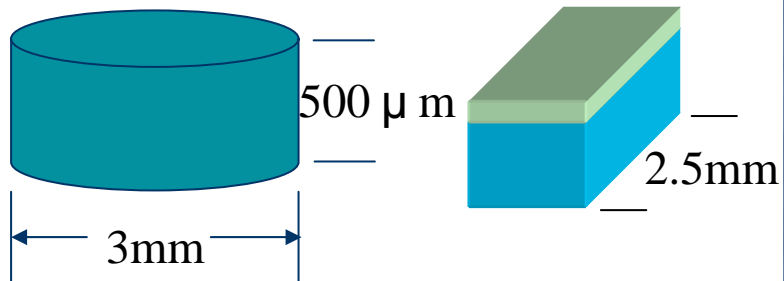
平面：用于薄膜和表面附近微结构研究

横截面样品：均匀薄膜和界面的微结构研究

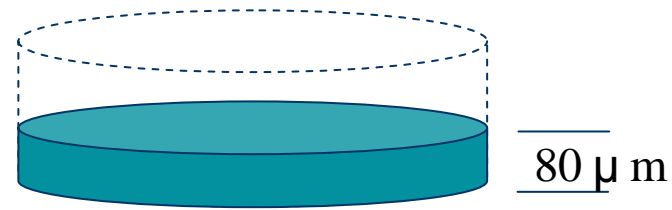
小块物体：粉末，纤维，纳米量级的材料

透射样品制备工艺图

1. 切割



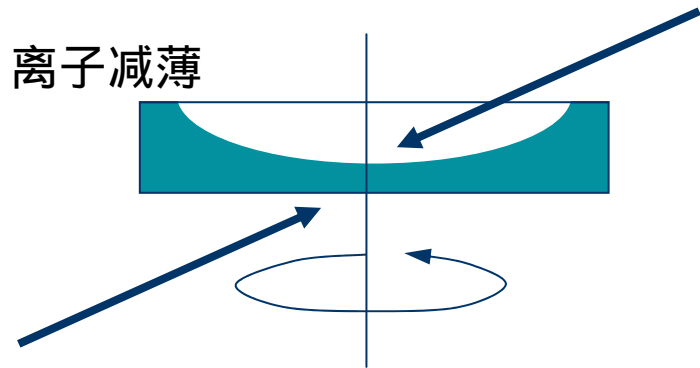
2. 平面磨



3. 钉薄



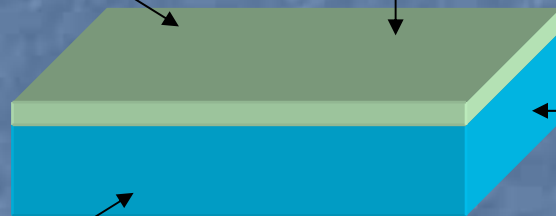
4. 离子减薄



一 平面样品制备

平面：表面观察，表面的均匀度，缺陷，相分凝等。

生长面



衬底

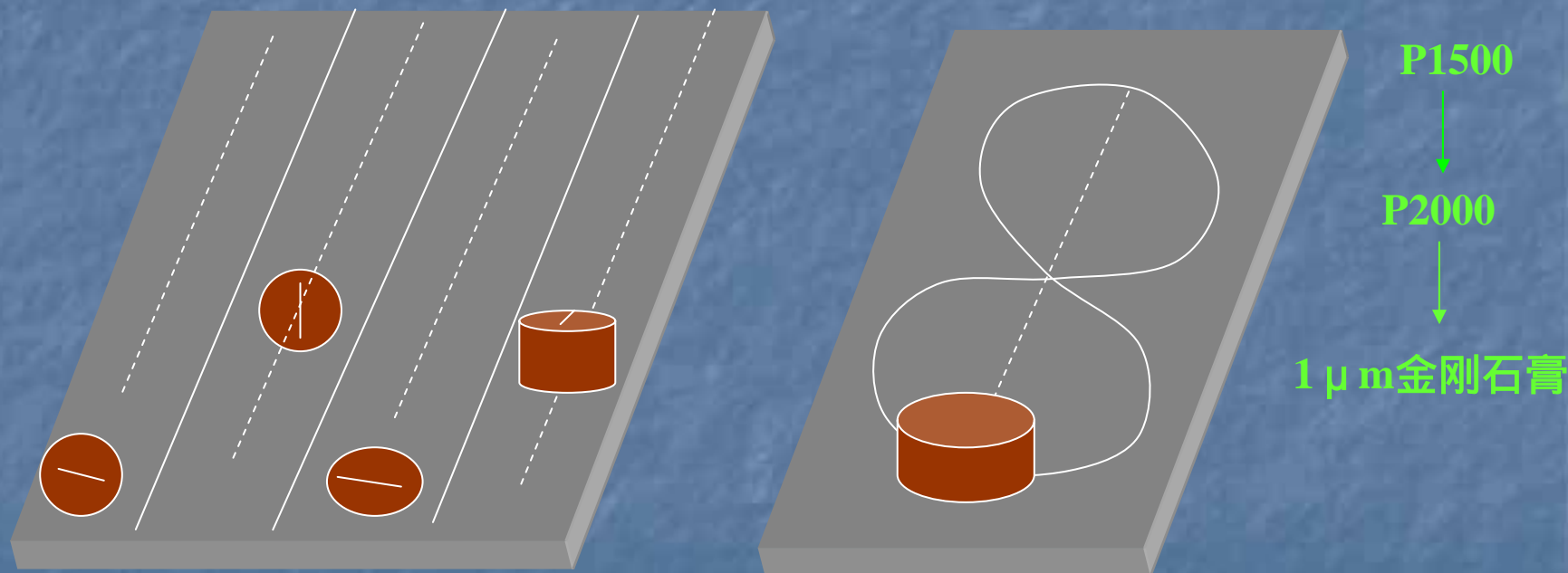
截面：生长形态信息，各层的原子结构，界面结构，缺陷等。

1. 切割样品

方法很多，可以用超声切割，冲压器冲获得 3mm圆片，如果你没有上面这两种工具，可以用其他任何方法，把样品切成小块，无论是长方形还是方形，只要对角线不超过 3mm，长边2.5mm即可。把切好的样品在加热炉上粘到磨具上，自然冷却后就可以平磨了。

