

A stylized, light-colored illustration of a plant with several leaves and a cluster of small, round buds or flowers, positioned on the left side of the slide against a dark brown background.

SEM样品前处理

备注：资料中的图片是在网络课堂讲解中截屏出来的，图片中的红点是截屏时激光笔留下的痕迹

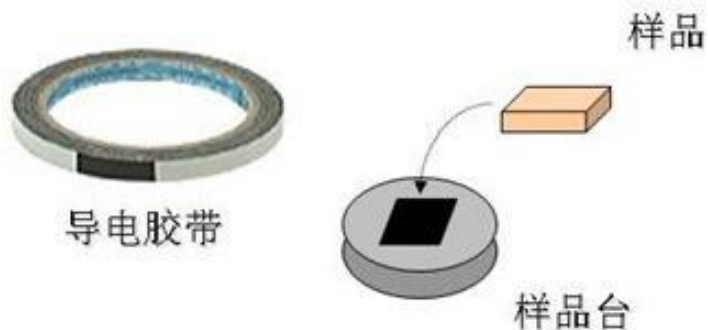
固体样品

- 固定用的导电介质大概分为：导电胶带（低倍观察 $<50k\times$ ）和液体导电胶（高倍观察 $>50k\times$ ）

● 直接固定在样品台上

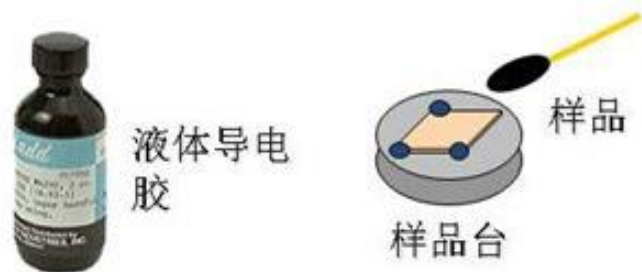
块状样品的固定

①低倍率



样品台上贴好导电胶带，再把样品粘在胶带上。

②高倍率



样品放在样品台上，四角用液体导电胶固定。

粉末样品

- 抖落法：可以将粉末直接固定在导电胶带或液体导电胶上



注意：如果是导电胶带，揭下来的剥离纸一定要倒着放，撒完样品后再用剥离纸干净的面压一下，固定的才会牢；

如果是液体导电胶，最好是水溶性的，不容易与样品发生反应，撒样品的时间点控制在导电胶快干的时候，才能使样品达到半浸没状态。

粉末样品

• 分散法

● 直接固定在样品台上

粉末样品的固定

②分散法

将粉末溶解在与其不发生反应的溶剂中，利用超声波分散



用一次性吸管滴在铝箔的背面（毛面）



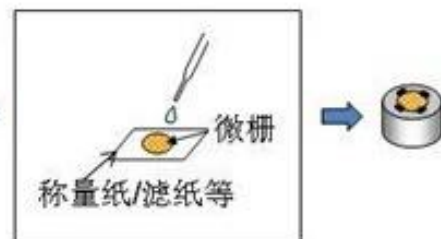
用洗耳球吹散液体，用记号笔圈出液滴所在



待液滴干透后，剪下合适的大小，粘在样品台上



如果颗粒的大小过小（ $< \mu\text{m}$ ），请使用带有支持膜的微栅或者干净的硅片

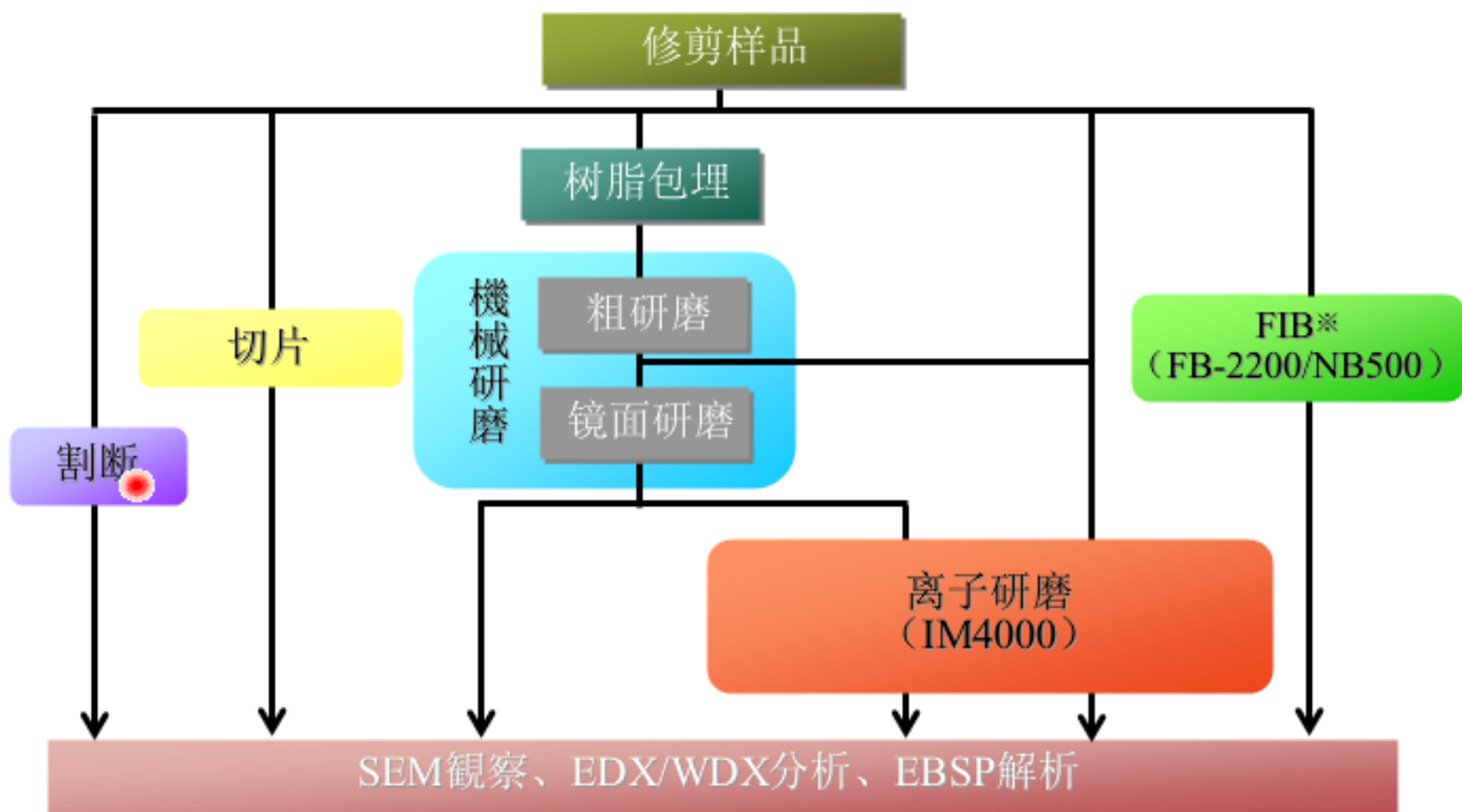


将分散液滴到微栅/硅片上，下面用称量纸等吸去多余的液体，等干透后，固定到样品台上

注意点：分散后的样品一定要干透的才能观察，不然溶液挥发，容易对样品仓造成污染，同时观察时也图像也不清楚

截面样品制作

● 剖出样品的构造（制作截面等）



※ Focused Ion Beam

截面样品制作

- 割断：简单，在低温下也可以割断，但是对样品损伤大，指定位置的割断有困难，适合于半导体器件、高分子等；
- 切片：加工截面为2-3mm宽，但由于盈利会发生剥离，不太适用于硬材质样品，需要一定的经验技巧；
- FIB：快速，加工位置精度可以达到几个nm，但是加工范围较小（宽、深）；
- 机械研磨：可以做大范围的加工，但由于材料硬度不同会产生台阶，由于应力会产生剥离，会留有研磨划痕或样品扭曲，残留研磨颗粒，需要一定的经验和技巧。

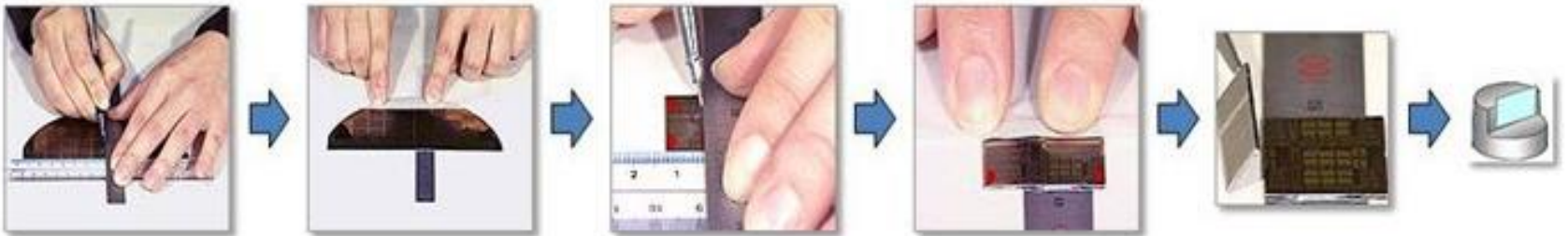
截面样品制作

- 如果是硅片或玻璃，需要用玻璃刀

● 剖出样品的构造（制作截面等）

割断

硅片



注意点：需要观察的截面上一定不能用玻璃刀划过，否则会损伤样品细节
同时在使用镊子夹时也要小心不要碰到观察面

注意：用玻璃刀划的时候要让开要观察的面，也就是说可以上面和下面各划一下，然后再掰开；根据不同材质的样品，有的时候从正面掰好，有的时候从背面掰好。

截面样品制作

- 对于薄膜类的样品，可以用液氮淬断

● 剖出样品的构造（制作截面等）

割断

薄膜



截面样品制作

● 剖出样品的构造（制作截面等）

切片



机械研磨



离子研磨



FIB



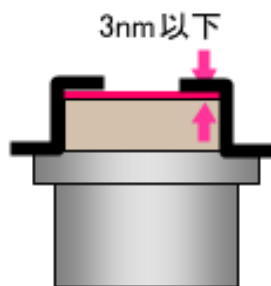
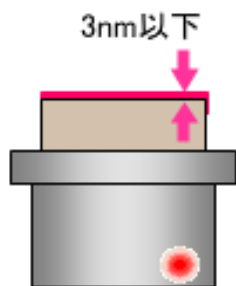
金属喷涂-导电处理

- 目的：
 - (1) 增加样品表面的导电性，减轻样品荷电；
 - (2) 提高二次电子的激发率，改善图形的信噪比 (S/N) ；
- 厚度：
 - (1) 金属厚度一般以数纳米为最佳，具体和观察的倍率相关；
 - (2) FE-SEM观察的倍率高，一般厚度为2-3nm为佳；W-SEM观察倍率略低，厚度可达10nm；
- 金属喷涂常用的材料：

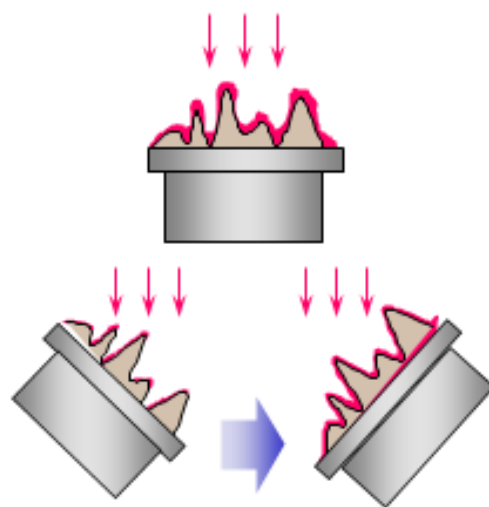
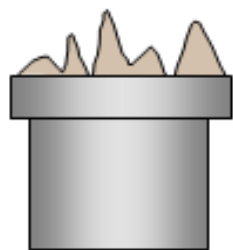
常用材料	使用的电镜	要求	适合电镜观察
Au	W-SEM	喷涂颗粒 ↓ 细密	<ul style="list-style-type: none">• 金属喷涂膜均匀切颗粒细密• 采用二次电子激发率高的材料• 不容易被氧化
Au-Pd	倍率<100kx		
Pt	FE-SEM		
Pt-Pd	倍率>100kx		

金属喷涂-导电处理

● 金属喷涂—导电处理



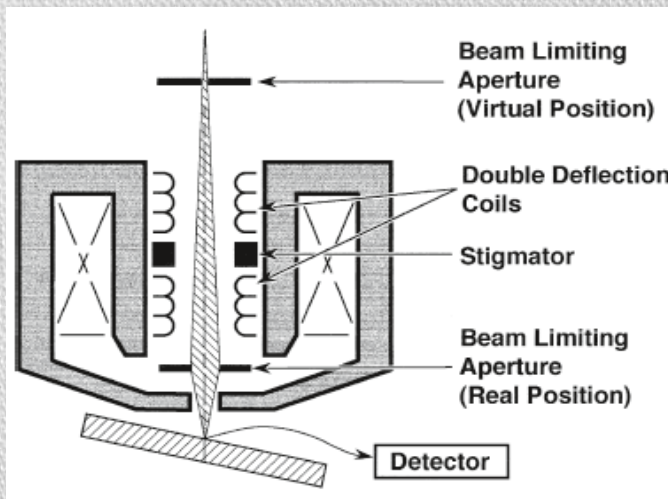
当样品过厚时，喷涂无法将样品侧面完全喷上，可以用导电胶带将表面的层连接到样品台上



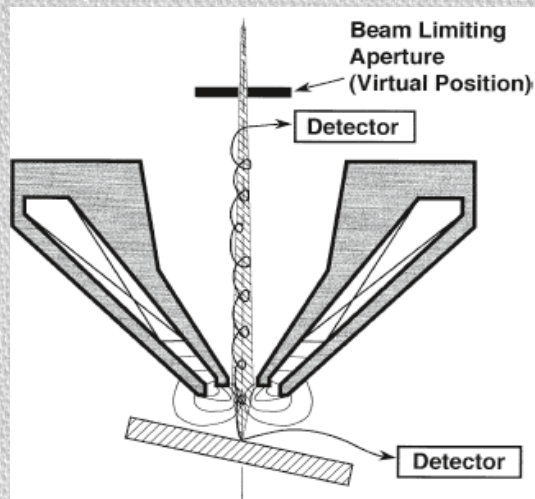
样品的形状凹凸比较大时，可以分多个角度喷涂，使喷涂层均匀

磁性样品

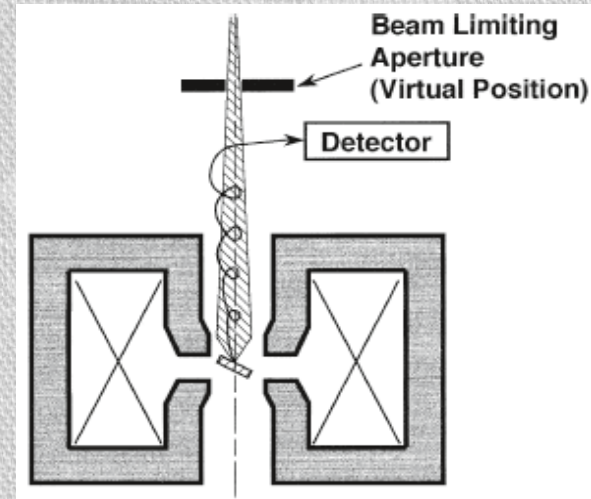
• 扫描电镜物镜的分类



锥形物镜



半浸没式物镜



浸没式物镜

对于锥形物镜，样品室内没有磁场，测试磁性样品没有影响；对于半浸没式物镜，可以观察磁性样品，但是要非常小心，样品要固定牢，工作距离不能太近；对于浸没式物镜，由于样品需要置于物镜的磁场中，因此无法观察磁性样品。我司的VEGA和MIRA属于锥形物镜，可以观察磁性样品，而MAIA属于半浸没式物镜，观察磁性样品时要特别小心。

磁性样品

注意点

① 固定牢固



对电镜没有影响

● 块状磁性样品类

固定：用瞬间粘结剂粘，或者用专用的可以夹住样品的样品台

● 粉末磁性样品类

固定：用液体导电胶，抖落法制样，抖落的样品尽量少等胶完全干透后，需要用高压气枪吹，将上面没有粘牢的粉末吹掉



磁性样品

注意点

② 观察时注意象散的程度



拍到好的图片

推荐观察条件

- I. 工作距离适当拉长
- II. 加速电压越高，物镜磁场越强，样品磁场对图像的影响越弱
- III. 相反，加速电压越高，物镜磁场越强，对样品的吸力就越大

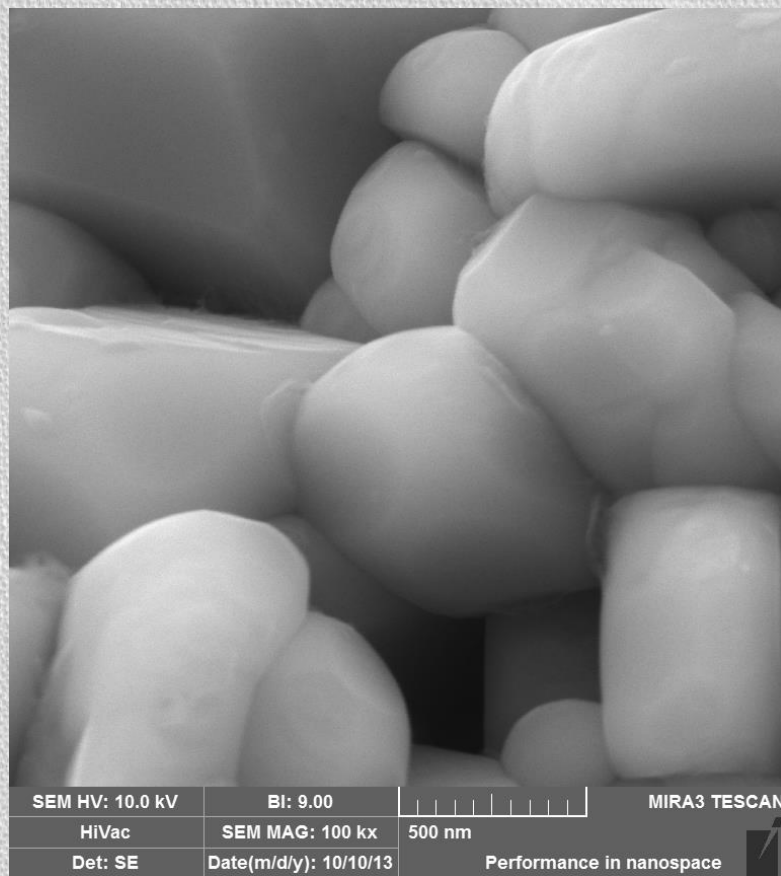
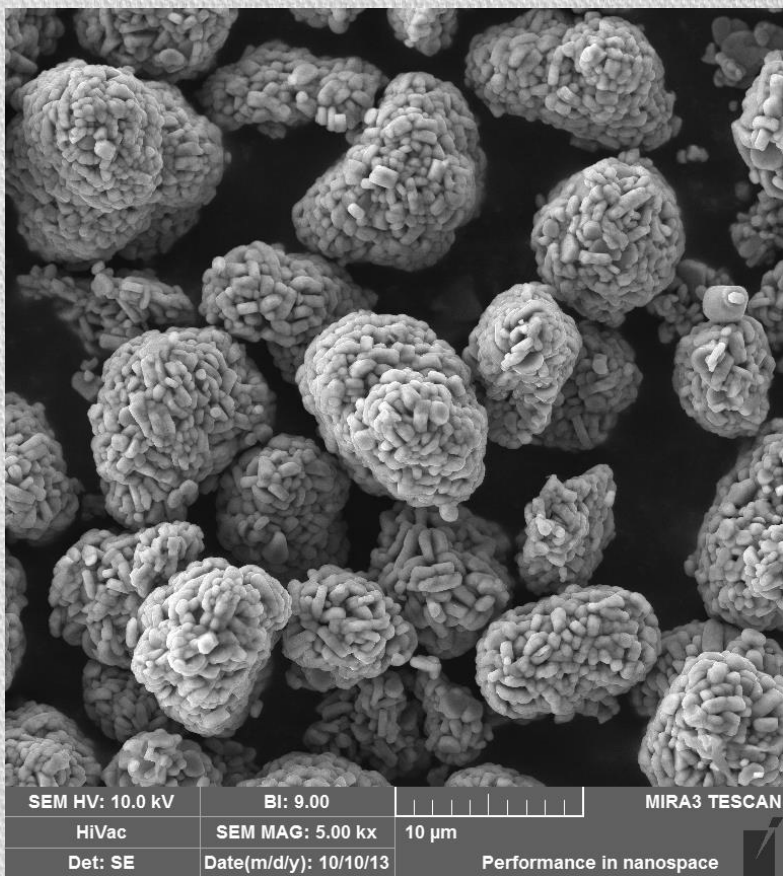
没有消不掉得象散



