



“X-Positioner 光电联用”在 FIB 加工及 TEM 样品制备中的应用

双束电镜系统 (FIB-SEM) 是一个集 FIB 加工、SEM 成像、EDS/EBSD 分析等多种功能于一体的综合微纳加工分析平台, 应用领域非常广泛, 大量应用于材料科学、生命科学、地球科学及半导体领域。

双束电镜最多的应用之一就是在**定点区域进行高质量的切削加工和 TEM 样品制备**。利用双束电镜系统, 用户可以根据需要, 在特定的区域进行可控的样品制备, 这相对于传统的样品制备方法有了很大的进步。但是通常双束电镜在特定的区域进行样品加工或 TEM 样品制备时, 仍然是根据形貌图像来进行定位, 随着科研水平的不断提高, 仅通过形貌来进行定位已经越来越不能满足科研分析和加工应用的要求。

在实际的应用中, 很多用户需要在特定的取向, 或者相 (相界)、晶粒 (晶界)、应力部分、满足特定织构条件的区域进行样品的加工或 TEM 样品制备, 而这些应用要求, 如果采用传统的双束电镜依据形貌定位则难以实现。用户只能随机的进行多个区域的加工, 然后在 TEM 中进行倾转来满足一些分析需要。这样既费时费力, 也无法达到预期的效果。

而 TESCOAN 双束电镜系统标配了 “**X-Positioner 光电联用**” 软件模块, 可以非常轻松的解决这些问题。利用 X-Positioner 光电联用模块可以将电镜附件的 Mapping 数据, 如 EBSD/EDS 与电镜的 SEM、FIB 图像进行关联导航和图像叠加, 实现**特定区域的切削加工和 TEM 样品制备**。

此外, 对于 EBSD 数据、其它仪器 Mapping 数据或者设计图, 通过 X-Positioner 光电联用模块与 SEM、FIB 联用后, 还能够提供更多丰富的信息。用户可以根据自己的需要对这些数据加以



利用，进行更多特定要求的定点制备，如用 BS 图进行铁素体、马氏体、贝氏体的区分和制备；或对满足特定界面关系的区域（如 KS 关系、SN 关系）进行制备；对满足特定的施密特因子和泰勒因子区域进行制备；对满足特定织构关系的区域进行制备等等。

应用案例一：在特定的相或相界进行 TEM 样品制备

在金属材料中，存在很多形貌成分都近似的相，如钢铁中的马氏体、奥氏体、铁素体、贝氏体等，仅用形貌和 EDS 根本无法准确的进行区分，而通过 EBSD 则可以非常容易的将其区分。我们可以在样品上先进行一个区域的 EBSD 面扫描，得到 EBSD 的相分布图（如图 1）。

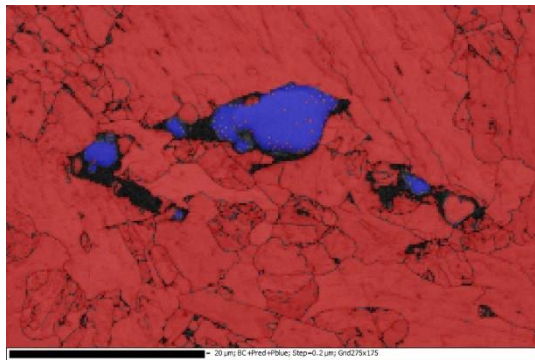


图 1. EBSD 相分布图。红色为 bcc 结构、蓝色为 fcc 的奥氏结构。

注意：在样品不倾转的时候，光学关联选择两个特征点即可，而 EBSD 通常倾转 70°、FIB 倾转 55°，为了避免误差，可以增加一个特征点，利用三个点进行定位更加准确。

然后利用软件中的“**X-Positioner 光电联用**”功能，将 EBSD 相分布图和 SEM 图像及 FIB 图像进行关联定位和叠加（如图 2）。



应用案例二：特定应力区域的 TEM 样品制备

在进行失效分析或者其它科学研究时，有时需要针对一些应力诱发区进行样品制备，同样，用传统的电镜图像无法进行定位和制备。而利用“X-Positioner 光电联用”，先用 EBSD 在一定的区域进行扫描，然后根据取向差做出应力分布图（如图 4），再将应力分布图和 SEM、FIB 图像利用三点定位实现叠加和导航（如图 5）。