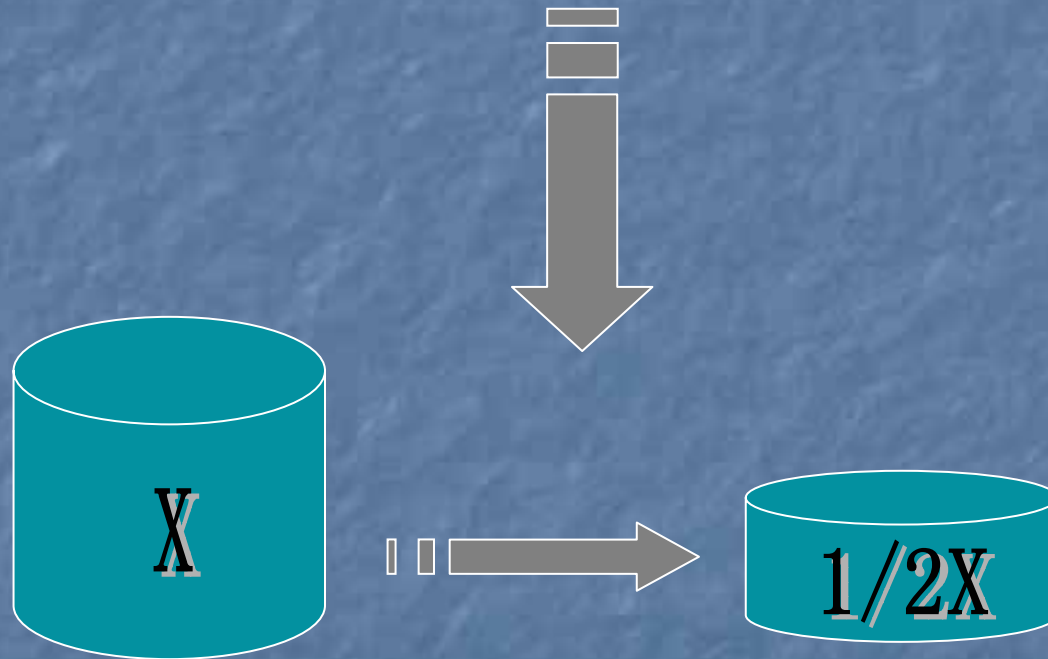
2. 平面磨

- 简单的平面磨可以产生大面积的薄区，但却使样品过于脆弱，很容易损坏，以我们的经验，一般Si材料可以平磨到 $50\ \mu\text{m}$ 左右，对于脆性材料可适当增加厚度。
- 手工平磨时，应采用不断变换样品角度，或者沿“8”字轨迹的手法。如图示：