找到合适的观察条件

磁性样品

磁性铁氧体



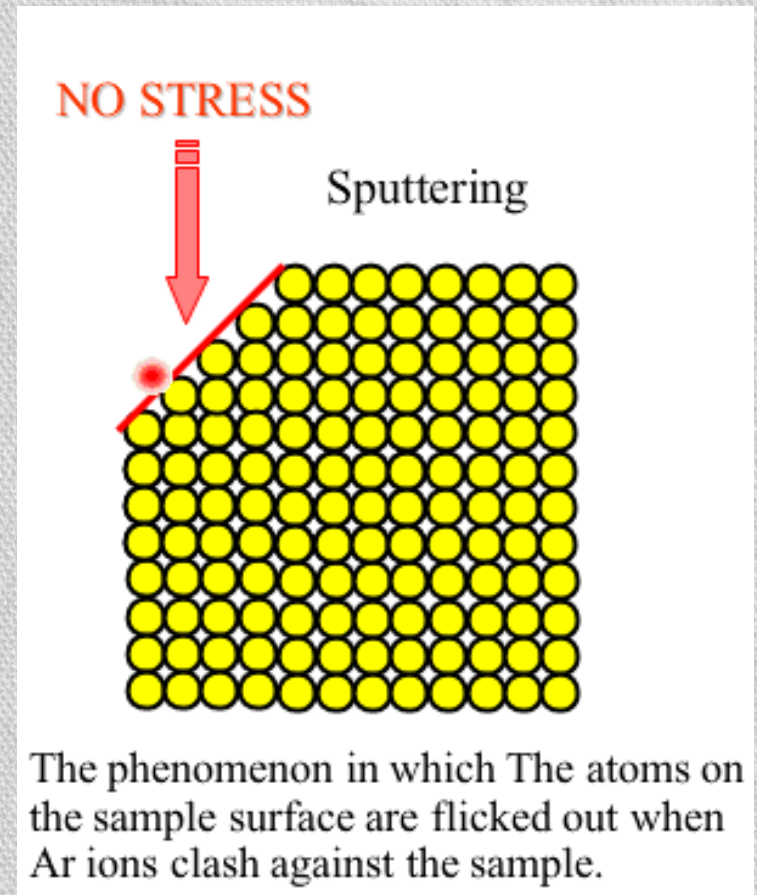
TESCAN MIRA3 XMU

离子研磨技术及应用

离子研磨技术是采用从离子枪放出的直径大约为 $1\mu\text{m}$ 的宽离子束（BIB: broad ion beam），轰击样品，对样品进行的是无应力的加工，保证了样品最原始的结构。

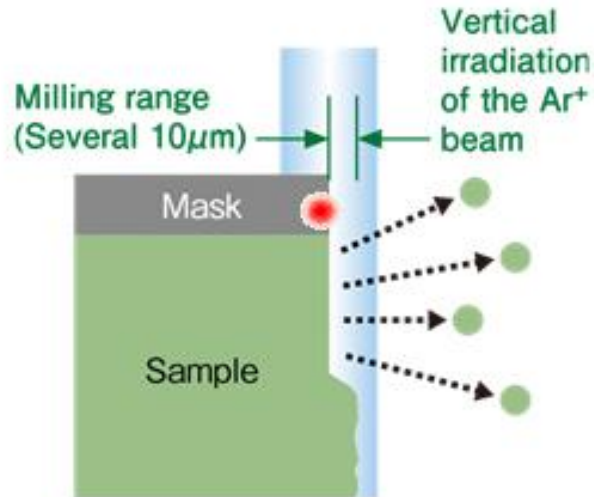
针对不同的加工方式，分为两类：

- 截面加工（cross section milling）
- 平面研磨（flat milling）

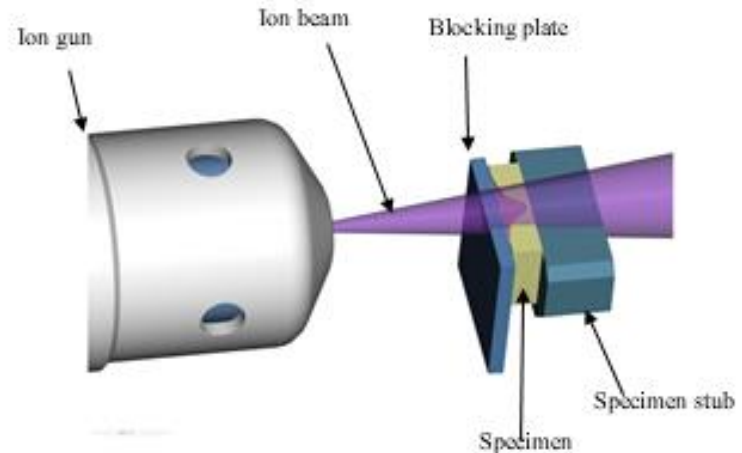


离子研磨技术及应用

截面加工 Cross-section milling



The intended cross sectional cutting edge is defined by the sharp edge of a mask accurately placed onto the surface of the sample. That part of the sample protruding from the mask edge (shielding plate) is sputter-etched by the incident Ar ions, so that gradually a flat cross sectional surface is generated vertically below the mask edge.



Hybrid Ion milling system IM4000

离子研磨技术及应用

Principal of ion milling method

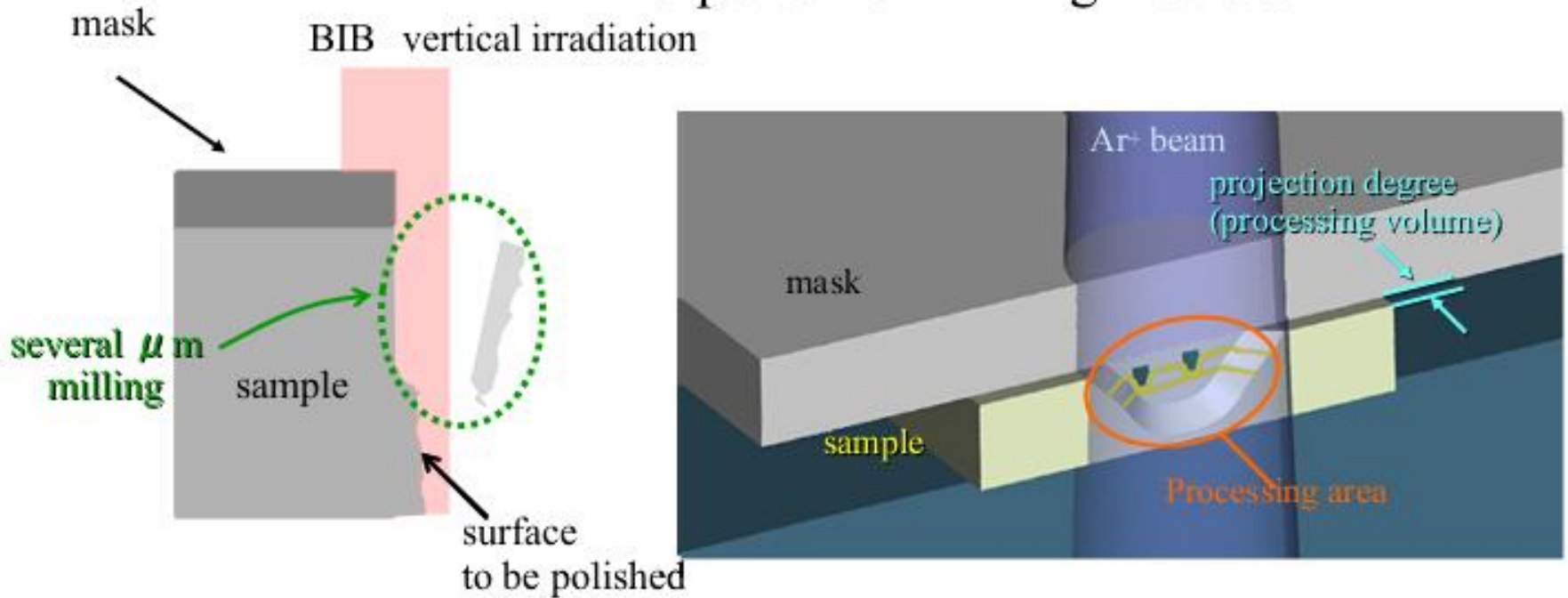


Figure of principal of Cross section Milling processing
(Left: Lateral view, Right: Birds-eye view)

Flat surface without strain

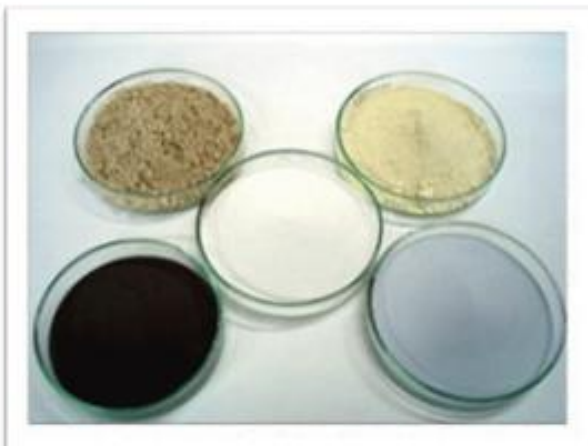
→ *Suitable to processing of the surface for analysis*

离子研磨技术及应用

截面加工 (cross section milling)

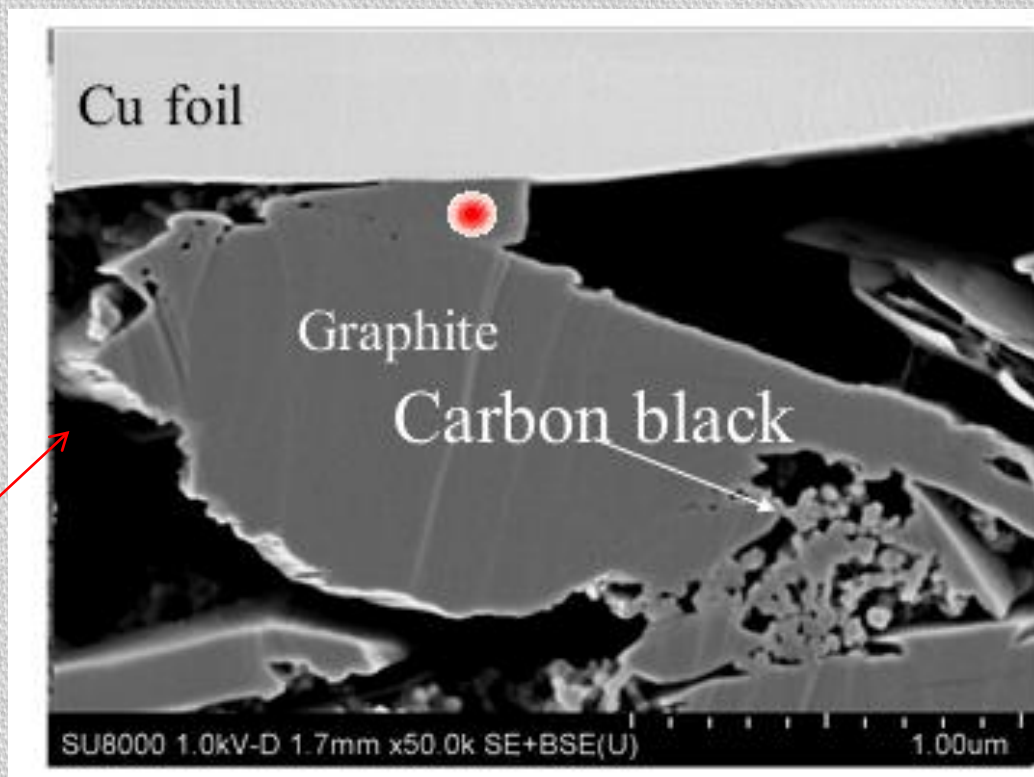
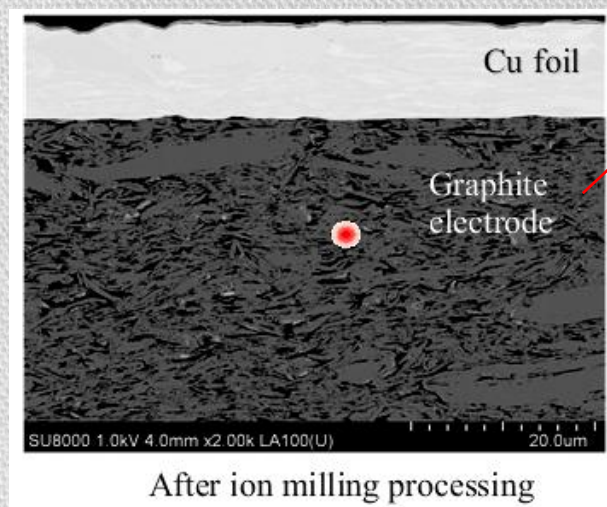
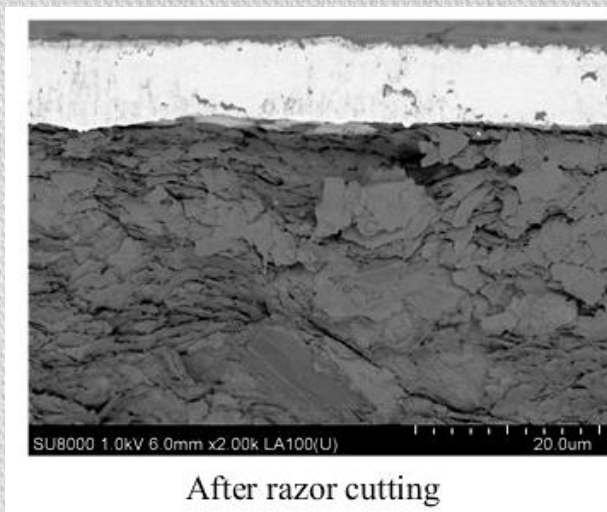