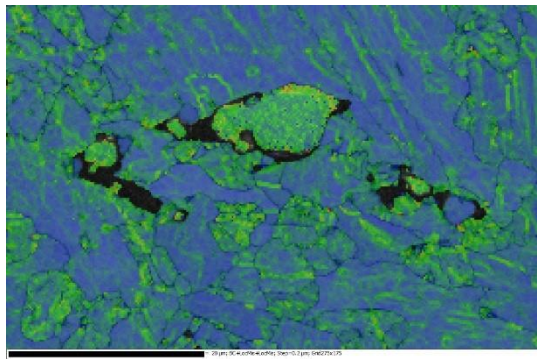


图 4. EBSD 应力分布图

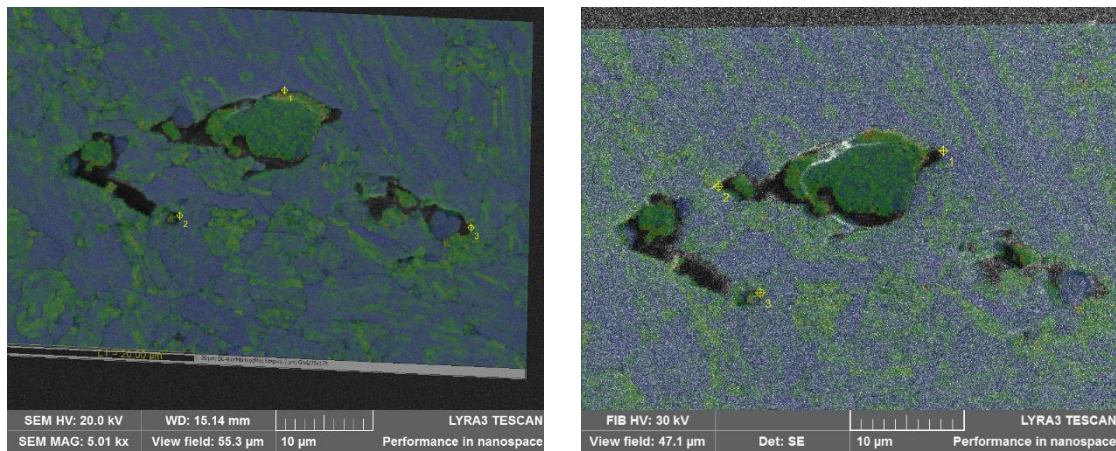


图 5. 将 EBSD 应力分布图和电子束图像（左）、离子束图像（右）进行关联和叠加

从而无论是在 SEM 图像上还是 FIB 图像上，用户都可以准确的看到不同区域的应力分布情



况。用户可根据自己的需要，在 FIB 加工软件中对应力集中区域进行 TEM 样品制备（如图 6）。

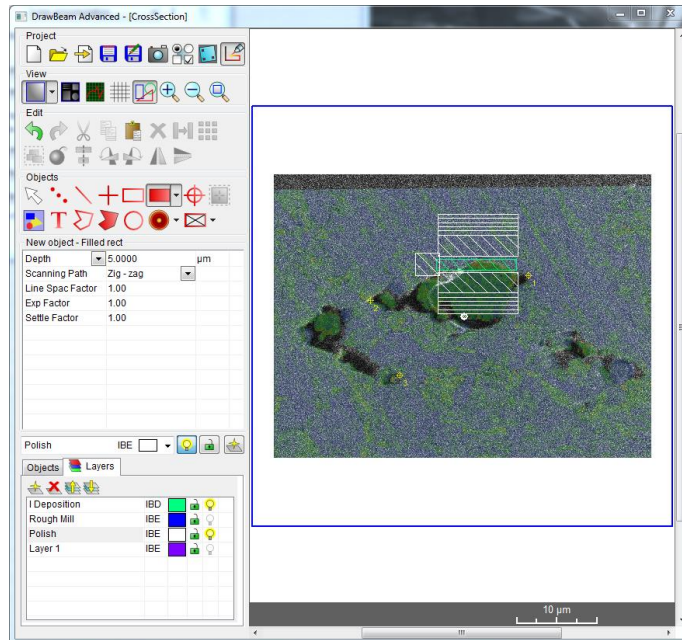


图 6. 在 FIB 软件中对应力集中区域进行 TEM 样品制备

应用案例三：特殊晶界（晶粒）、取向关系的 TEM 样品制备

有时候需要用 TEM 对特定晶界（晶粒），或者满足特定取向关系的地方（如 SN、KS 关系）进行研究，这要求在 TEM 样品制备时就能切割到需要的晶界，而用 SEM 和 FIB 图像观察也无法找到所需要的位置。此时，依然可以利用 EBSD 对样品进行一个小范围内的面扫描，然后做出需要的晶界分布图（如图 7），再将晶界分布图和 SEM、FIB 图像进行三点定位，实现关联和图层混合叠加（如图 8）。