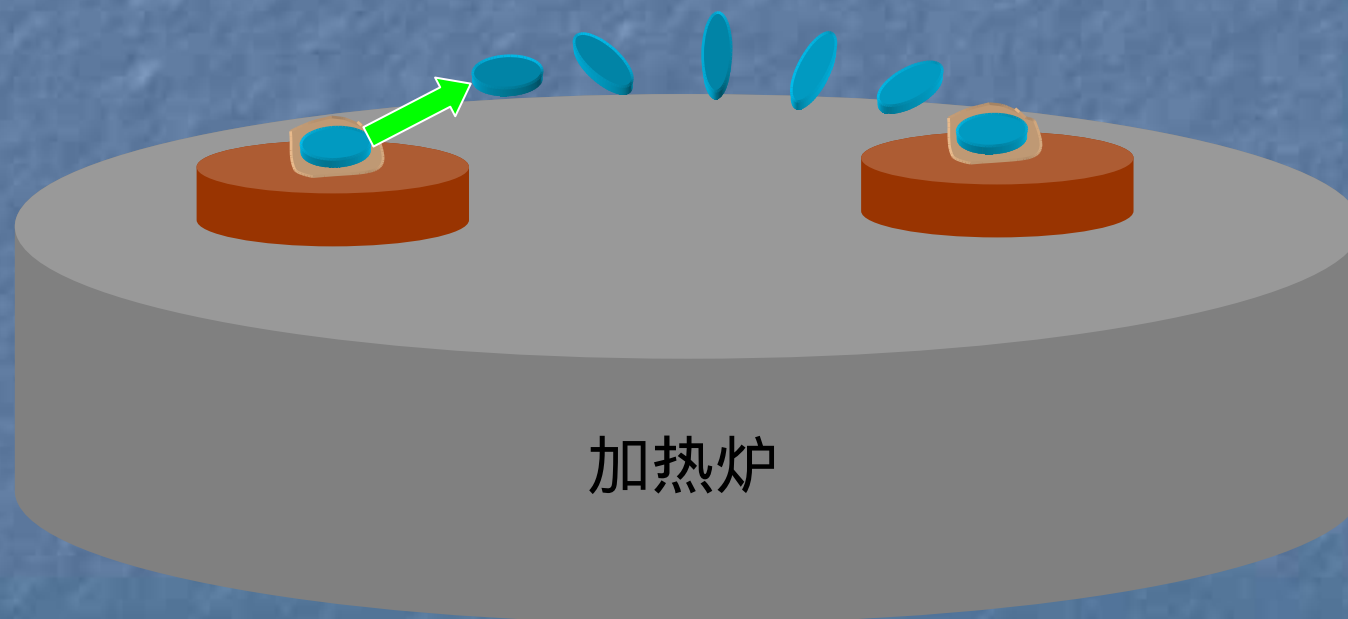


可以避免过早出现样品边缘倾角，用粒度p1500 P2000 $1\ \mu\text{m}$ 金刚石抛光膏抛光，每更换一次砂纸用水彻底清洗样品。

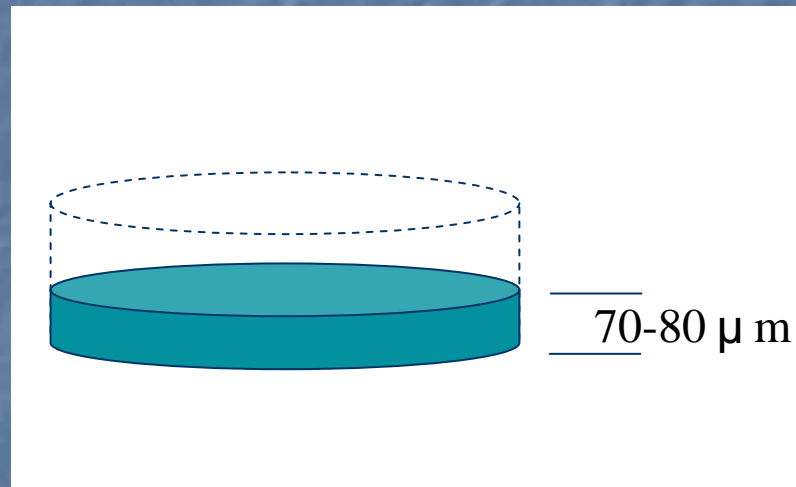
磨下去原始厚度的一半时抛光，抛光后用水清洗干净，再用无水乙醇棉球擦干，就可以翻面磨另一面。