Several Material Sample



离子研磨技术及应用

截面加工 (cross section milling) - 锂电池负极



左上是刀切的截面，左下是离子研磨的截面。

离子研磨技术及应用

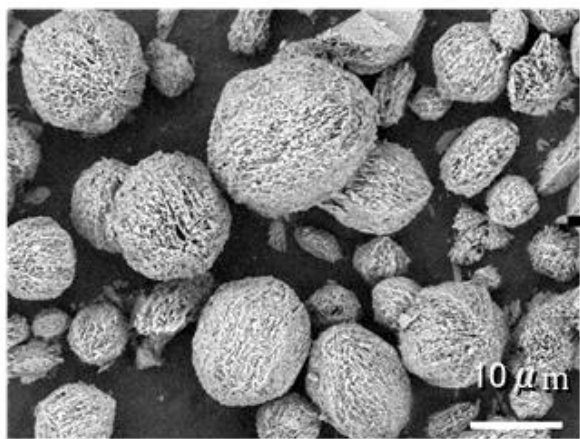
截面加工 (cross section milling) - 羟基磷灰石粉末

树脂包埋-
环氧树脂热
固化15min

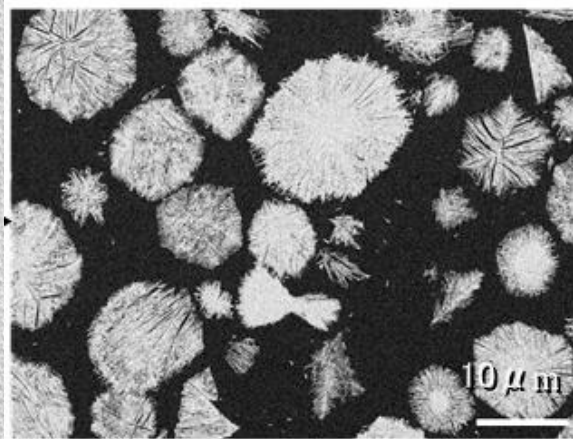
机械研磨-
研磨20min

截面加工-
6kV下
抛光1h

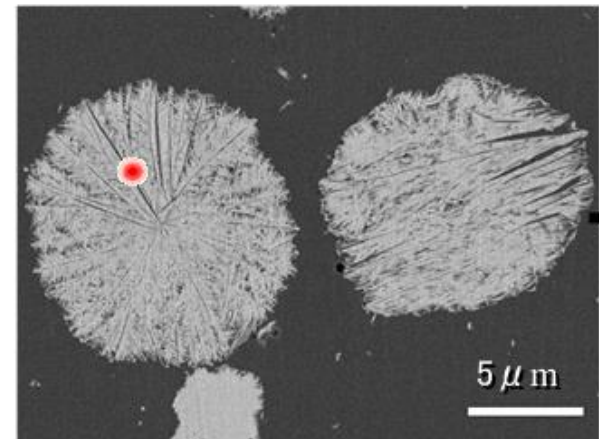
SEM分析-
内部结果的
观察



Surface



Ion milling processed cross-section



Magnified image of cross-section

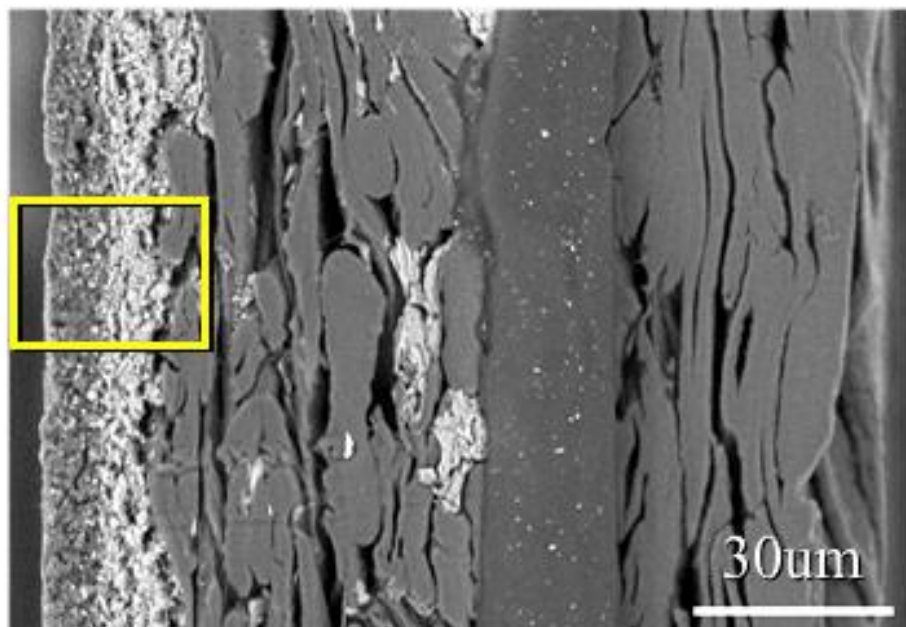
观察条件: 3kV, BSE, 未镀膜, 低真空

可观察到羟基磷灰石的
生长方向

离子研磨技术及应用

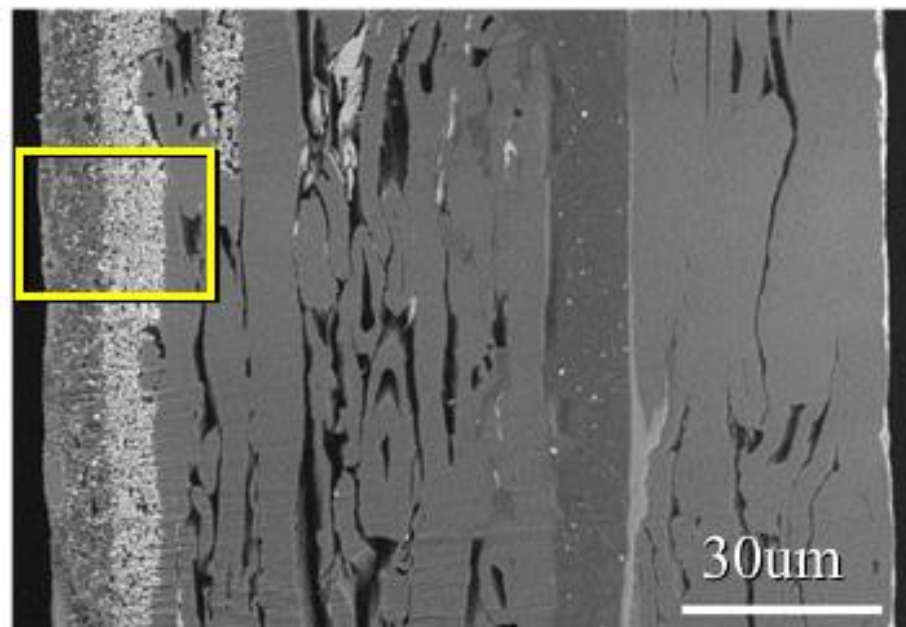
截面加工 (cross section milling) - 热敏纸

热敏纸截面分层的观察: 5kV, BSE, 没镀膜, 低真空



After razor cutting

剪刀剪开的截面



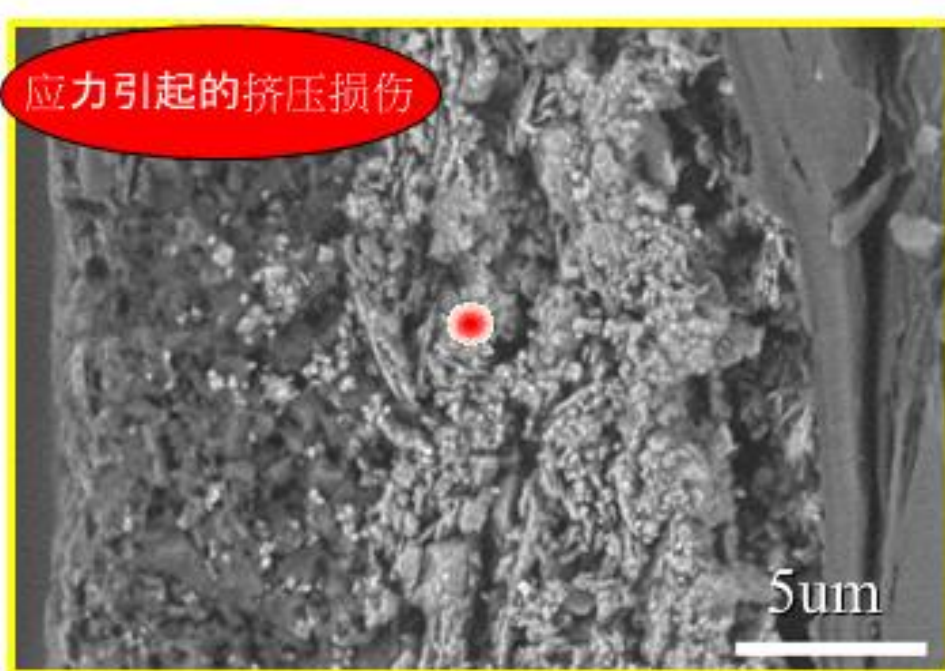
After ion milling processing

离子研磨的截面: 6kV, 2h

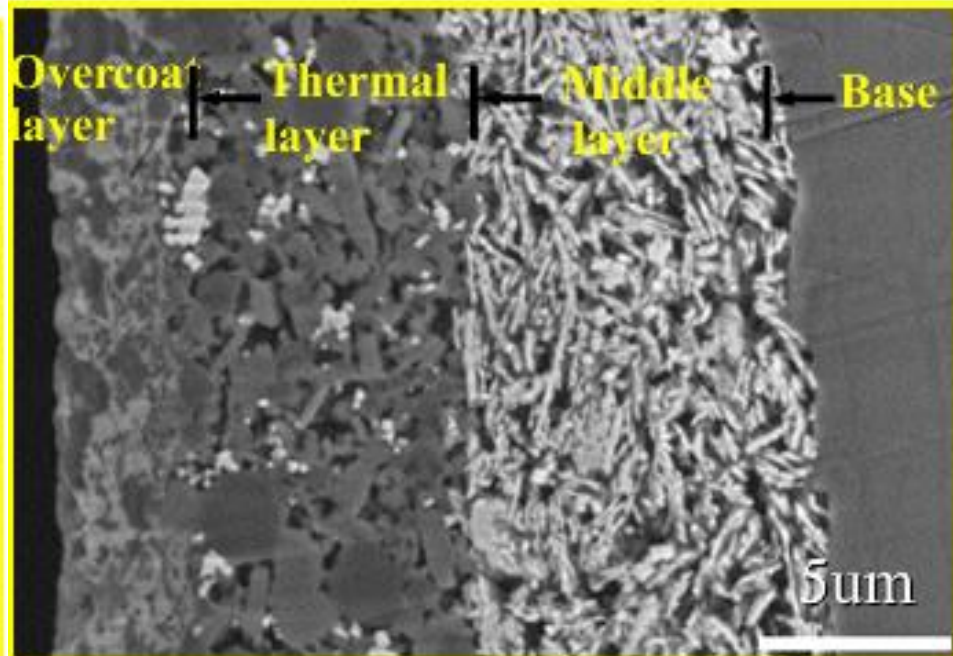
离子研磨技术及应用

截面加工 (cross section milling) - 热敏纸

热敏纸截面分层的观察: 5kV, BSE, 没镀膜, 低真空



After razor cutting



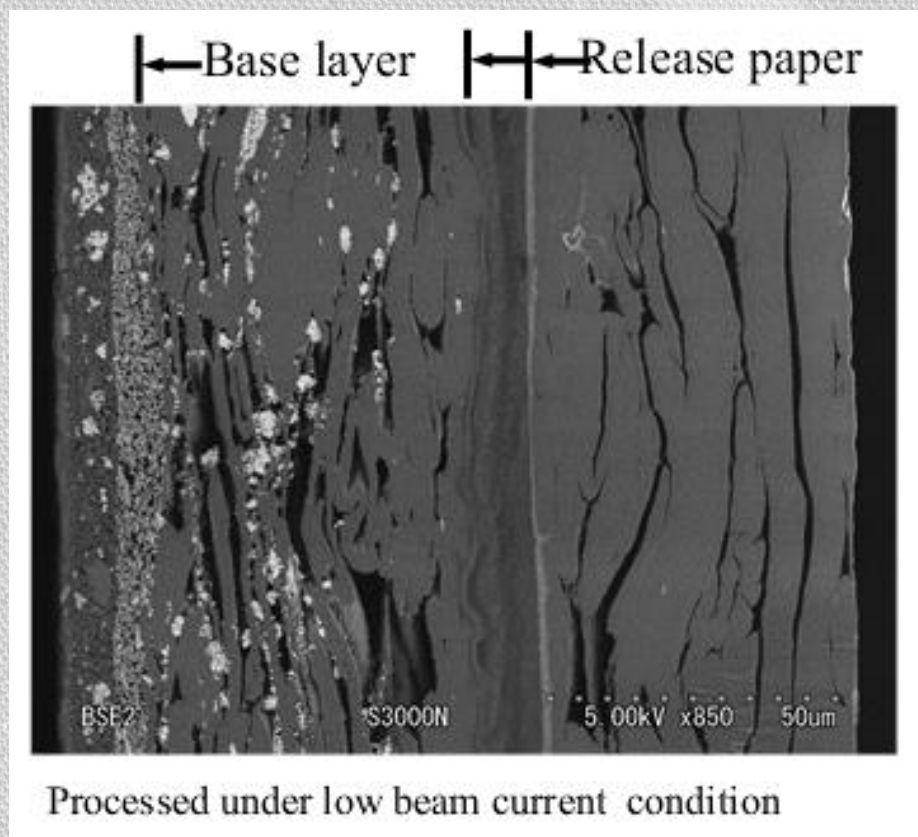
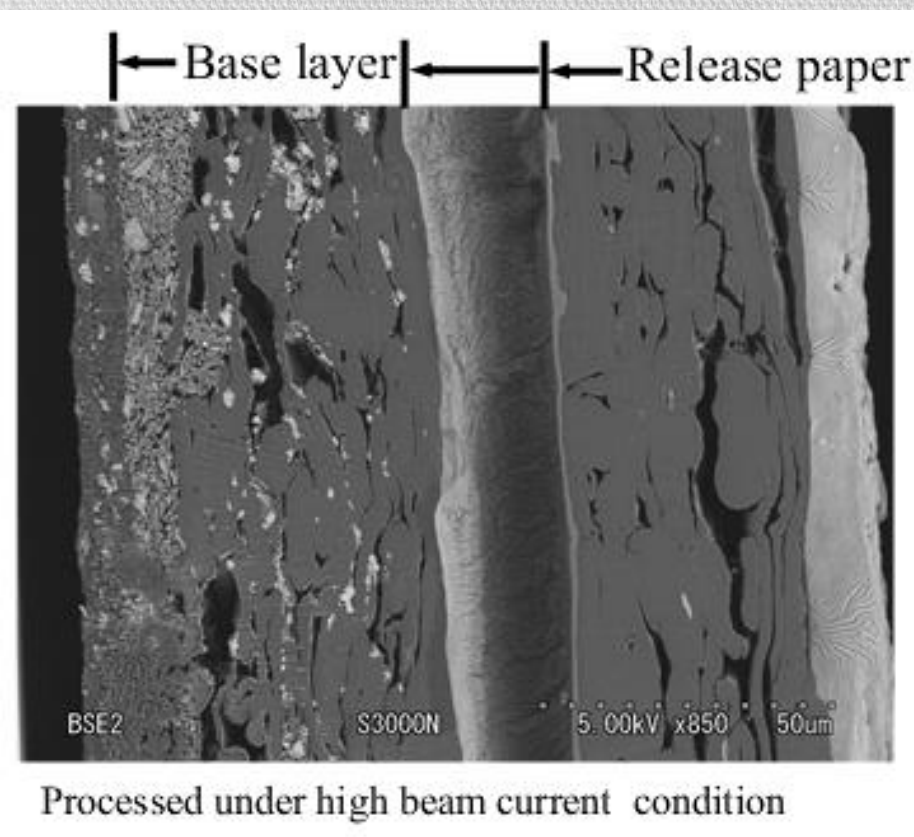
After ion milling processing

清晰观察热敏纸截面的多层结构, 且无变形

离子研磨技术及应用

截面加工 (cross section milling) - 热敏纸

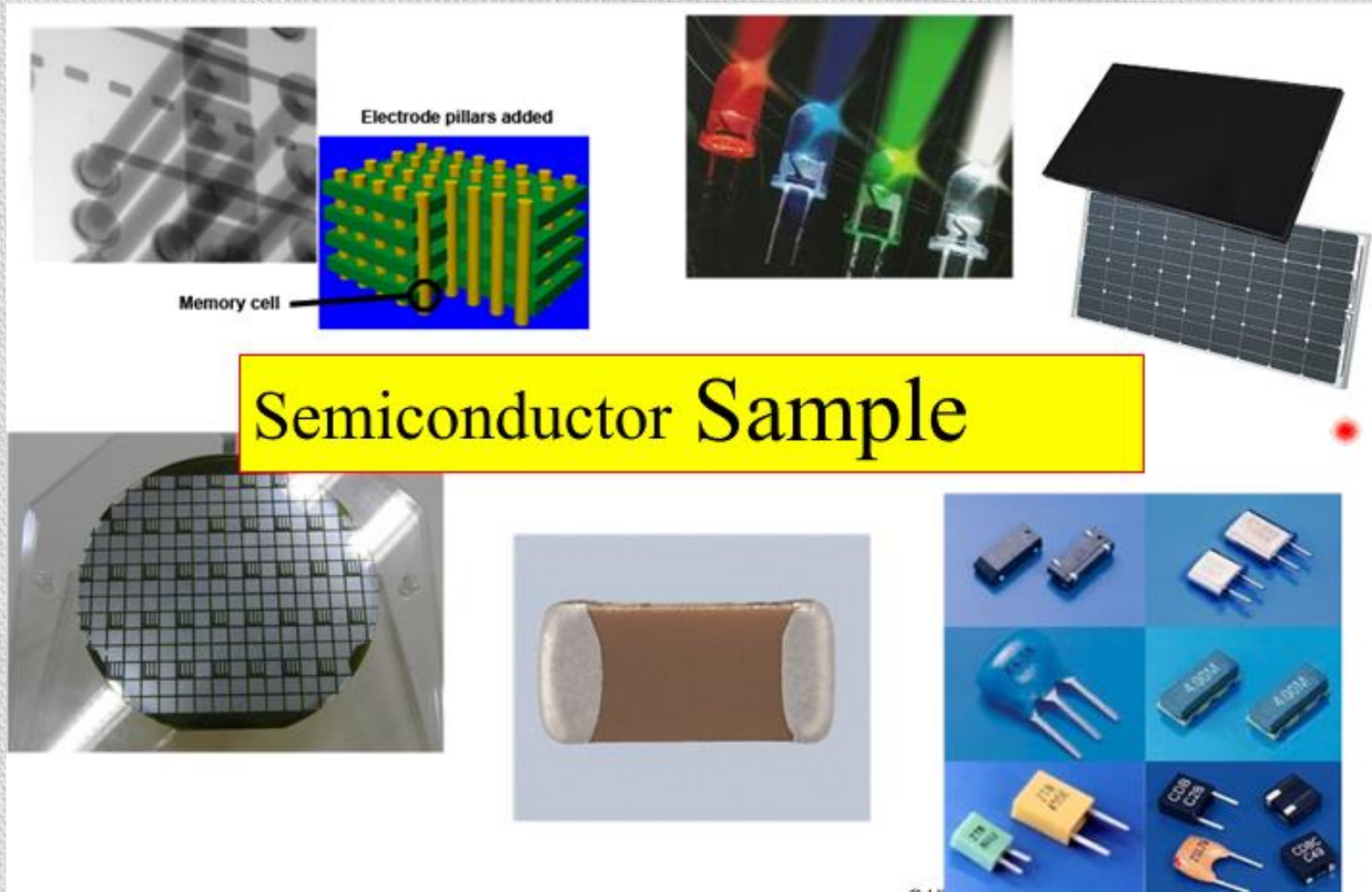
热敏纸截面分层的观察: 5kV, BSE, 没镀膜, 高真空



束流强度对观察的影响: 高束流下分层的中间部分凹下去了, 低束流下整个面都是平的

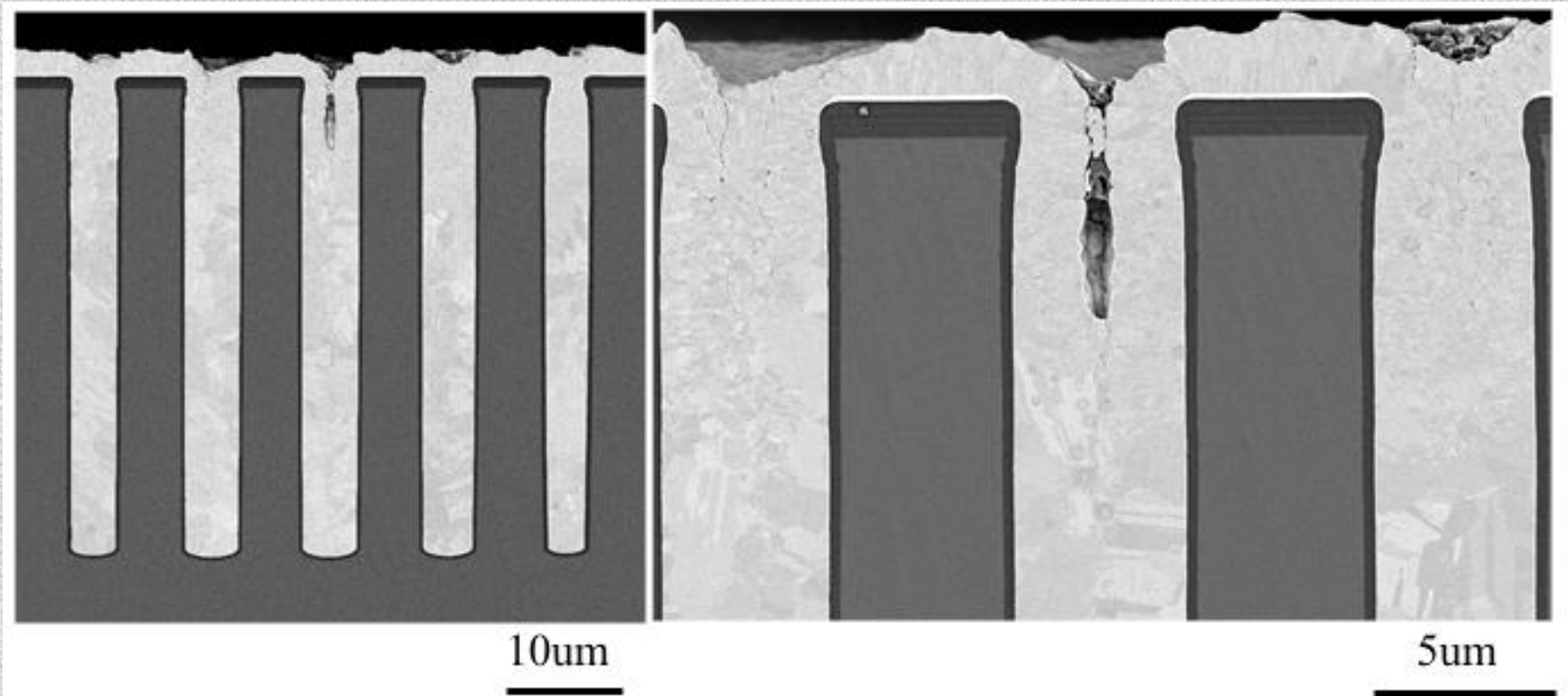
离子研磨技术及应用

截面加工 (cross section milling) - 半导体样品



离子研磨技术及应用

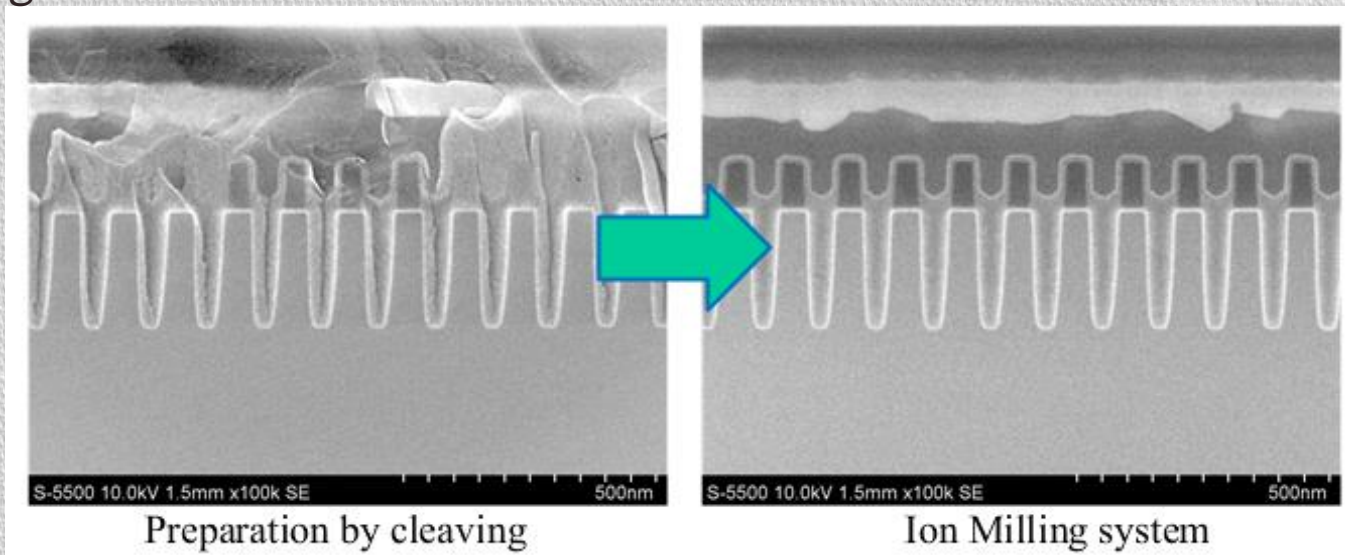
截面加工 (cross section milling) - 通过硅片通道 (TSV)