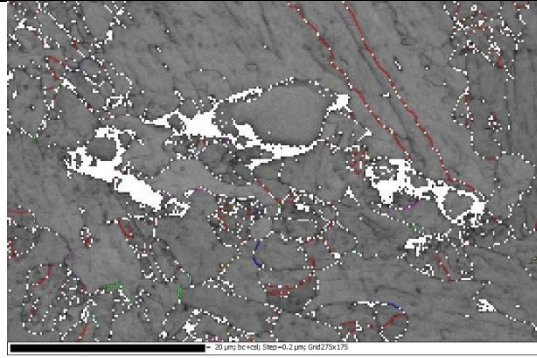


图 7. EBSD CSL 重合点阵分布图，红色为Σ3 晶界

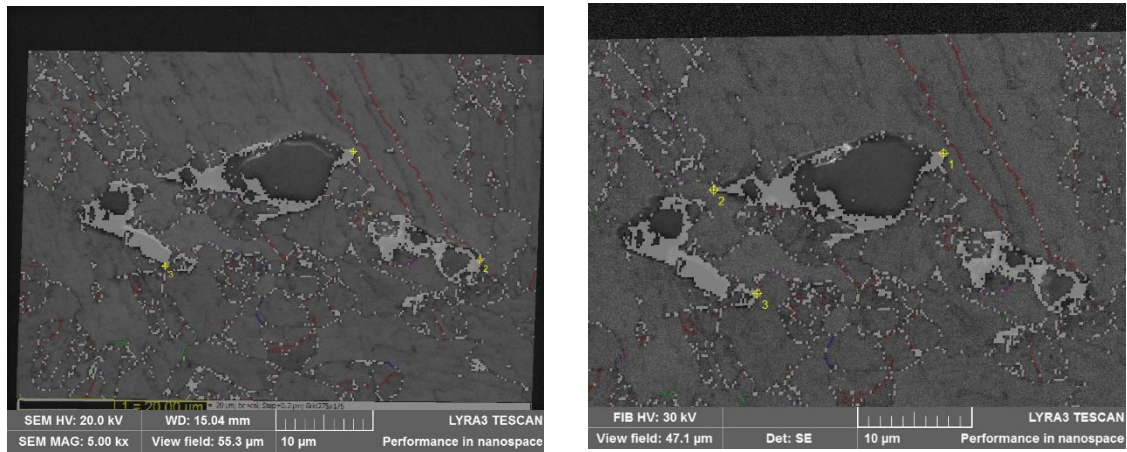


图 8. 将 EBSD 特殊晶界分布图和 SEM 图像（左）、FIB 图像（右）进行关联叠加

此时，我们可以看到，无论在 SEM 图像还是 FIB 图像上，都能非常清楚地看到各种晶界的分布，用户可以根据自己的需要，对所需的晶界进行非常精确的 TEM 样品制备（如图 9）。