在加热炉上把样品翻面粘在磨具上，重复同样的工艺。



最终厚度控制在 $80\ \mu\text{m}$ 以内



3. 钉薄

- 钉薄轮的选择
- 磨料的选择
- 磨轮的载荷
- 磨轮直径和钉薄深度的关系
- 不同的钉轮直径可获得的钉薄深度
- 钉薄前样品的最佳厚度

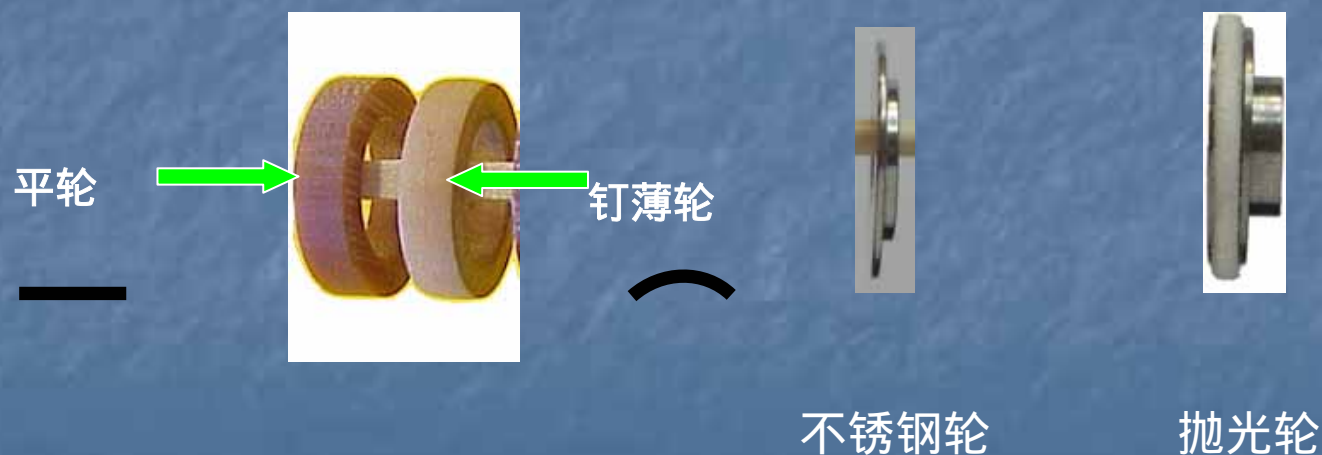
• 钉薄轮的选择

钉薄仪所配的轮子有不锈钢轮；磷铜轮；毛毡轮等，根据材料的不同选择不同材质、不同直径的钉薄轮。

平轮：用于大块减薄

钉薄轮：用于钉薄

毛毡轮：用于抛光



- 磨料的选择

应用较广泛的是金刚石膏，但对于金属材料不适用，金属材料用立方氮化硼（CBN），两者混合起来用于复合材料，较软的金属合金也适用。

- 磨轮的载荷

根据材料的性质、厚度、磨料的颗粒大小来选择

钉轮的载荷，一般在20g-40g。

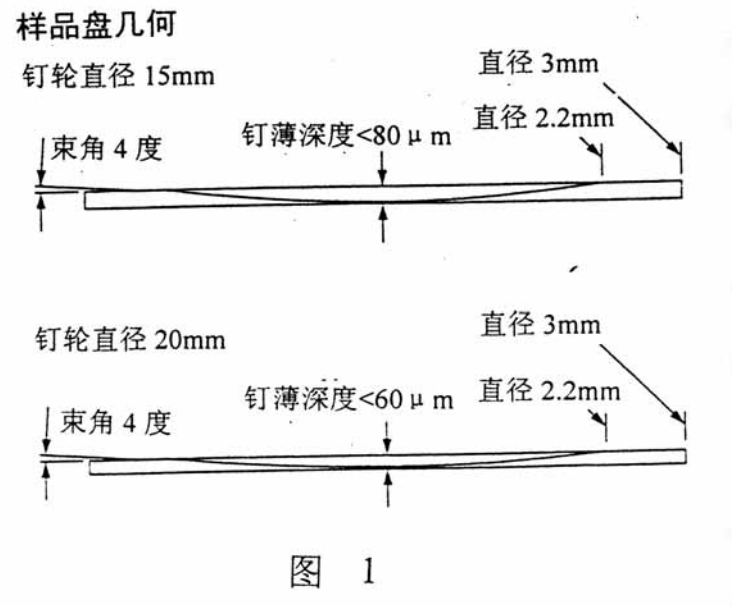
• 钉轮直径和钉薄深度的关系

在离子减薄中,因为离子束的入射角都很小,所以要注意钉薄后样品的边缘可能会挡住样品的中心部分,钉轮直径(D),钉薄区域($2r$)和钉薄深度(d)的关系近似为: $d=r^2/D$

典型的一个3mm直径样品,抛光后的边缘保留宽0.4mm,这样保证样品有足够的机械强度。所以钉薄区域的直径限制在2.2mm。