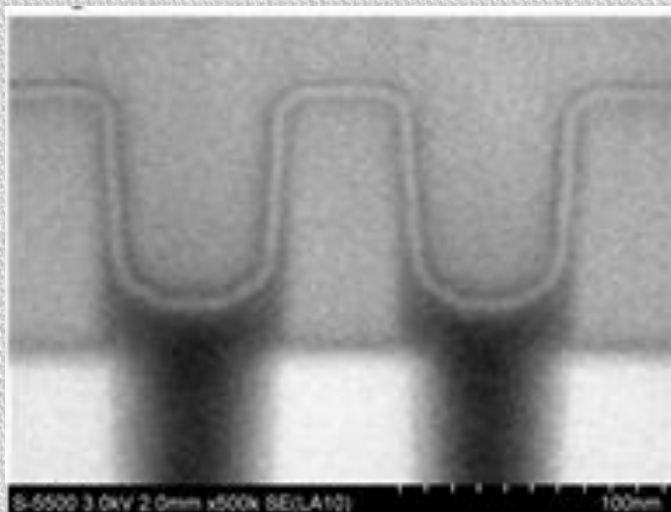
离子研磨技术及应用

截面加工 (cross section milling) - 闪存卡 (NAND Flash Memory)

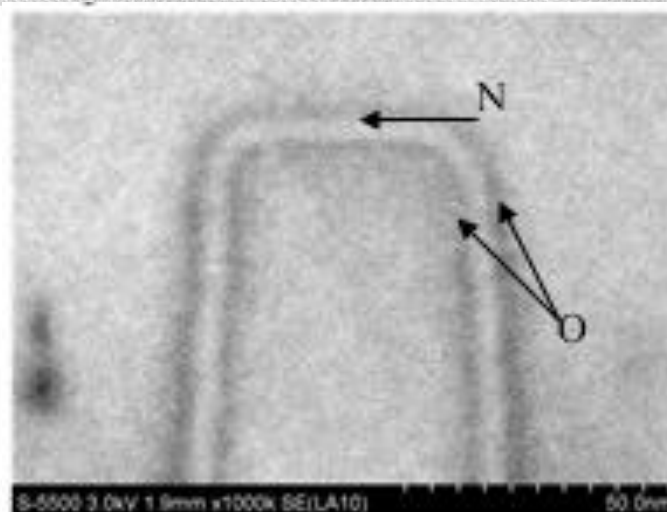
Magnification: 100x



Magnification: 500x

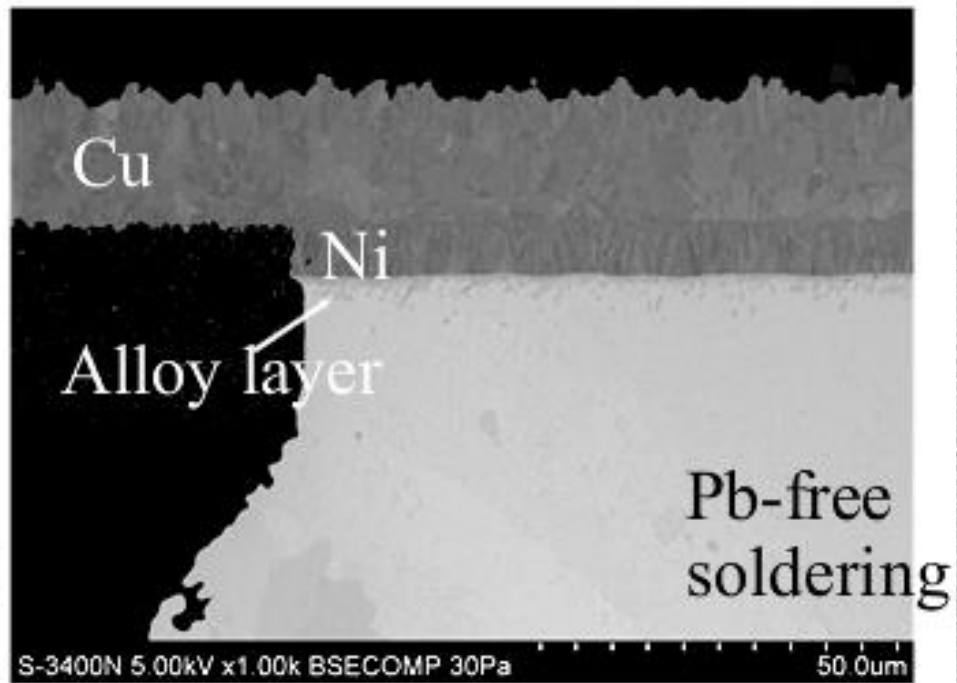
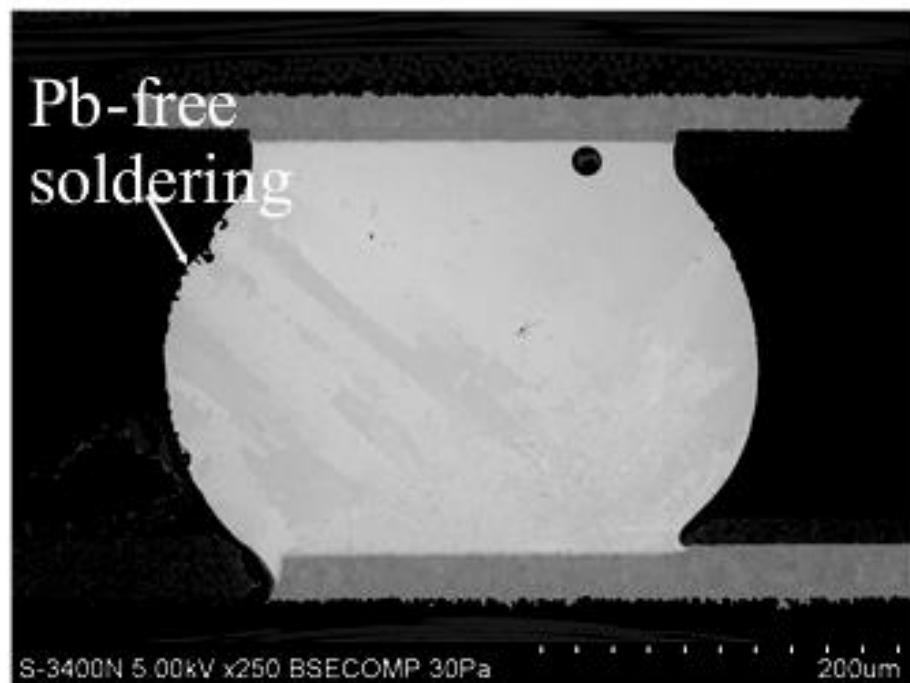


Magnification: 1000x



离子研磨技术及应用

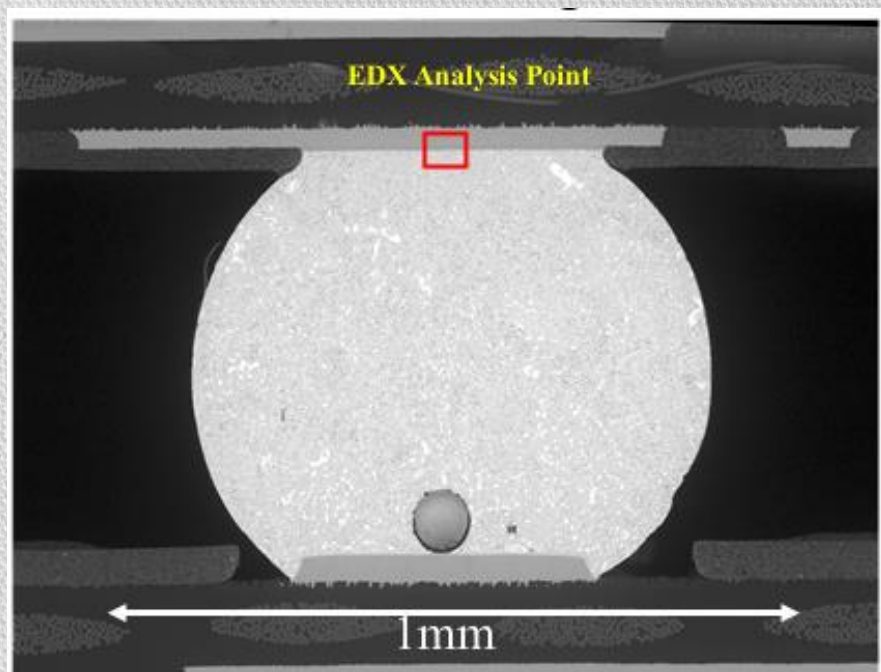
截面加工 (cross section milling) - 电路系统无铅焊接的连接点



观察条件：5kV，BSE，未镀膜，低真空
离子研磨截面：6kV，2h

离子研磨技术及应用

截面加工 (cross section milling) - 球状矩阵排列 (BGA)



BGA焊接处的宏观图

观察条件: 10kV, BSE (COMP)

前处理过程

剪切 (Trimming)

树脂包埋
(Resin embedding)

机械研磨
(Mechanical Polish)

离子研磨
(Ion Milling)

能谱分析
(EDX Analysis)

过夜

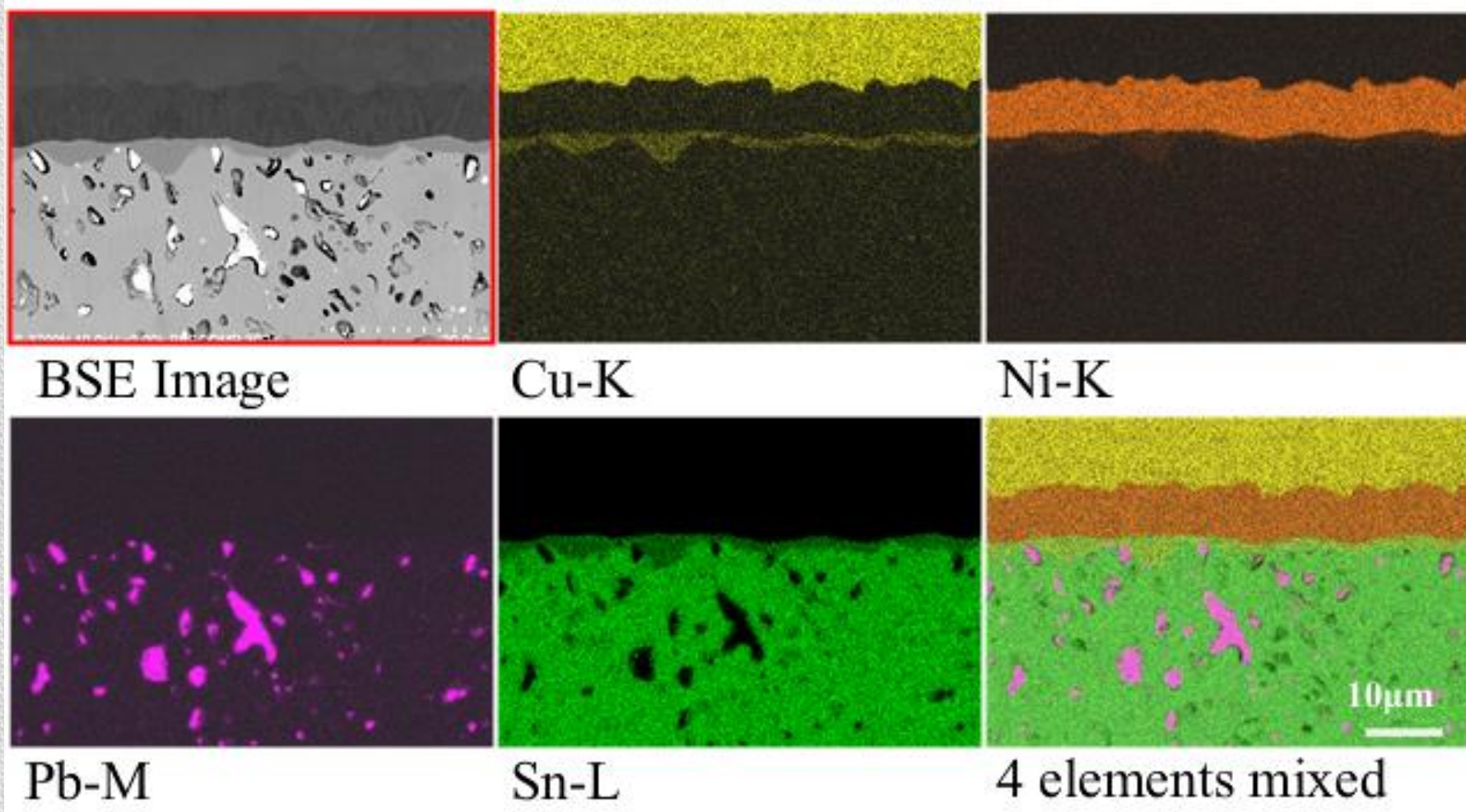
研磨2h

6kV, 3h

加速电压: 15kV
面扫时间: 3min

离子研磨技术及应用

截面加工 (cross section milling) - 球状矩阵排列 (BGA)

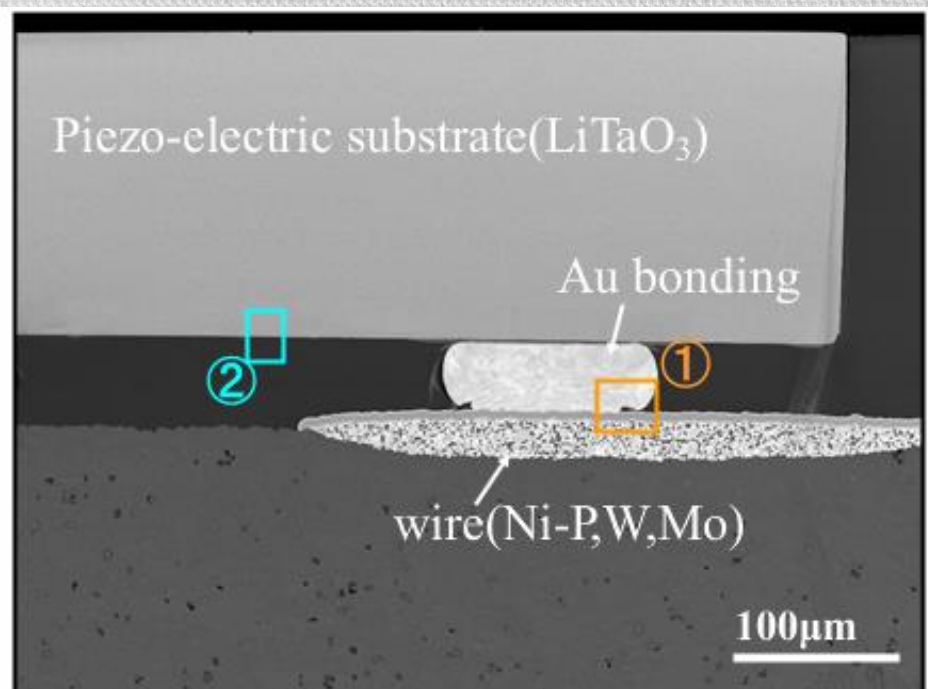


焊盘和焊料连接层的EDX面扫结果

离子研磨技术及应用

截面加工 (cross section milling)

-声表面波设备 (SAW, Surface Acoustic Wave)



声表面波设备的宏观图

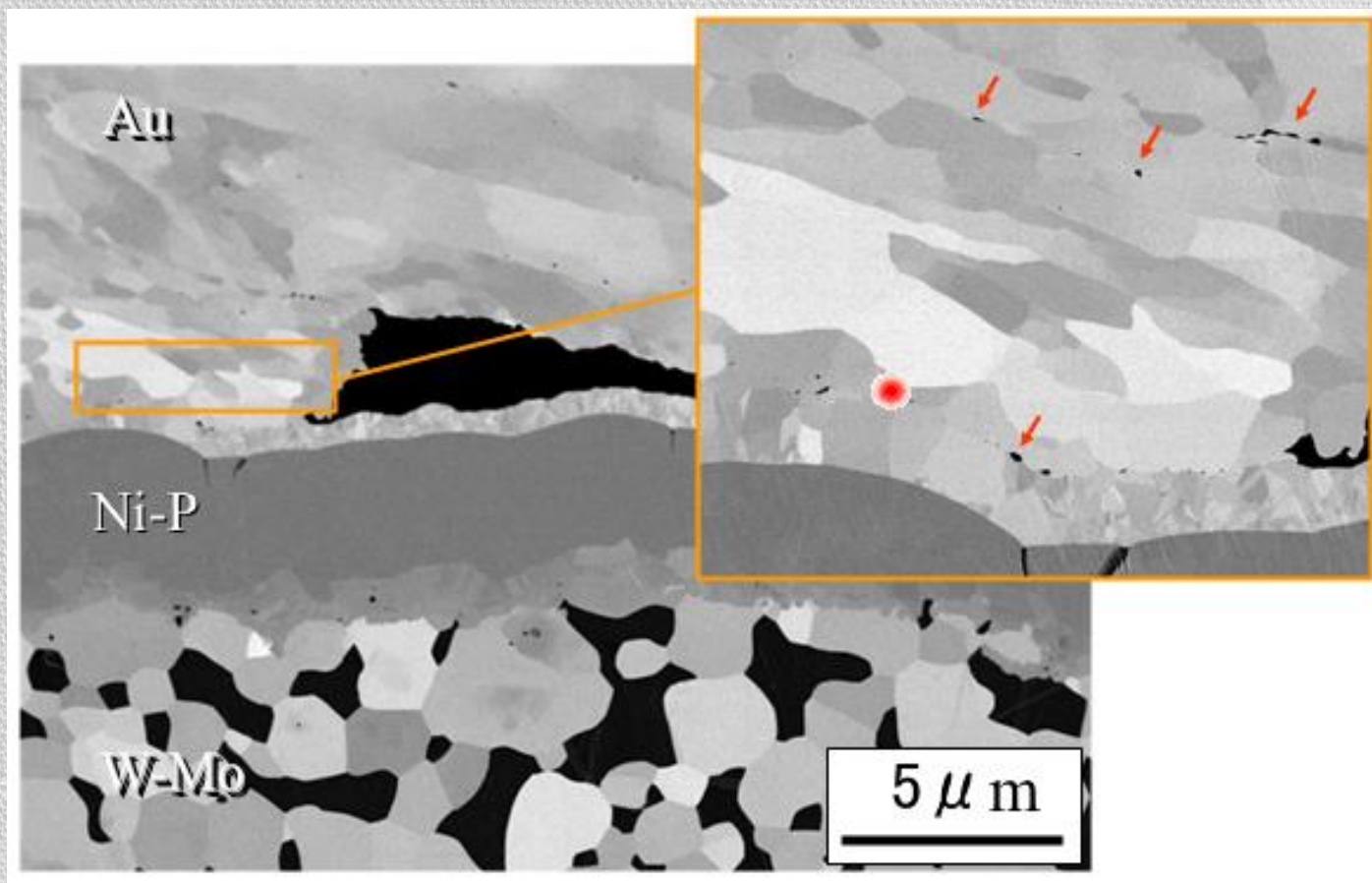
前处理过程



离子研磨技术及应用

截面加工 (cross section milling)