如用 4° 离子入射角,在边缘不挡住中心部分的条件下,可得到的最大钉薄深度为:
 $1.1\text{mm} \times \tan 4^\circ = 77 (\mu\text{m})$ 。

样品盘几何



- 不同的钉轮直径可获得的钉薄深度

钉轮直径 (mm)	钉薄深度 (μ m)
10	121
15	80
20	60
25	48

左表说明10mm直径的钉轮不适合于样品的制备，因为钉薄的深度77 μ m，边会挡住中心部分，15mm的直径似呼超过了极限，但在实践中的效果还是很好的，因为边缘部分在开始的减薄很快地被打掉。

- 钉薄前样品的最佳厚度

用上面的数据估计单面钉薄样品的最佳起始厚度，钉薄区域的直径为2.2mm，起始样品厚度应是钉薄深度加上4倍的损伤层厚度。

最佳起始样品盘厚度

钉轮直径 (mm)	损伤层厚度 (μm)	凹坑底部厚度 (μm)	最佳起始盘厚度 (μm)
15	1	4	84
15	2	8	88
15	3	12	92
20	1	4	64
20	2	8	68
20	3	12	72
25	1	4	52
25	2	8	56
25	3	12	60

很明显，随着钉轮直径的增加，起始样品的厚度应逐渐减小，钉薄深度不能大于 $77\ \mu\text{m}$ ，否则会在以后的离子减薄中发生阻挡效应。这是初学者必须知道的。

二 截面样品制备

1. 选样品
2. 样品的清洗处理
3. 对粘样品

1. 选样品

低倍立体显微镜下选样品，表面平坦，没有损伤，不选样品的边缘。用线锯或解理刀把样品切成小块，样品的对角线不超过3mm即可。

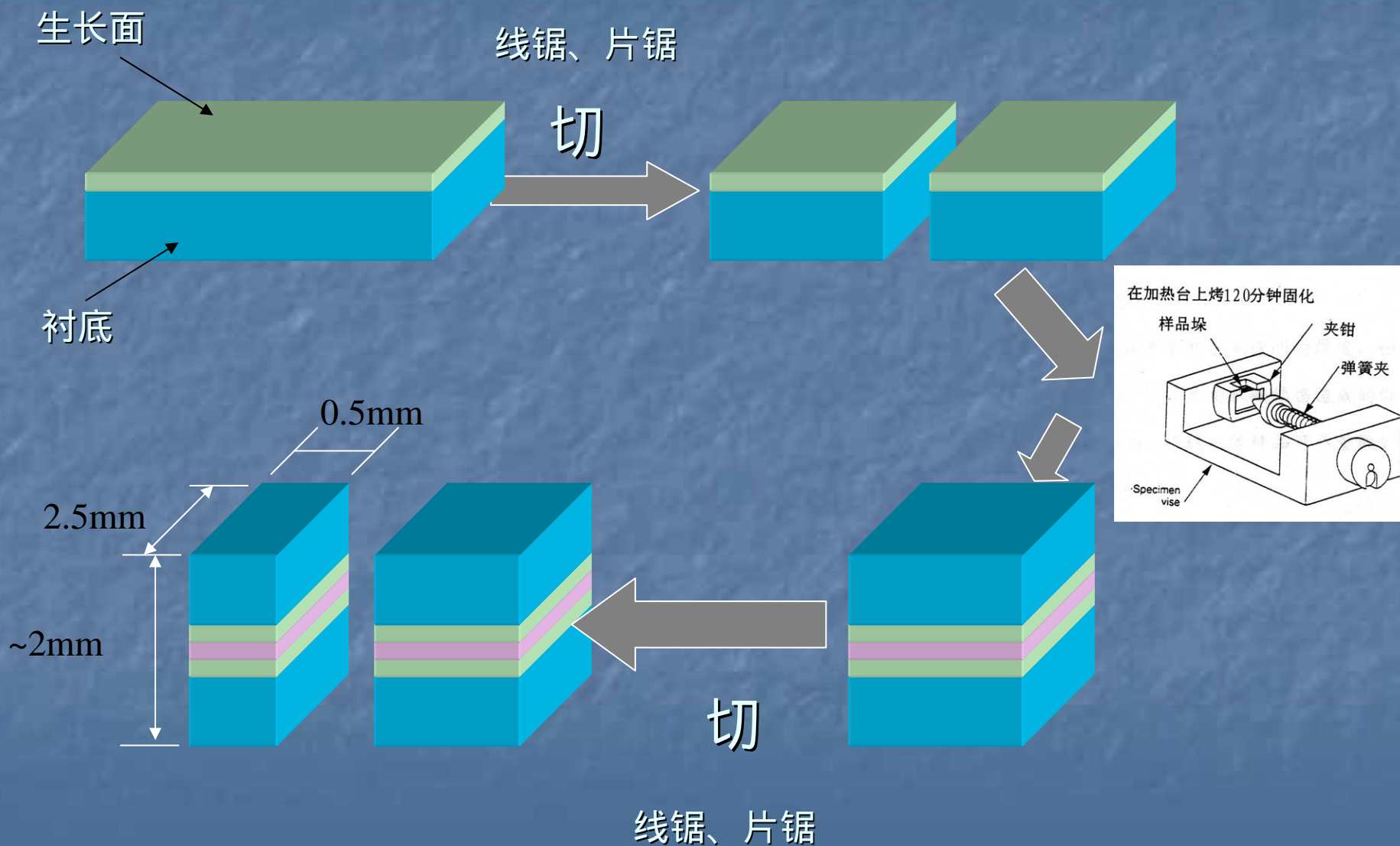
2. 清洁处理

无水乙醇-----丙酮-----两次超声清洗，每次2至3分钟。

3. 对粘样品

清洗后的样品从丙酮里捞出来，自然干燥后，在样品的生长表面里涂上少量胶（M-Bond610），将两块样品的生长面，面对面粘在一起，快速放入夹具中加压，固定，在130 左右的加热炉上固化两小时以上，冷却后取出，用线切割机切成薄片，进一步机械减薄。（按平面样品制备方法）