- 声表面波设备 (SAW, Surface Acoustic Wave)

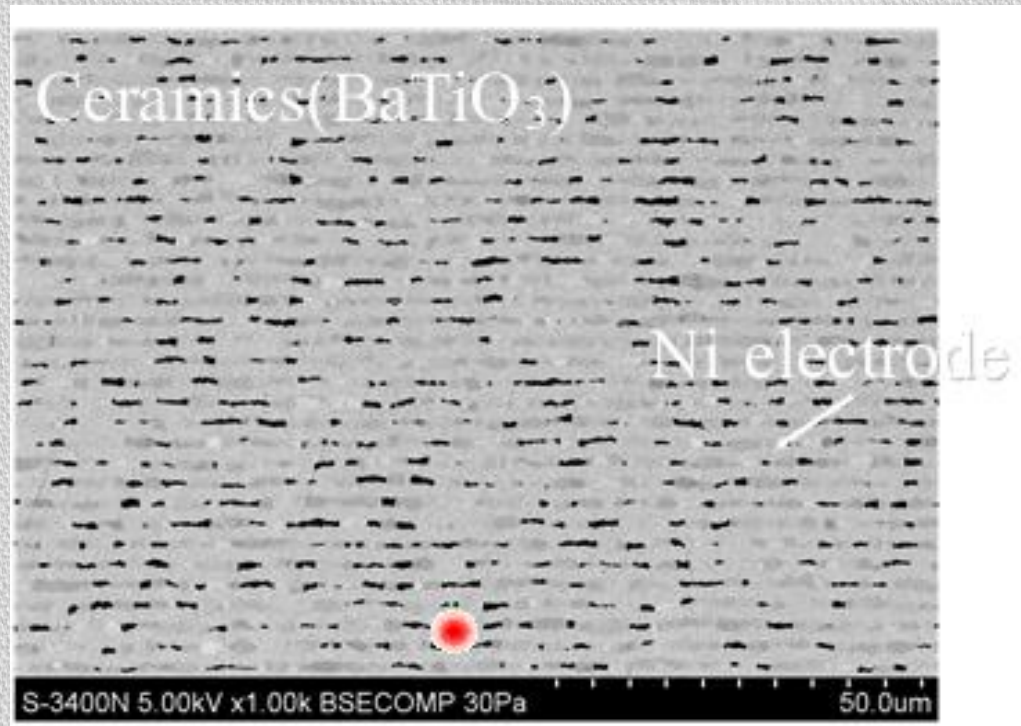
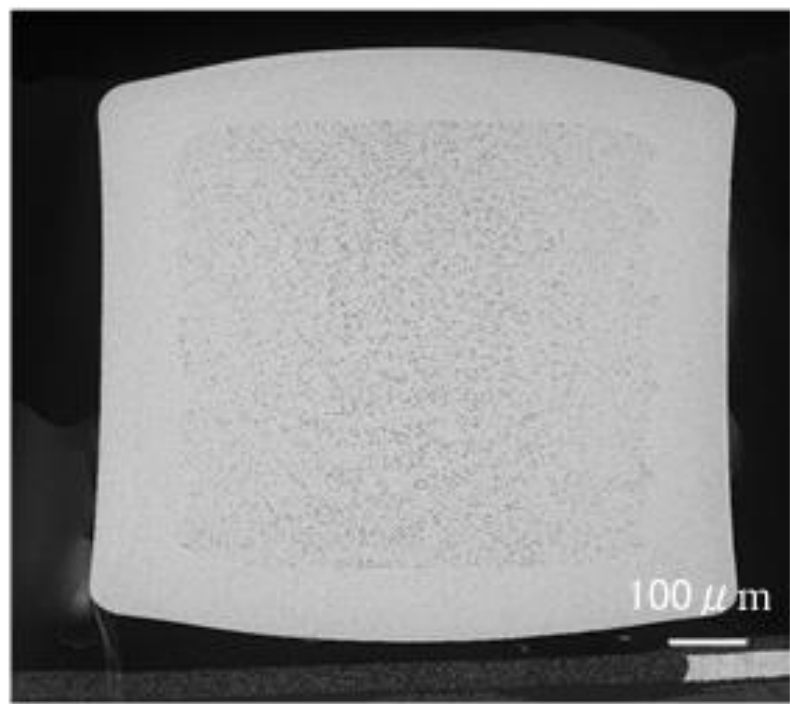


1号位置的结合面处能明显观察到裂缝和孔隙
S-4800, 1.5kV, BSE, 未镀膜

离子研磨技术及应用

截面加工 (cross section milling)

-声表面波设备 (SAW, Surface Acoustic Wave)

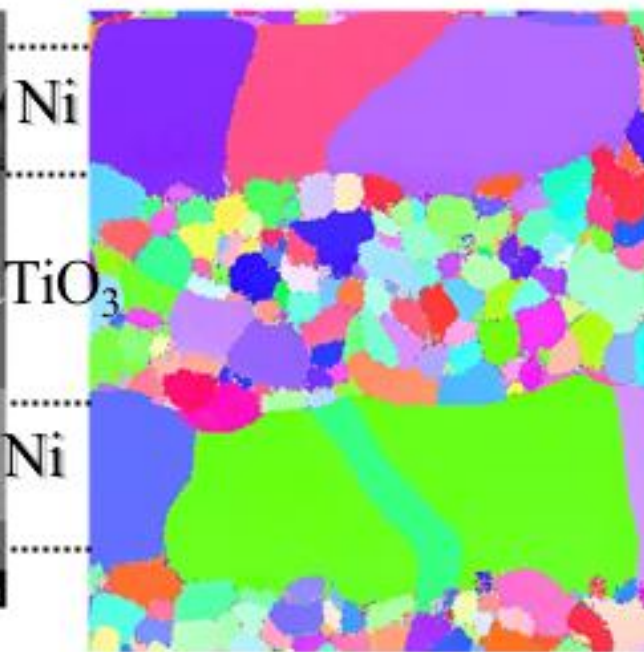
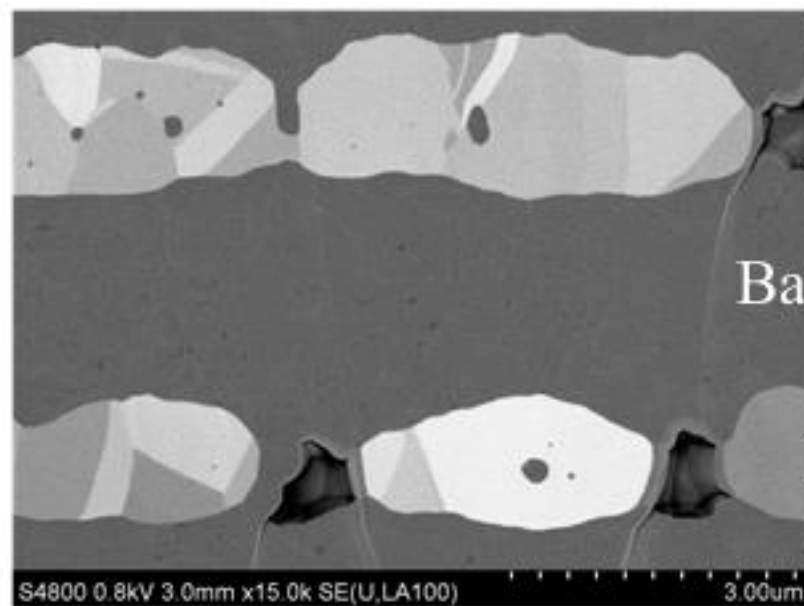


2号位置的多层陶瓷电容
S-3400, 5kV, BSE, 镀膜, 低真空

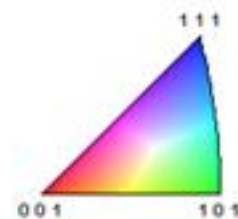
离子研磨技术及应用

截面加工 (cross section milling)

-声表面波设备 (SAW, Surface Acoustic Wave)



Barium Titanium Oxide_310174



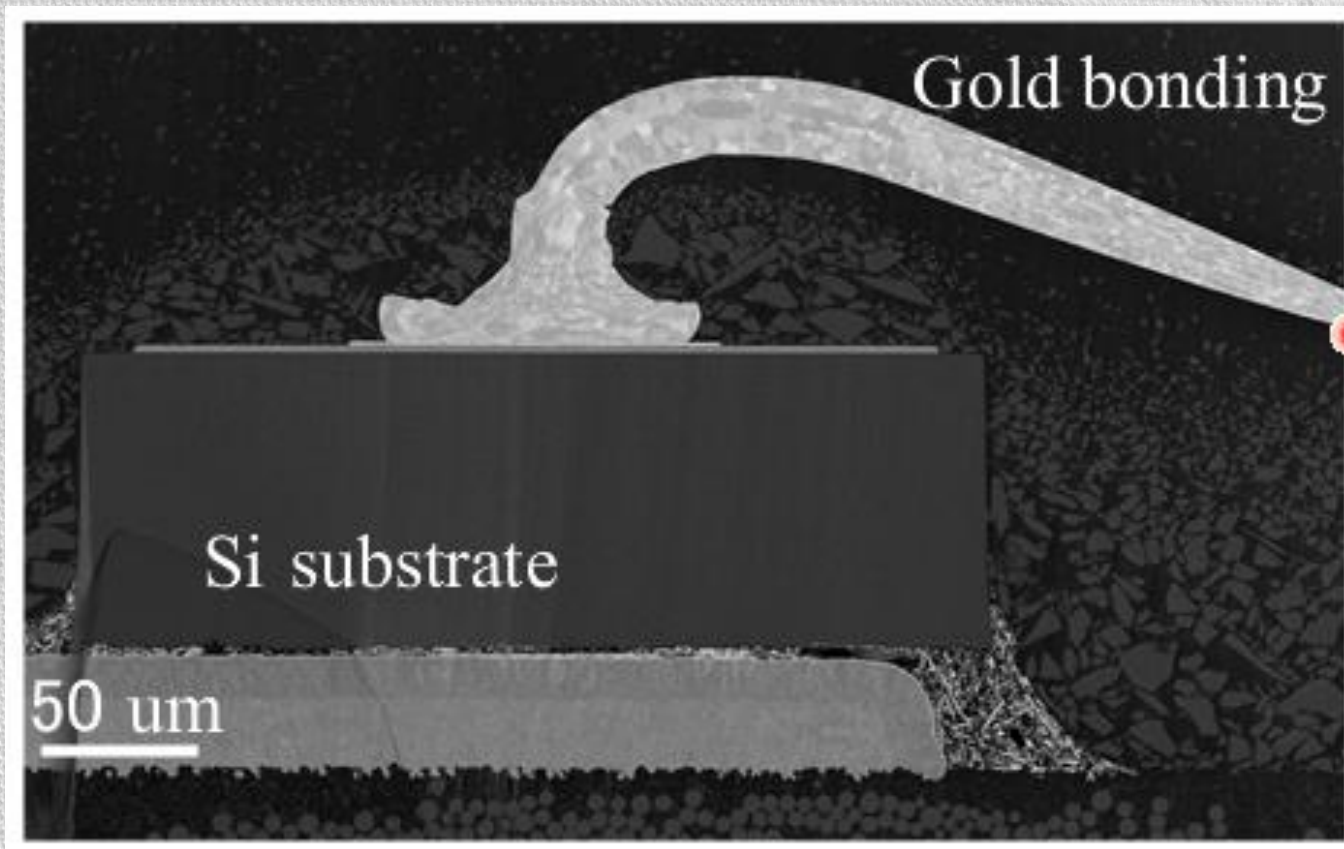
Nickel



2号位置多层陶瓷电容的EBSD分析，
能观察到Ni层和陶瓷层晶粒晶体取向的差别

离子研磨技术及应用

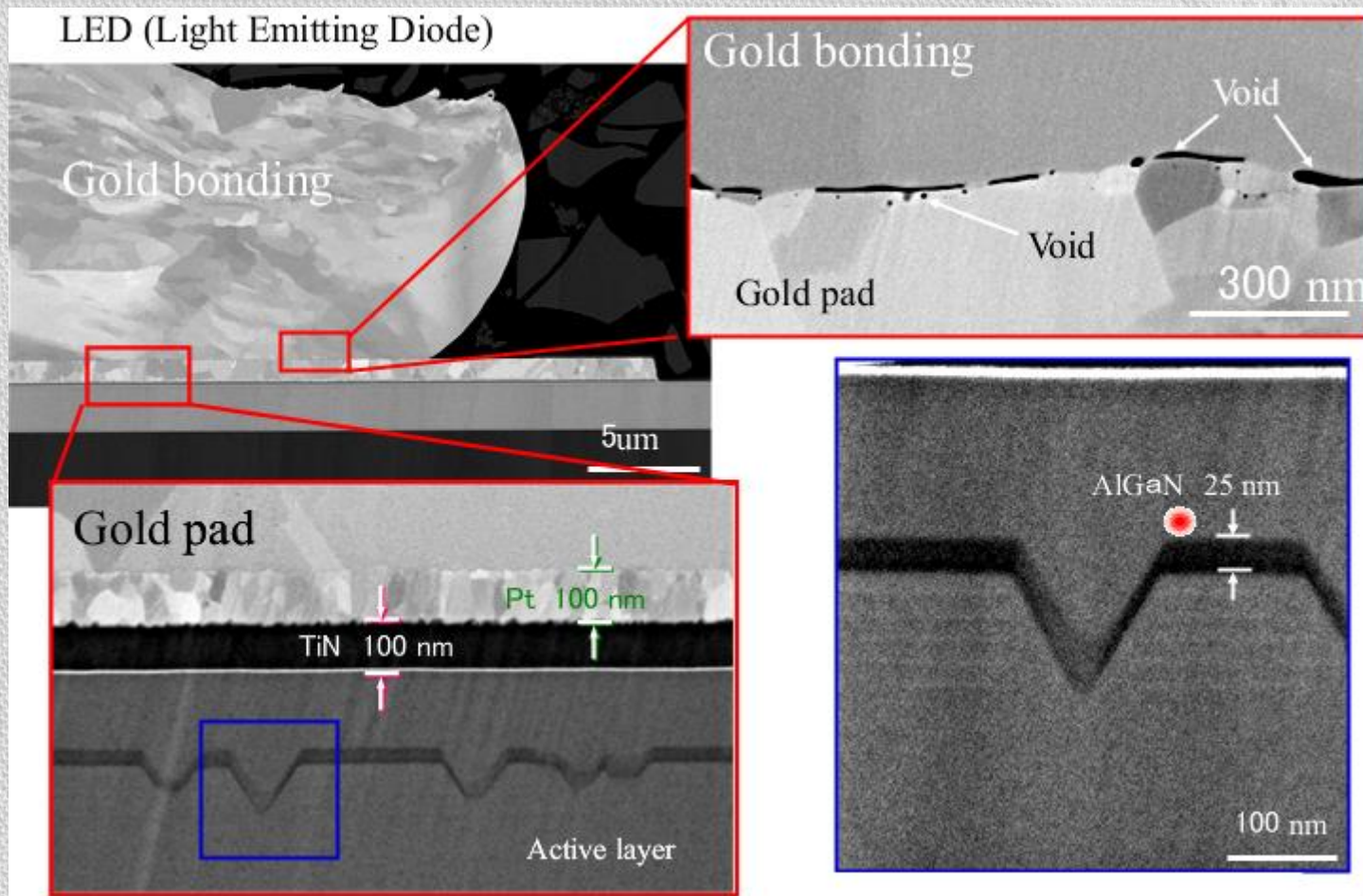
截面加工 (cross section milling) -LED芯片



LED芯片的截面
观察条件：1kV，BSE
研磨条件：6kV，6h

离子研磨技术及应用

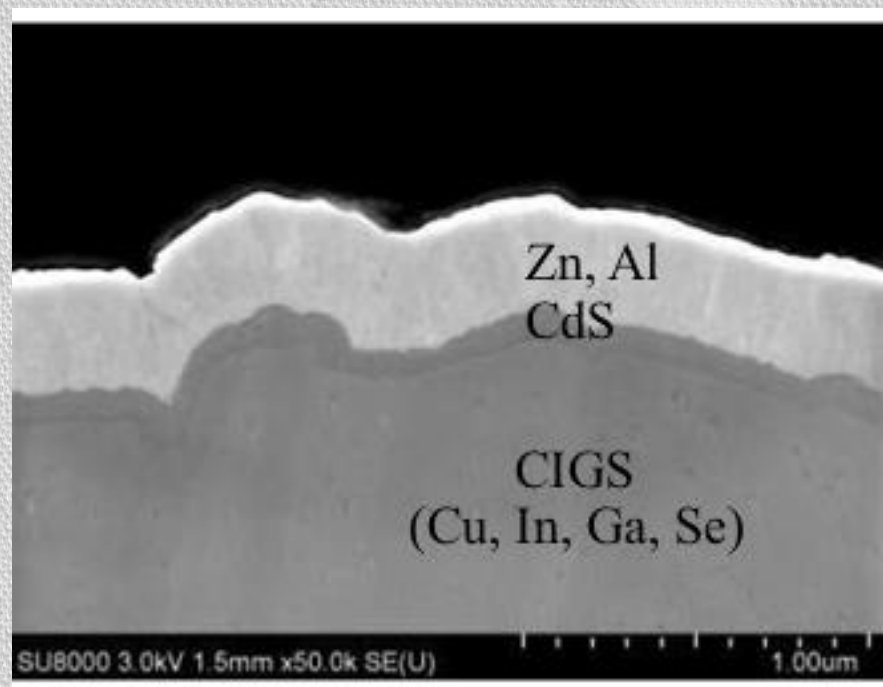
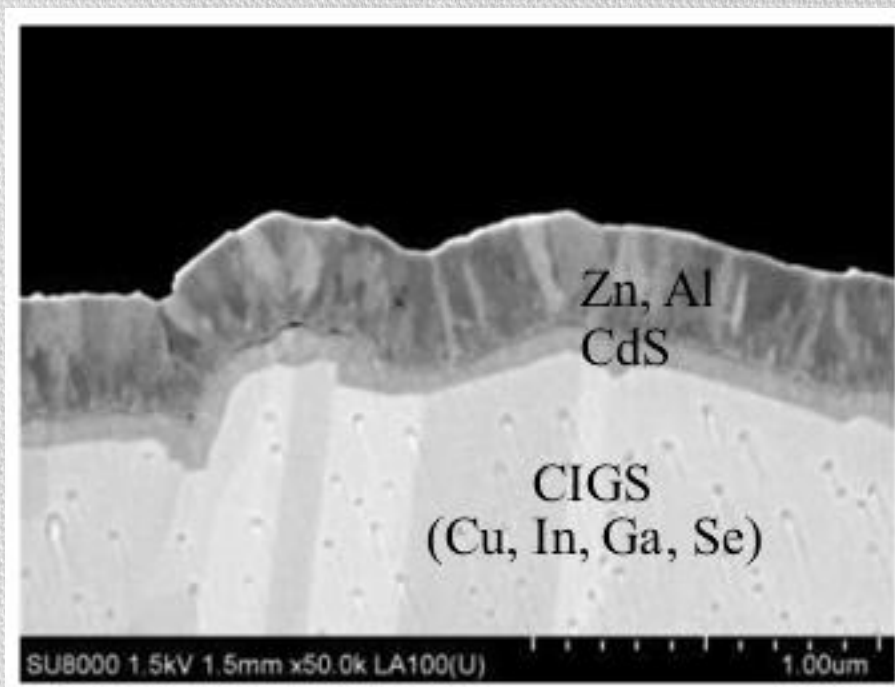
截面加工 (cross section milling) - LED芯片