截面样品制备工艺图



三 粉末样品制备

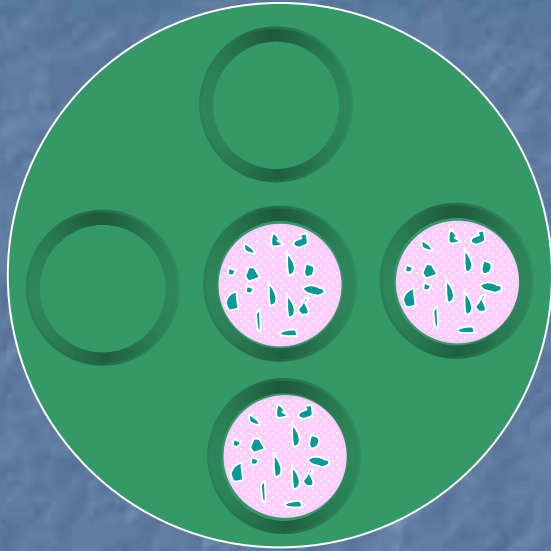
1. 粉碎研磨

研磨后的粉末放在无水乙醇溶液里，用超声波震荡均匀后滴在微栅上，干燥后进行透射电镜观察。

2. 树脂包埋

理想的包埋剂应具有：高强度，高温稳定性，与多种溶剂和化学药品不起反应，如丙酮等，常用的几种包埋剂：G-1，G-2，610，812E

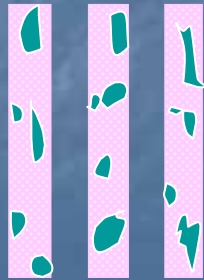
粉末样品制备工艺图



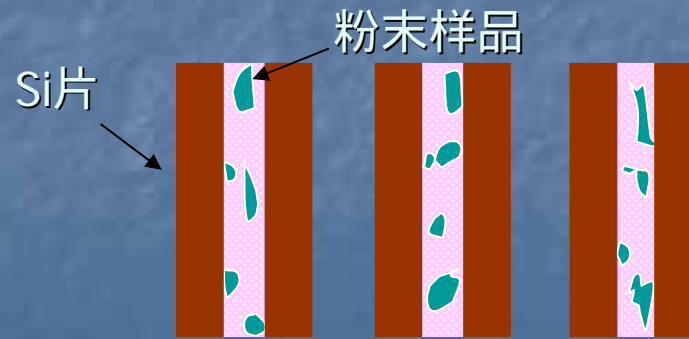
聚四氟乙烯包埋槽



从包埋槽中取出的粉末样品



包埋后切成条



样品用Si片夹紧

四 氦离子减薄

1. 离子减薄原理
2. 影响样品制备的几个因素
3. 离子减薄仪器

1. 离子减薄原理

在电场作用下氩气被电离成带 Ar^+ 的氩离子，带着一定能量的氩离子从阳极飞向阴极，通过阴极孔，打在接地的样品表面，使样品表面溅射，这就是氩离子轰击的基本原理。

2. 影响样品制备的几个因素

与仪器有关的

- A、离子束电压
- B、离子束电流（氦气的流量）
- C、离子束的入射角
- D、真空度

与样品有关的

- A、样品的种类（性质）
- B、样品的微结构特点
- C、样品的初始表面条件
- D、样品的初始厚度
- E、样品的安装

3. 离子减薄仪器

宽束离子减薄仪

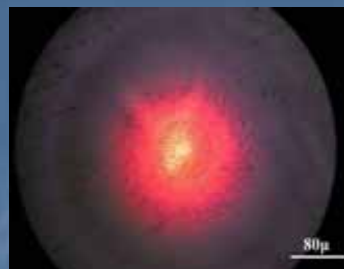
低角度离子减薄仪

聚焦离子束减薄仪

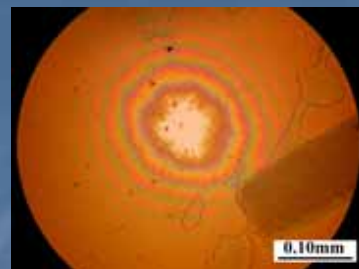
低能离子减薄仪500V—2.5kV



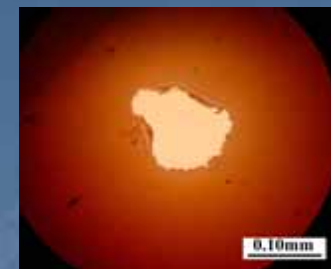
材料中心部分厚度1
微米左右



样品表面明显损伤



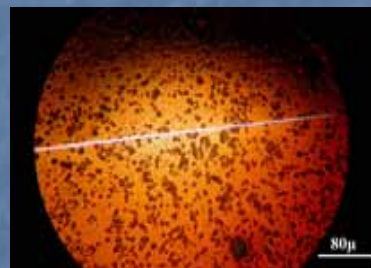
氦离子减薄后的Si材
料薄膜样品



对粘样品窄窄的缝
宽度三十纳米



减薄后样品缝裂开



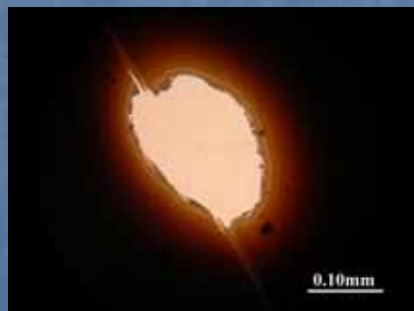
加速电压过高造成
的损伤



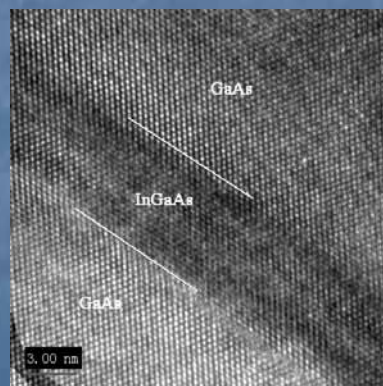
加速电压过高造成
的损伤



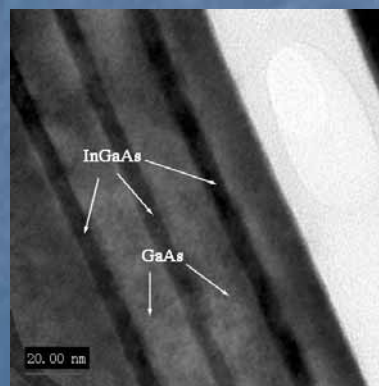
减薄前表面状态不
好，造成的损伤



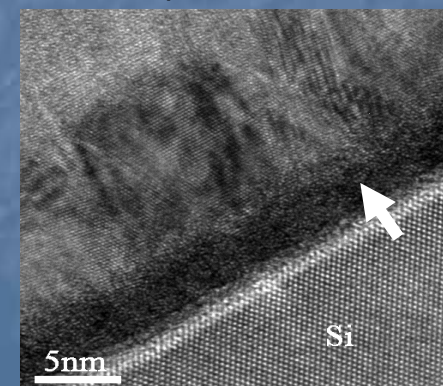
GaAs/InGaAs量子点



GaAs/InGaAs量子
点高分辨



GaAs/InGaAs量
子点形貌像



Si衬底上多层膜截面样
品的高分辨像