LED芯片的截面

离子研磨技术及应用

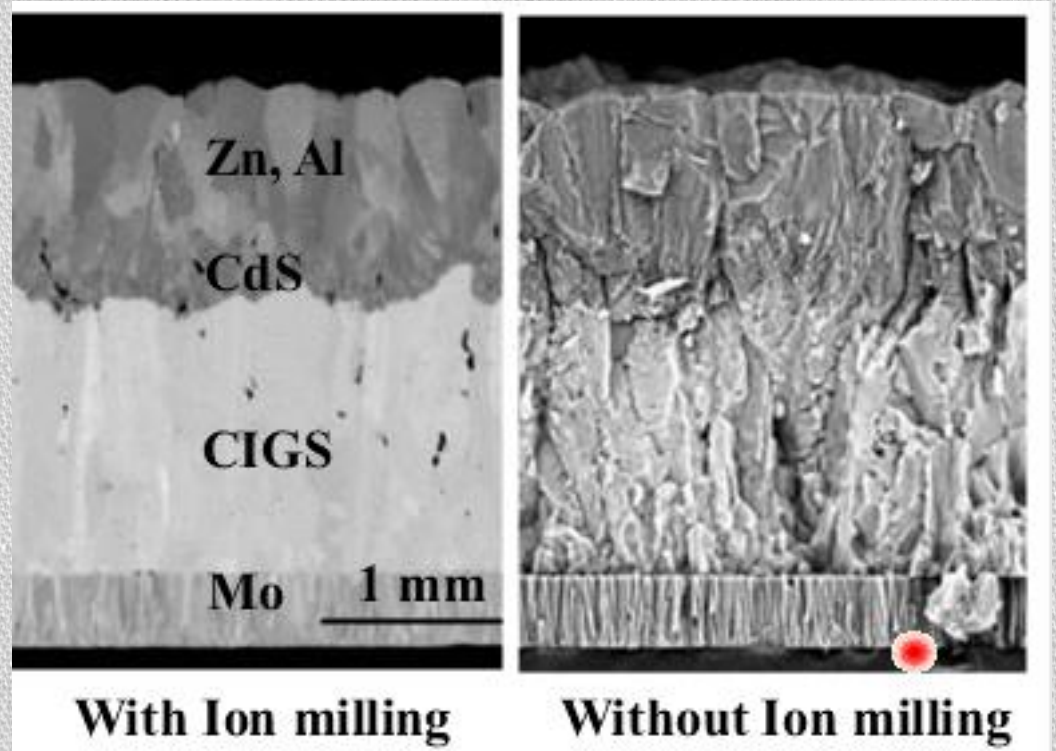
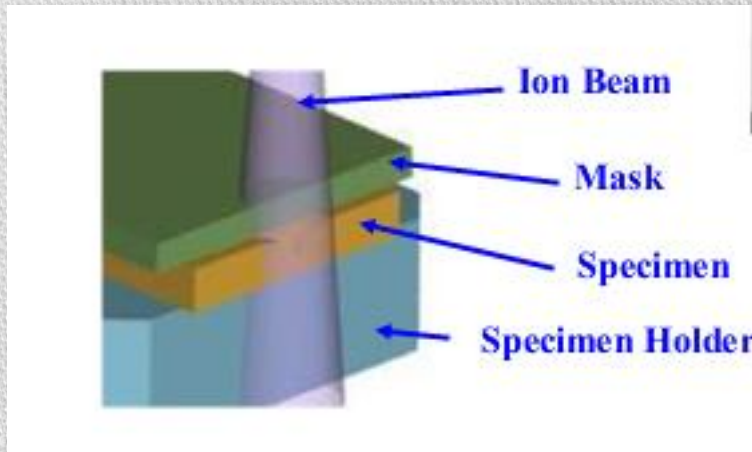
截面加工 (cross section milling) - 薄膜太阳能电池 (GIGS Solar Cell)



离子研磨截面形貌, 1.5kV, SU8000
左边为背散射电子像, 右边为二次电子像

离子研磨技术及应用

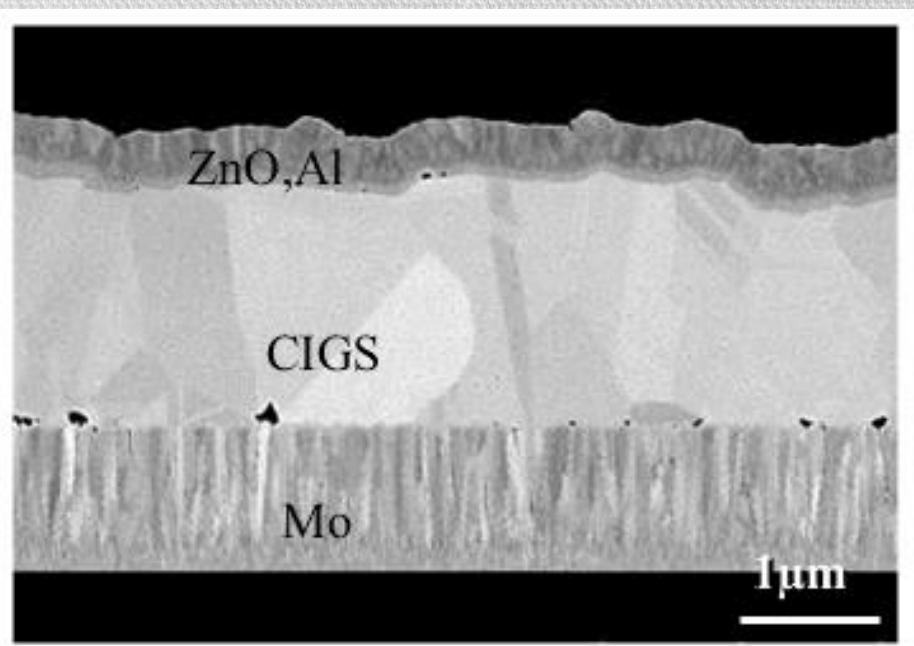
截面加工 (cross section milling) - 薄膜太阳能电池 (GIGS Solar Cell)



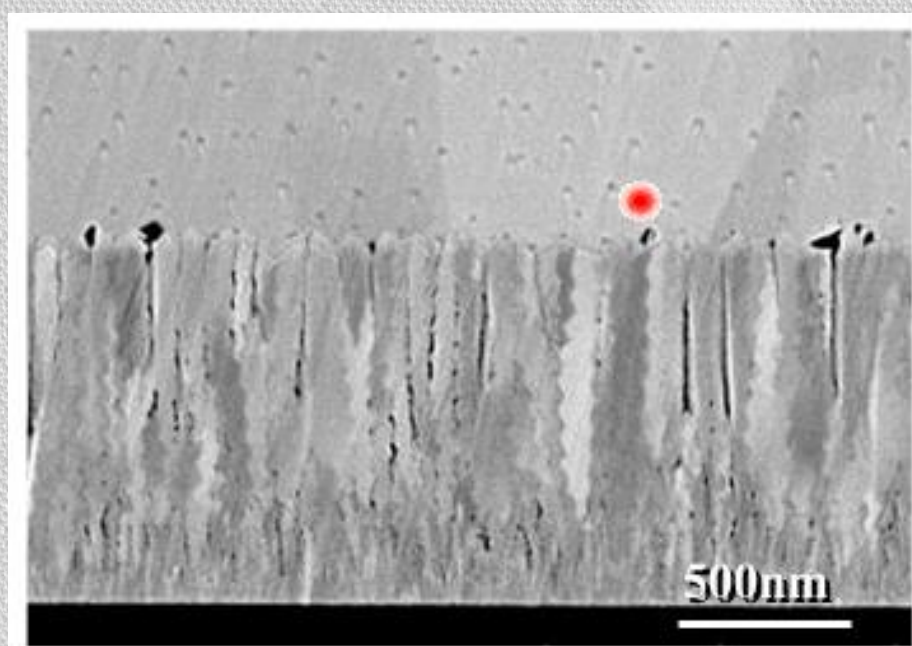
离子研磨截面和掰断截面形貌的差别

离子研磨技术及应用

截面加工 (cross section milling) - 薄膜太阳能电池 (GIGS Solar Cell)



Magnification: 20kx

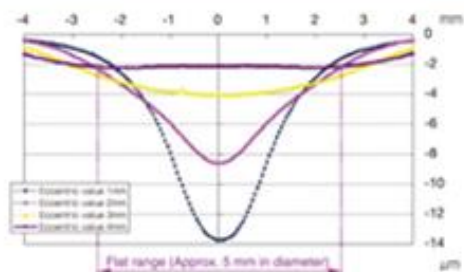
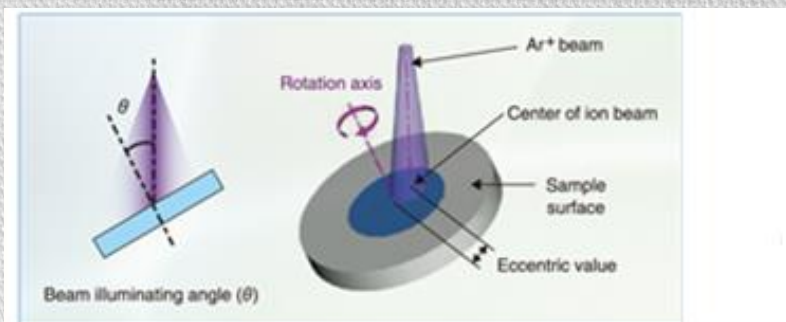


Magnification: 50kx

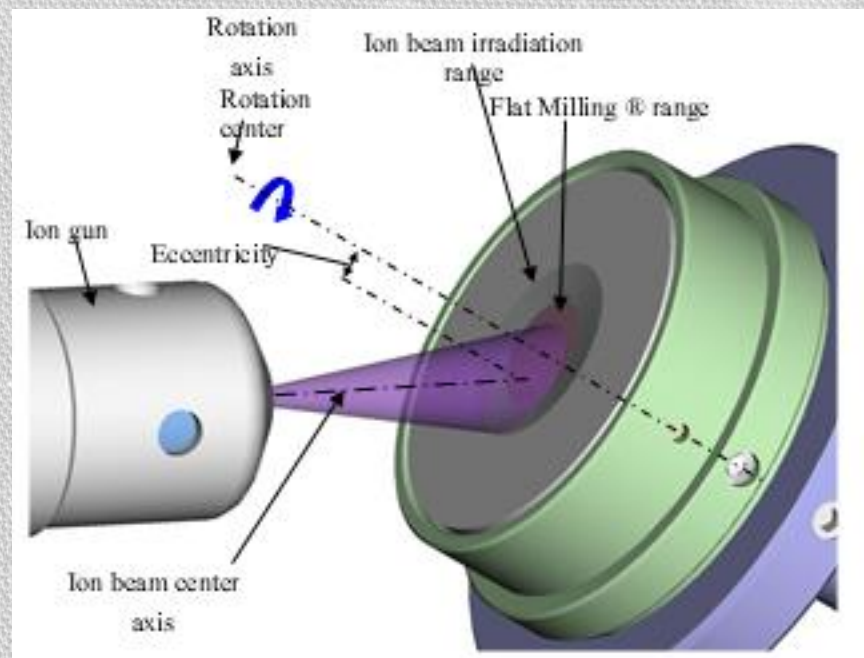
离子研磨截面形貌, 1.5kV, SU8020, BSE

离子研磨技术及应用

平面研磨 (Flat Milling)

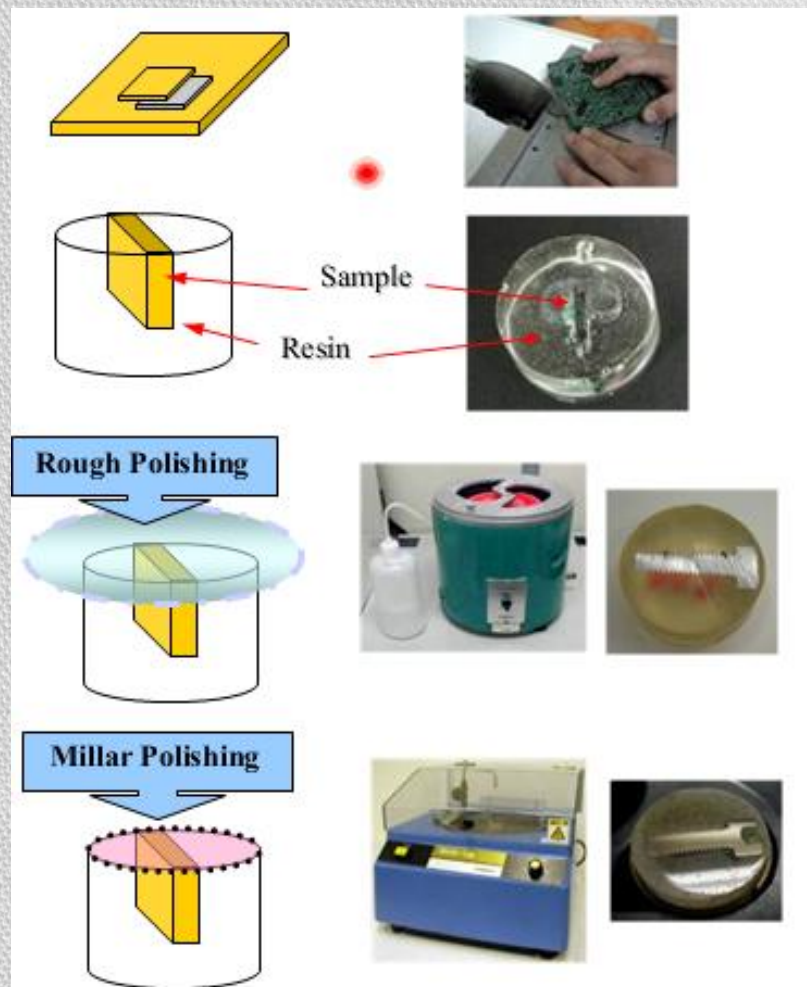
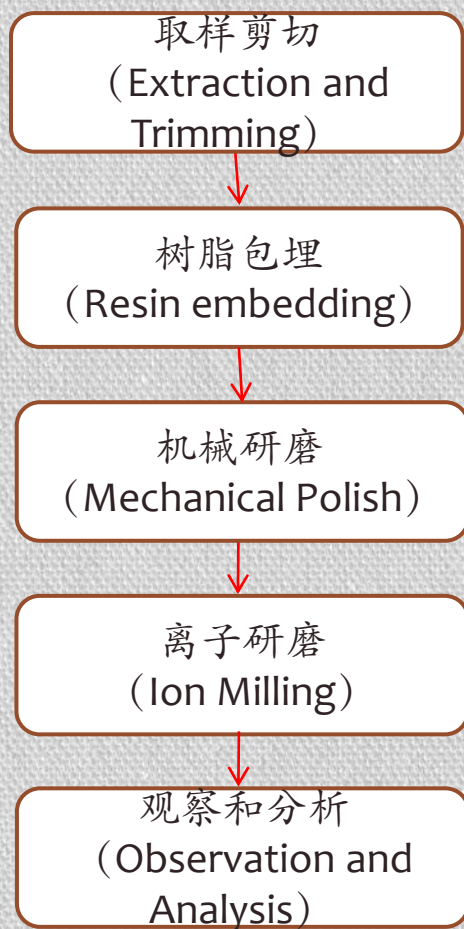


The current density distribution of ion beams can be generally approximated by Gaussian distribution. When the center of the ion beams coincides with the rotation center of a sample, therefore, the milling profile reflects the distribution of current density and the center part becomes deep. In the flat milling method, however, a wide range is uniformly sputter-etched by rotating or swinging a sample and shifting the center of ion beams and the rotation/swing center of a sample.



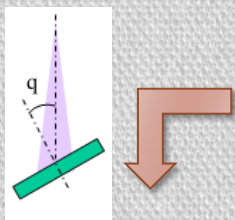
离子研磨技术及应用

平面研磨 (Flat Milling)

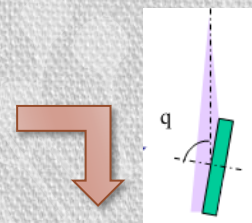
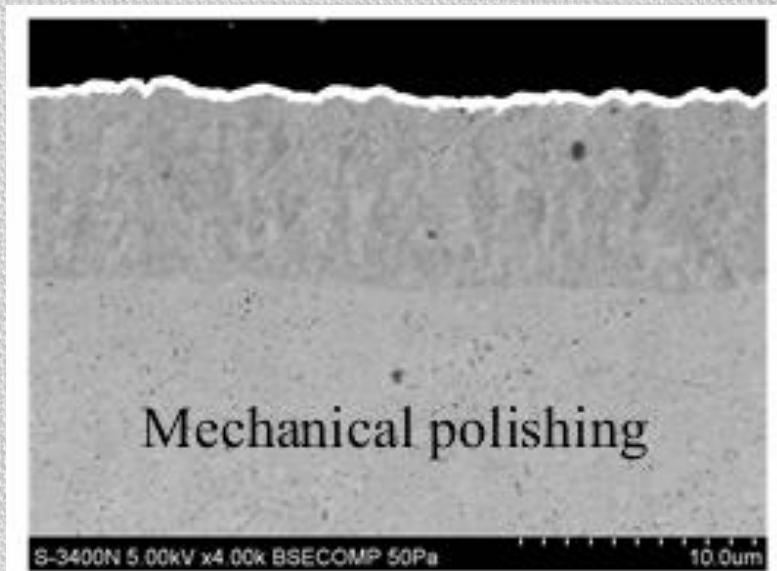


离子研磨技术及应用

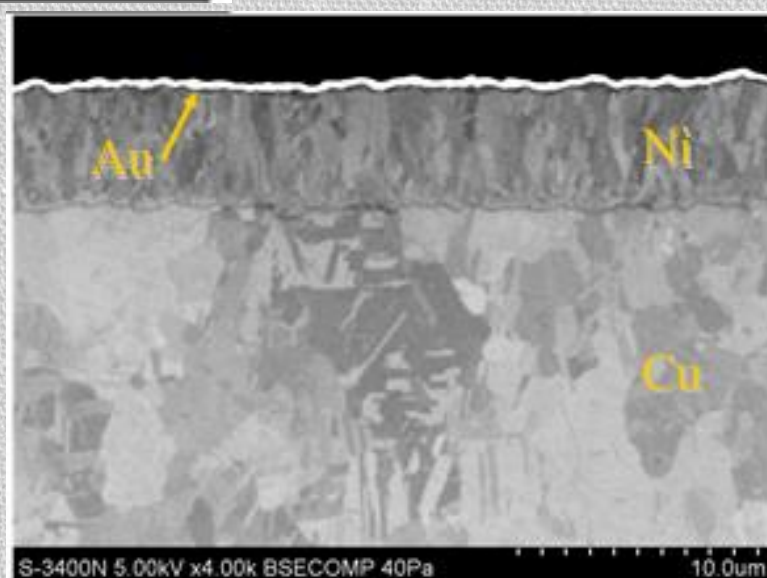
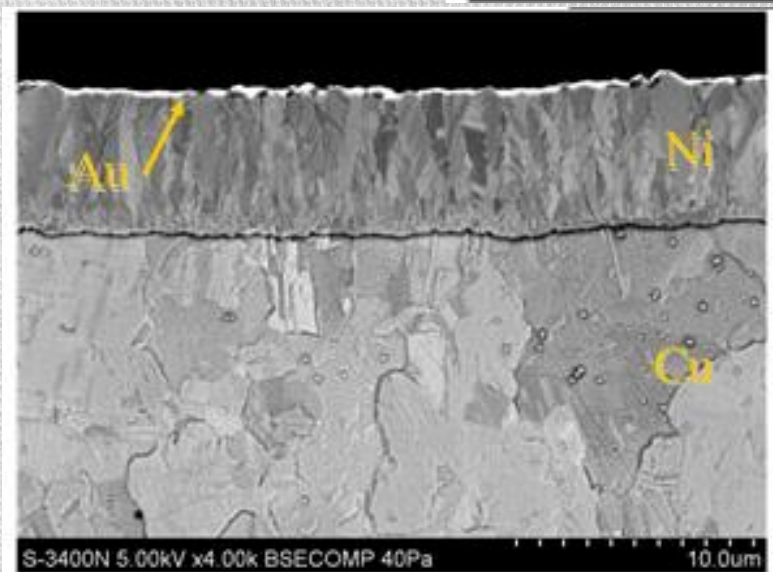
平面研磨 (Flat Milling)



离子束角度 30°

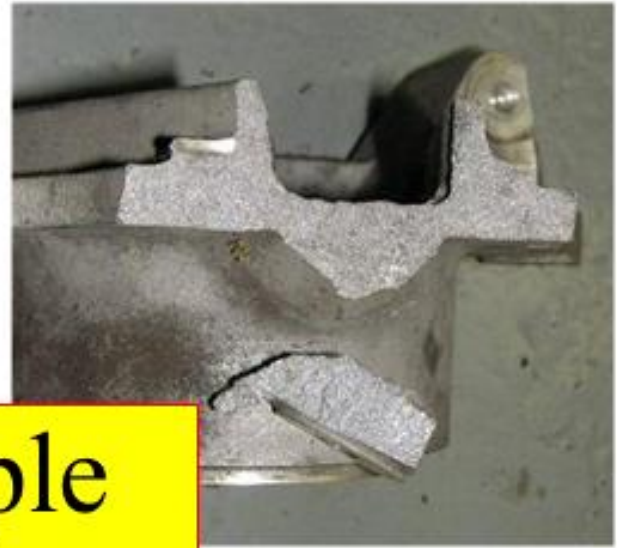


离子束角度 80°

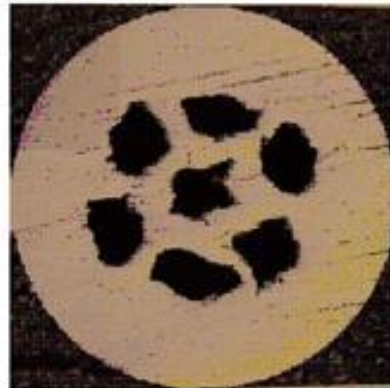


离子研磨技术及应用

平面研磨 (Flat Milling) - 金属样品

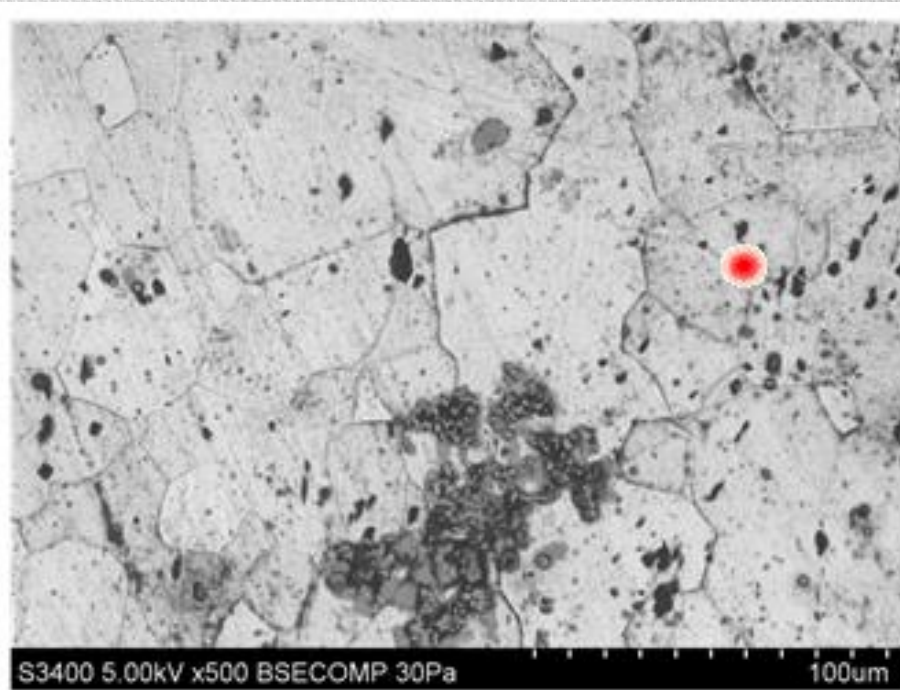


Metal Sample

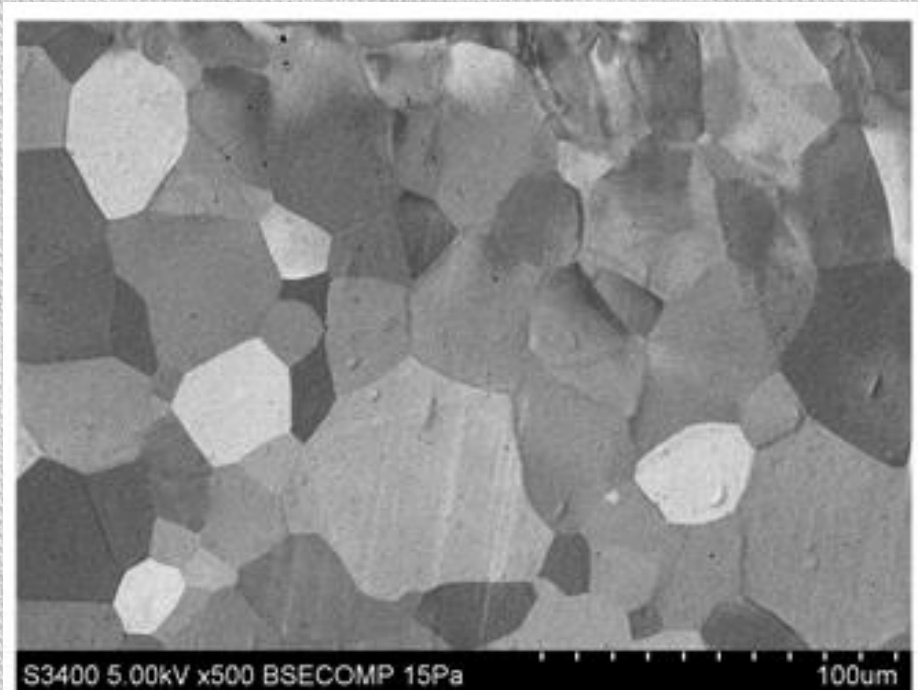


离子研磨技术及应用

平面研磨 (Flat Milling) - 金属样品



After mechanical polishing



After ion milling

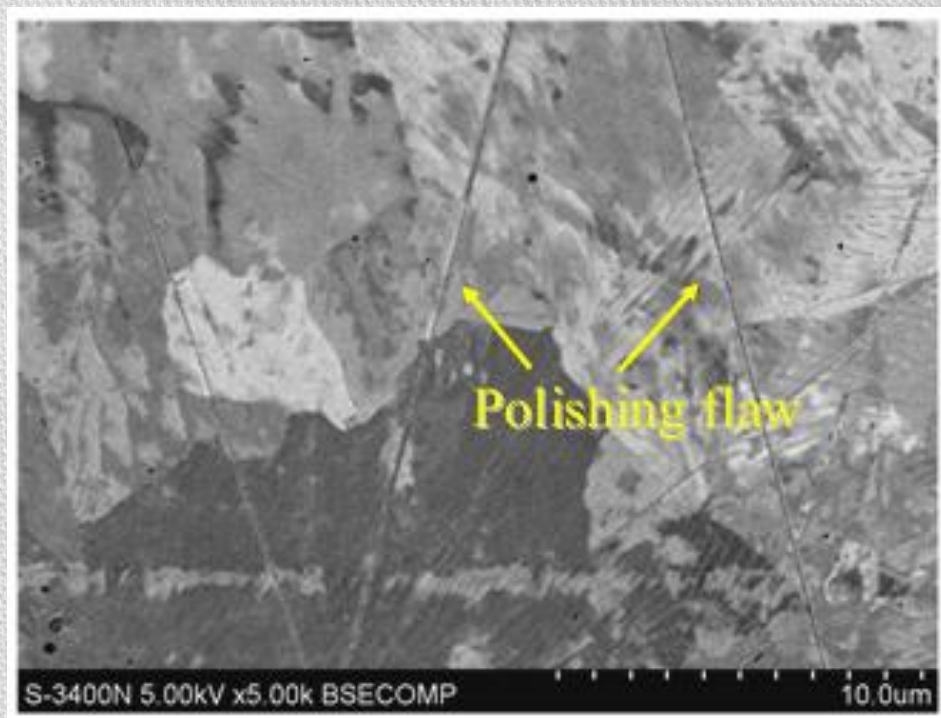
钢铁表面，去除污染、抛光表面使晶相更明显

观察条件：5kV，BSE，低真空

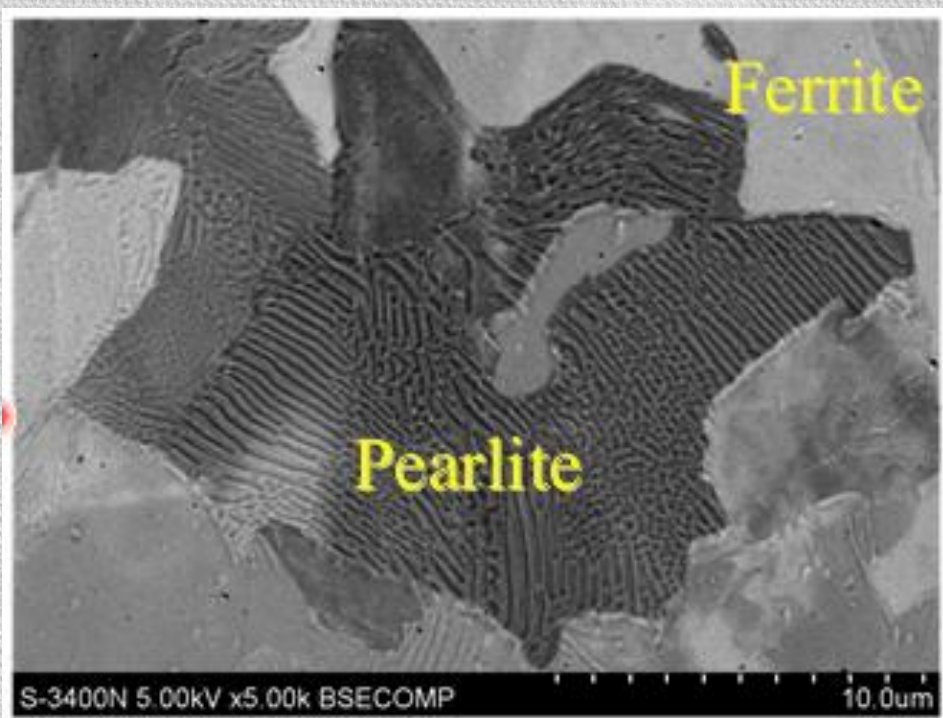
研磨条件：离子束角度为 80° ，15min

离子研磨技术及应用

平面研磨 (Flat Milling) - 金属样品



机械抛光



机械抛光+离子研磨

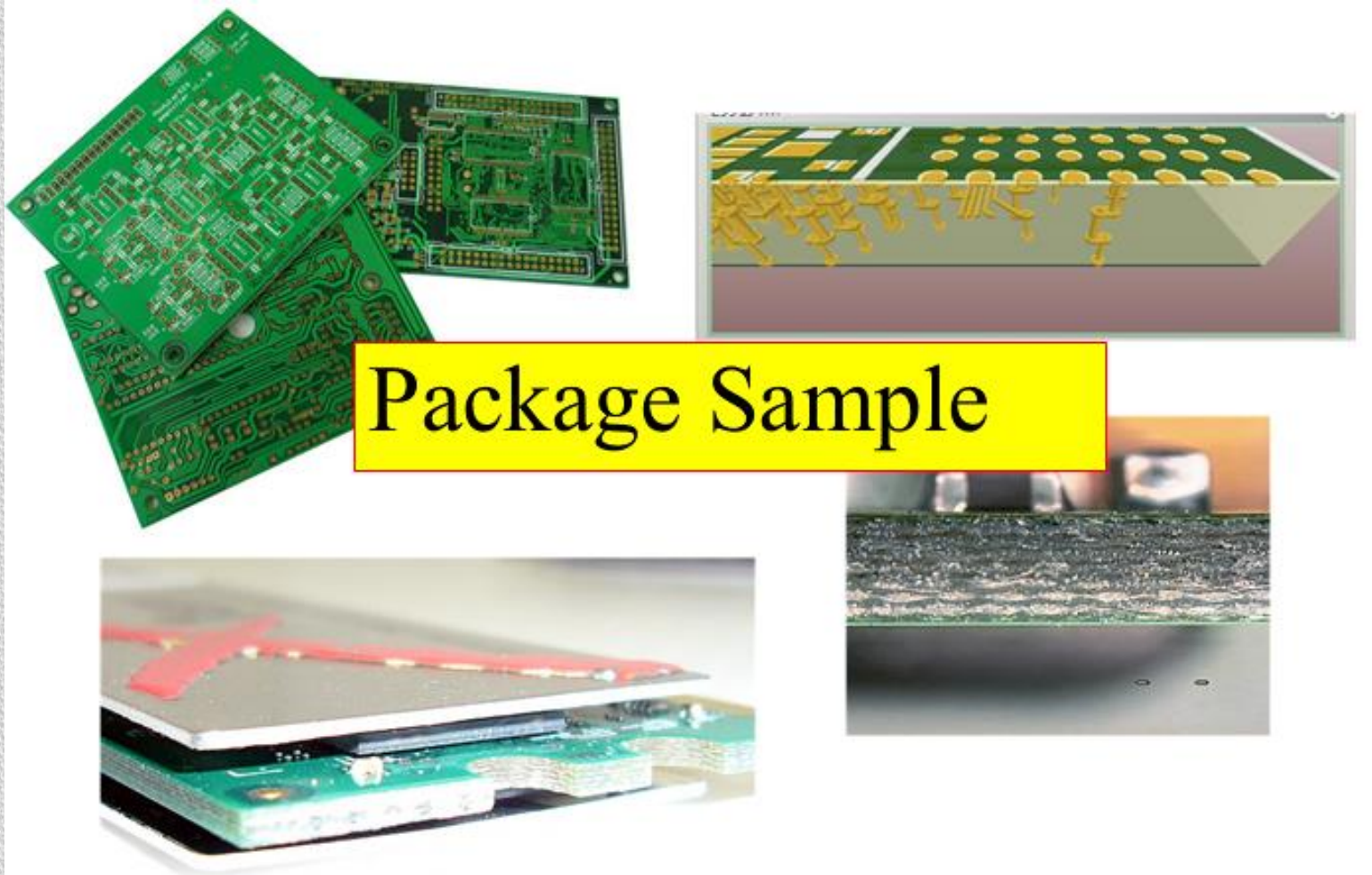
铬钼钢

观察条件: 5kV, BSE, 高真空

研磨条件: 离子束角度为 30° , 10min

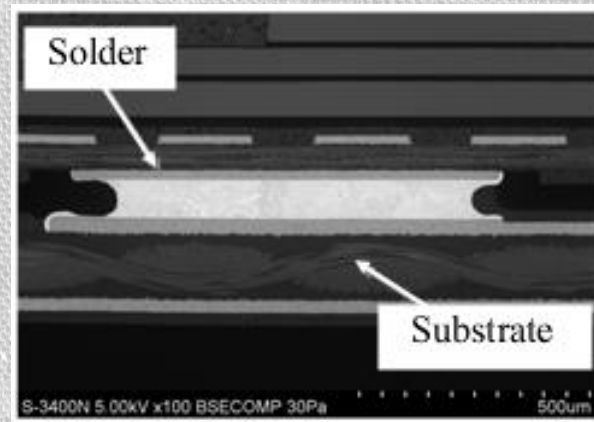
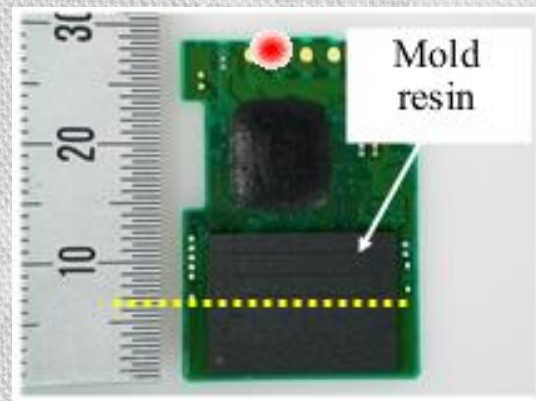
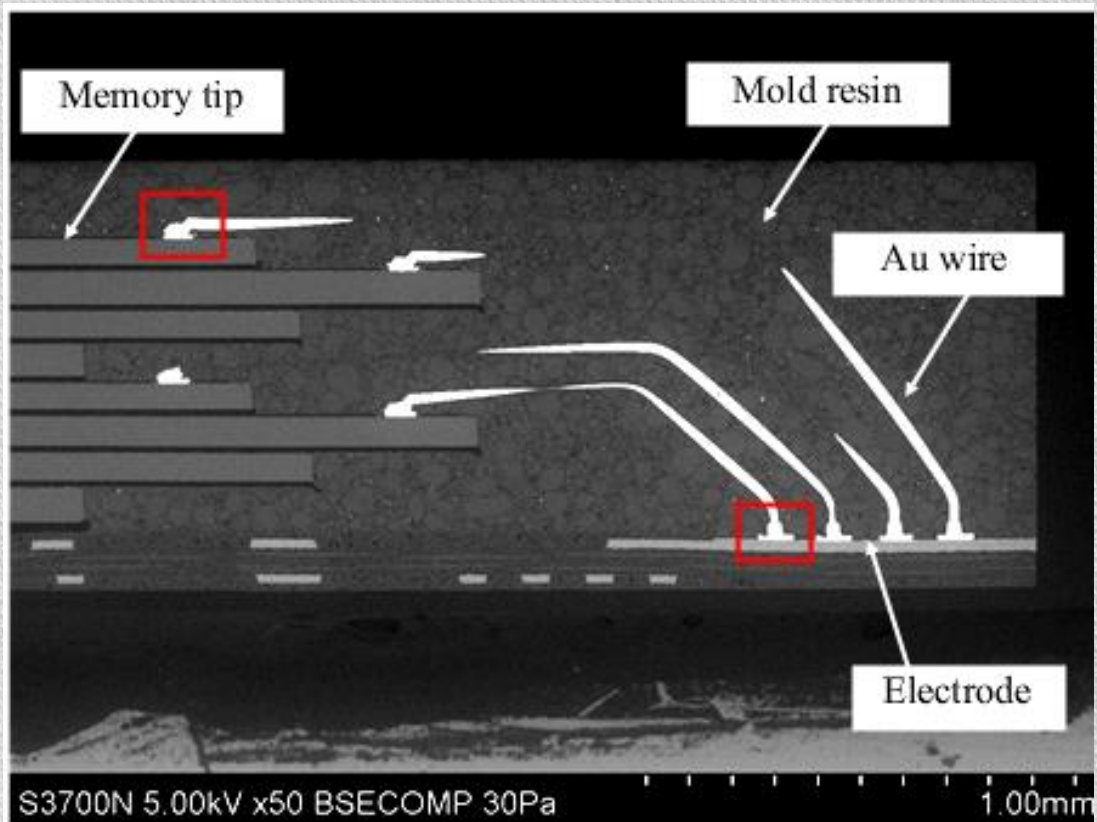
离子研磨技术及应用

平面研磨 (Flat Milling) - 封装样品



离子研磨技术及应用

平面研磨 (Flat Milling) -SD卡



多层封装

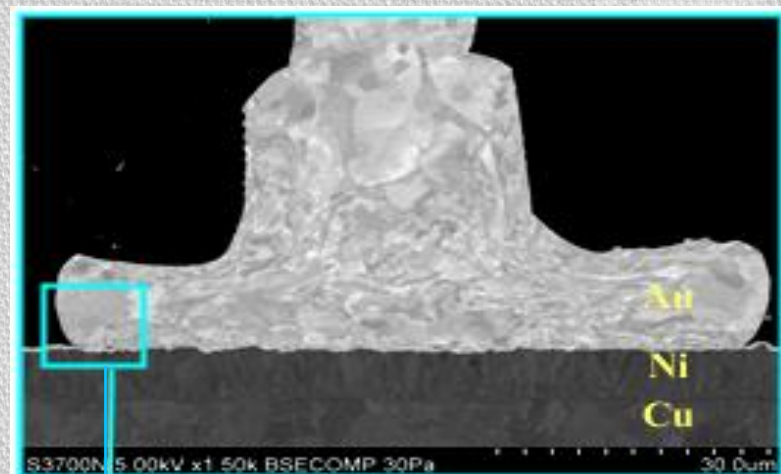
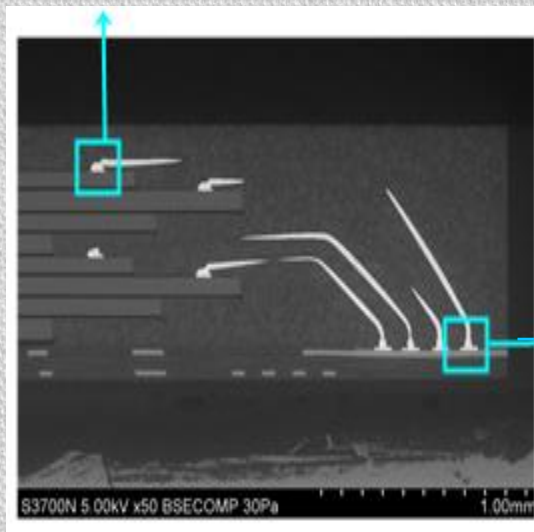
观察条件：5kV，BSE，未镀膜，低真空

研磨条件：离子束角度为 80° ，5min

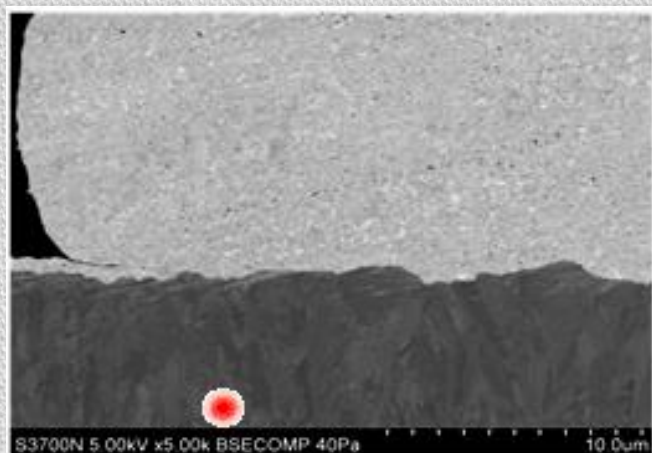
离子研磨技术及应用

平面研磨 (Flat Milling) -SD卡

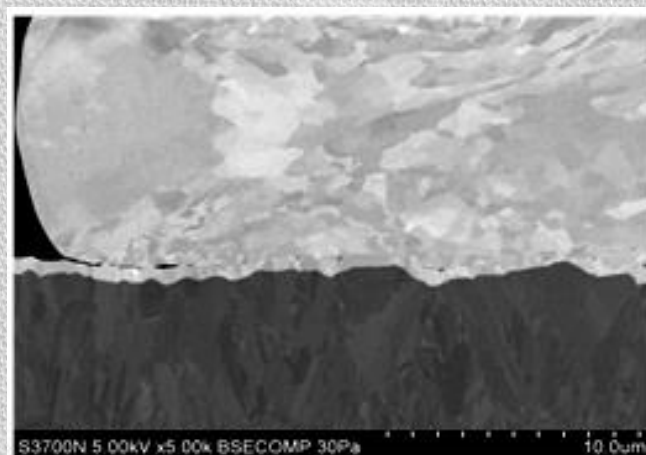
Au键合-A



Au键合-B



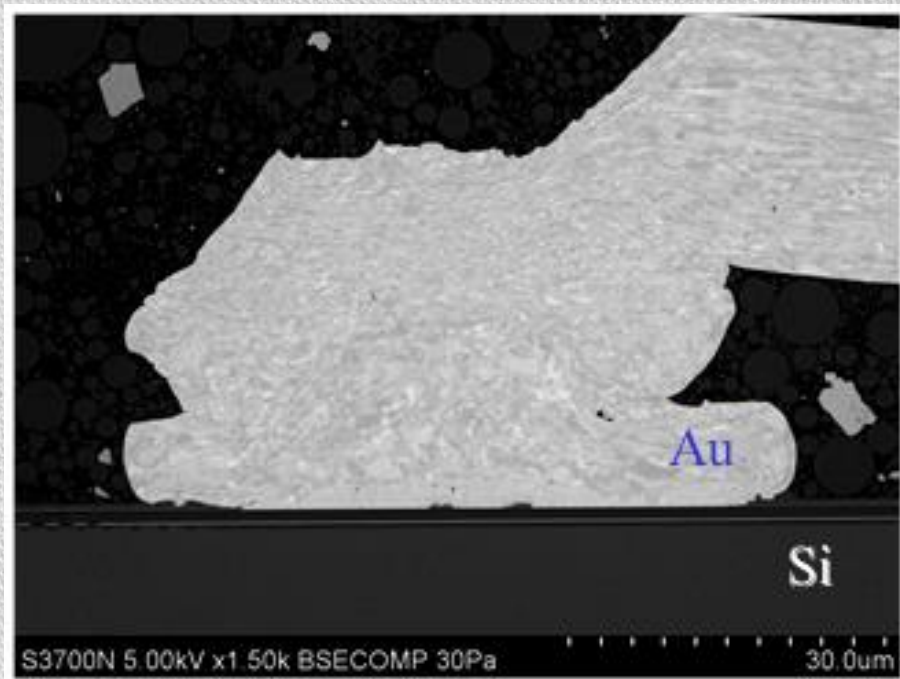
机械抛光



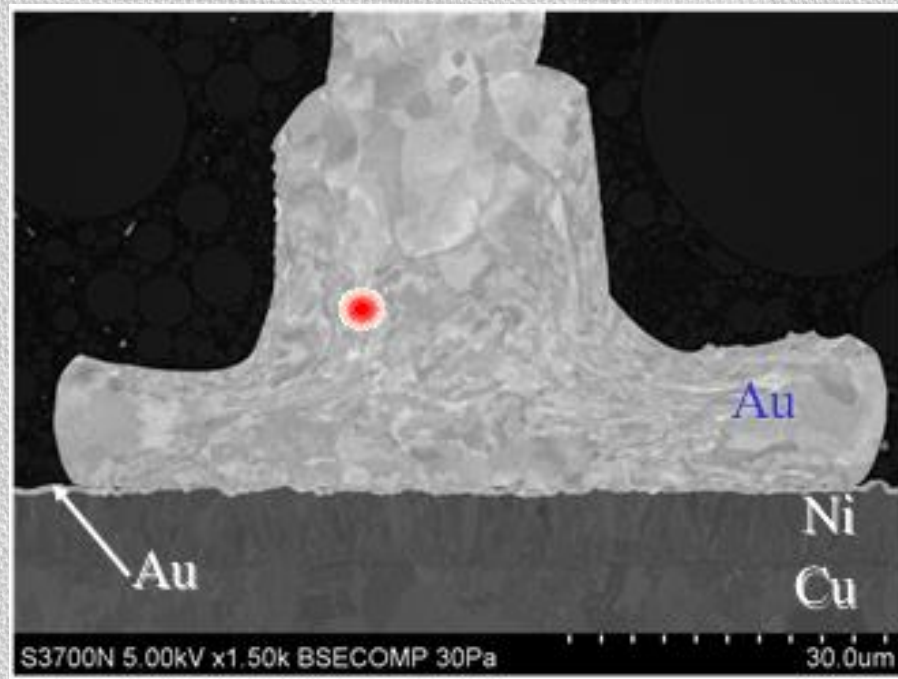
离子研磨

离子研磨技术及应用

平面研磨 (Flat Milling) -SD卡



Au键合-A



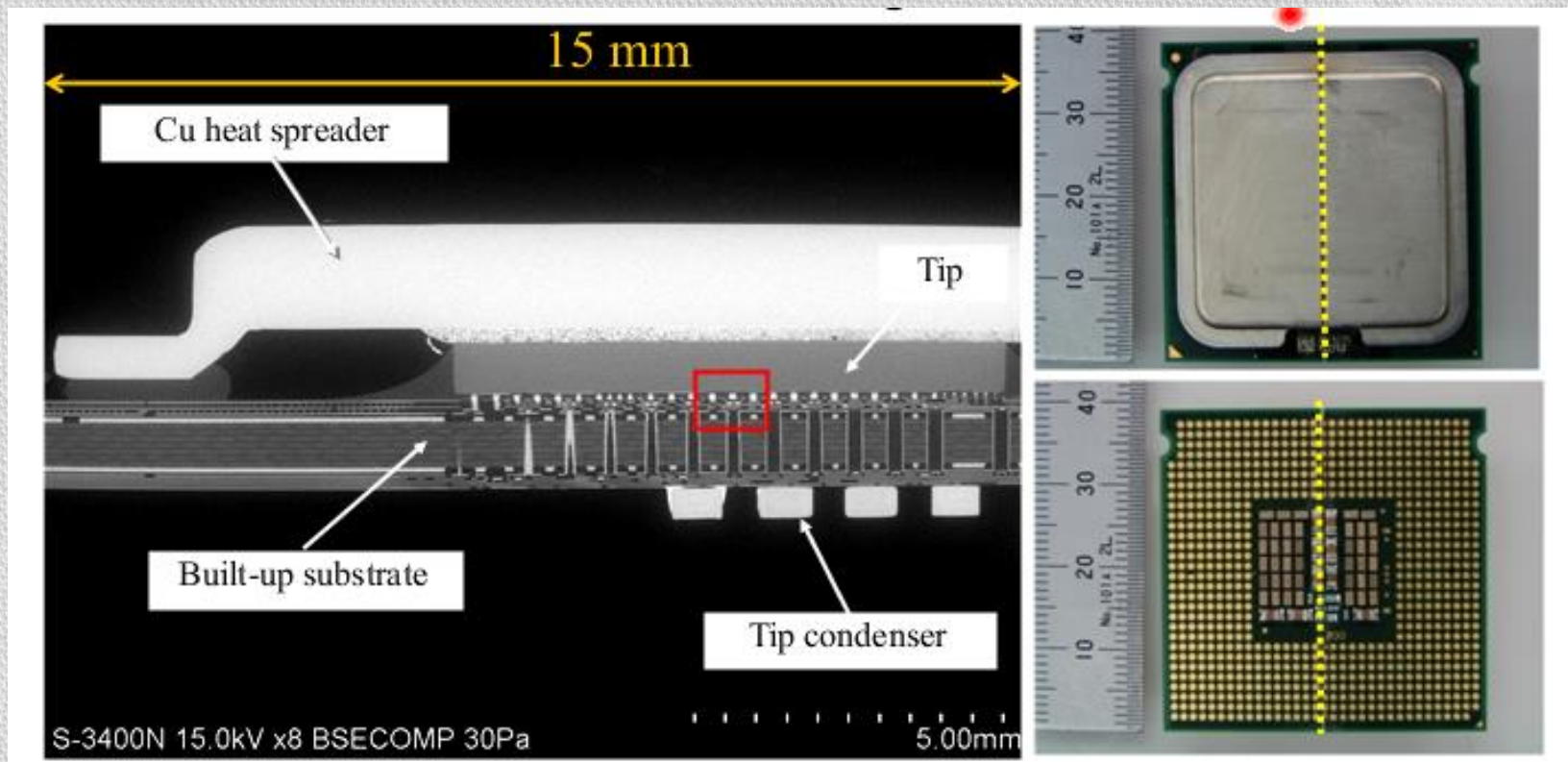
Au键合-B

观察条件: 5kV, BSE, 未镀膜, 低真空

研磨条件: 离子束角度为 80° , 5min

离子研磨技术及应用

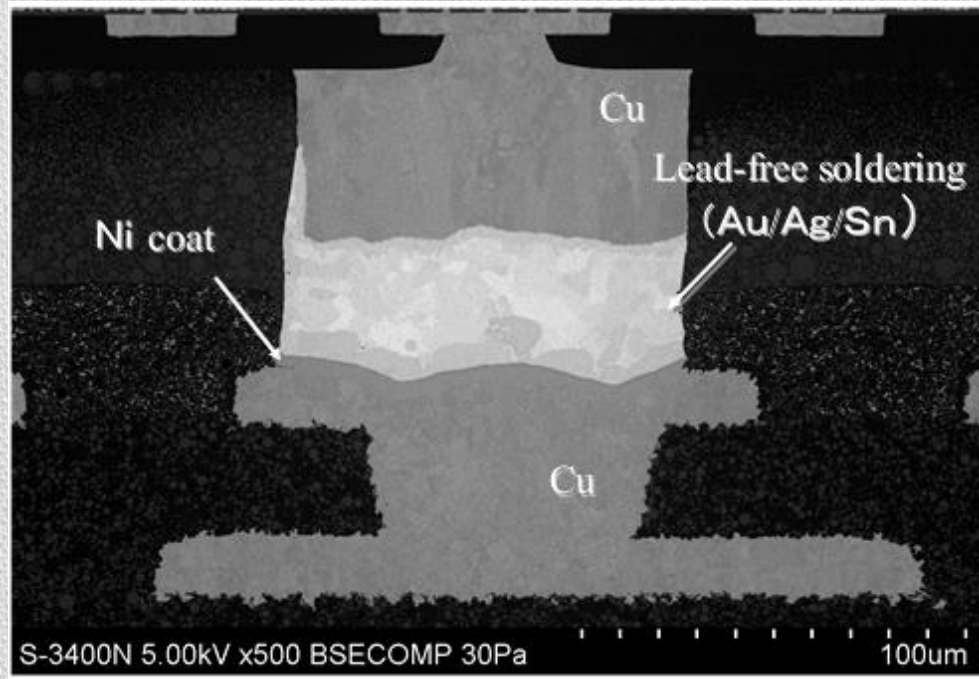
平面研磨 (Flat Milling) - 微处理器 (Central Processing Unit)



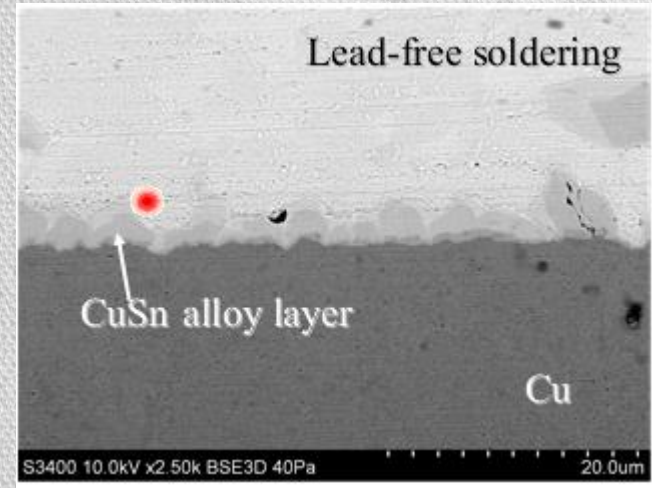
观察条件：15kV，BSE，未镀膜，低真空
研磨条件：离子束角度为 80° ，5min

离子研磨技术及应用

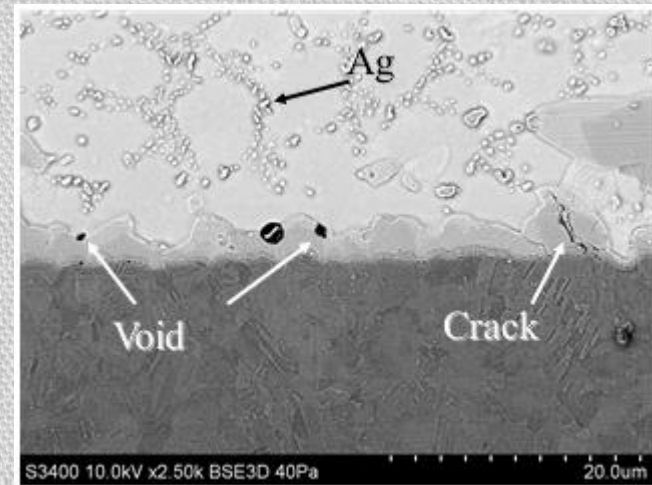
平面研磨 (Flat Milling) - 微处理器 (Central Processing Unit)



观察条件: 5kV, BSE, 未镀膜, 低真空
研磨条件: 离子束角度为 80° , 5min



机械抛光

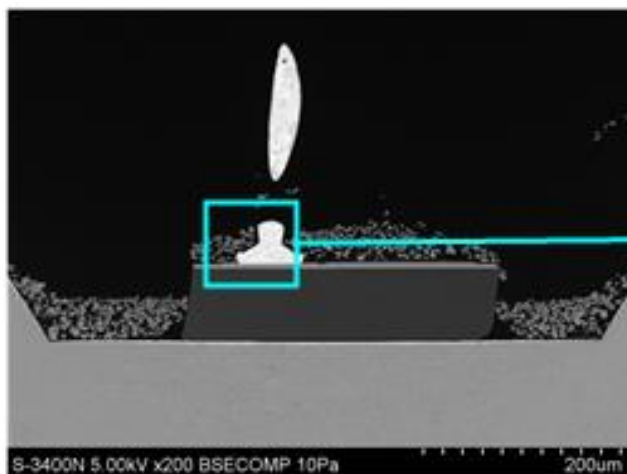


机械抛光+离子研磨

观察条件: 10kV, BSE, 未镀膜, 低真空
研磨条件: 离子束角度为 30° , 3min

离子研磨技术及应用

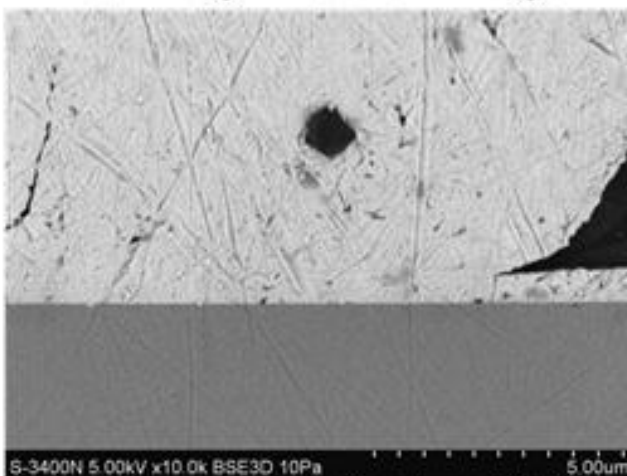
平面研磨 (Flat Milling) -LED



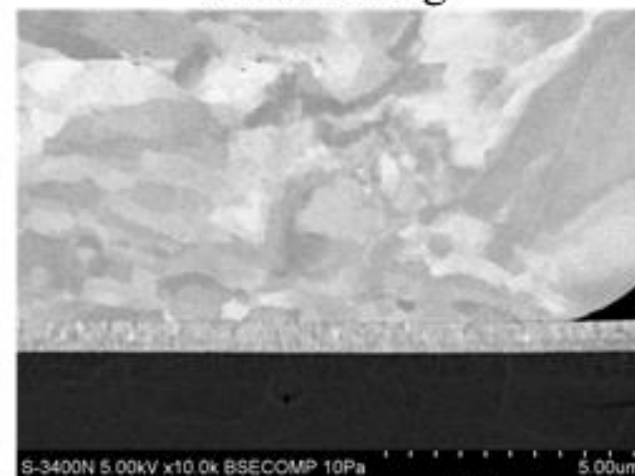
Low magnification image



Au bonding



(a) After mechanical polishing



(b) After Ion milling

Magnification: 2.5kx

参考资料：日立资深应用工程师罗琴题目为“扫描电镜的前处理应用介绍----教你如何制备扫描电镜样品”的课件