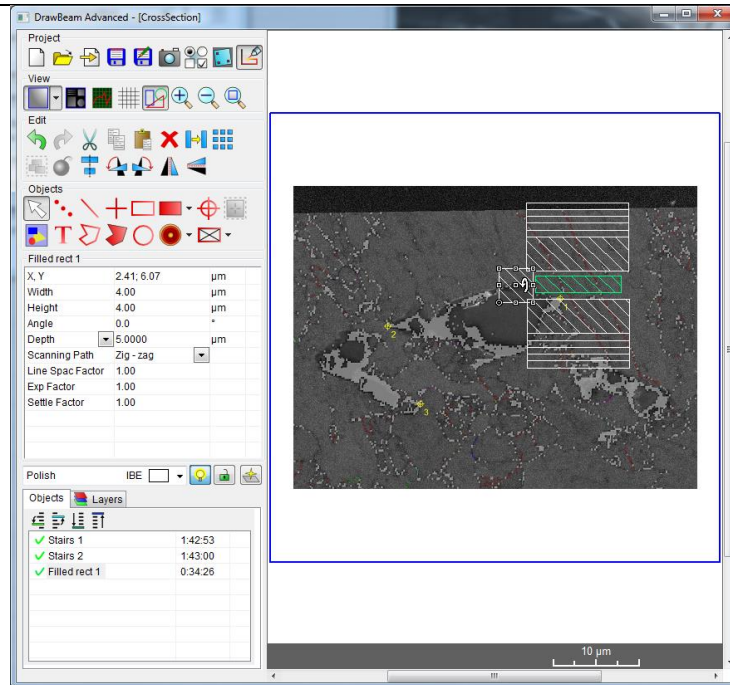


图 9. 在 FIB 软件中对 $\Sigma 3$ 晶界进行 TEM 样品制备

应用案例四：在特定取向位置进行 FIB 加工

由于材料性能和晶体取向有着密切的关系，因此越来越多的研究者在使用双束进行微区加工时，希望能对取向和微区加工之间的一些特性关系做一定的研究。而利用传统双束电镜无法获得取向信息，使得此类研究工作的开展非常困难。

而 TESCAN 双束电镜系统标配“X-Positioner 光电联用”软件模块，可以通过 EBSD 扫描一张 Z 方向（或其它方向）取向分布图（如图 10），然后利用该软件功能通过三点定位将取向分布图和 SEM、FIB 图像进行关联和叠加（如图 11）。

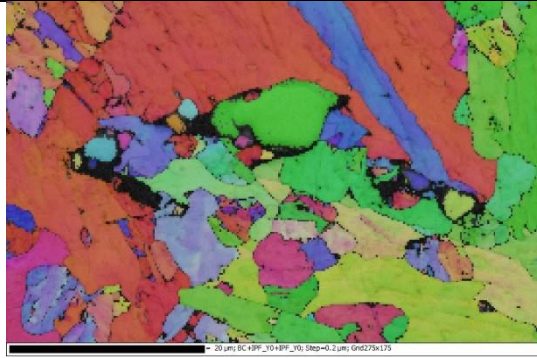


图 10. EBSD IPF Z 取向分布图

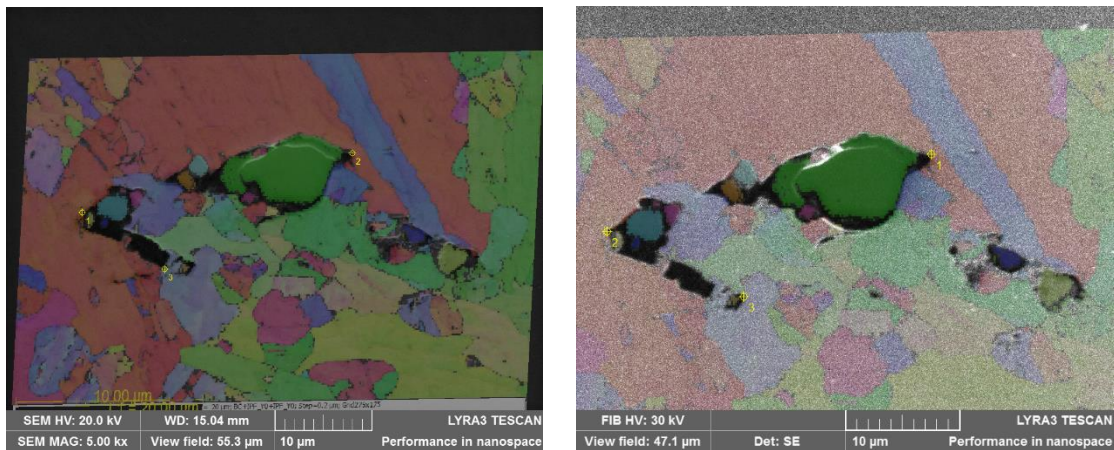


图 11. 将 EBSD Z 取向分布图和 SEM 图像（左）、FIB 图像（右）进行关联叠加

此时，我们便可以通过 EBSD 取向分布图的颜色知晓各个区域的取向信息，用户可以根据需要在不同的取向位置进行试样的加工，及其它特性和取向关系的研究。如图 12，在 100、110、111 取向制备柱状物，便于再后期进行三个不同取向的力学性能测试。

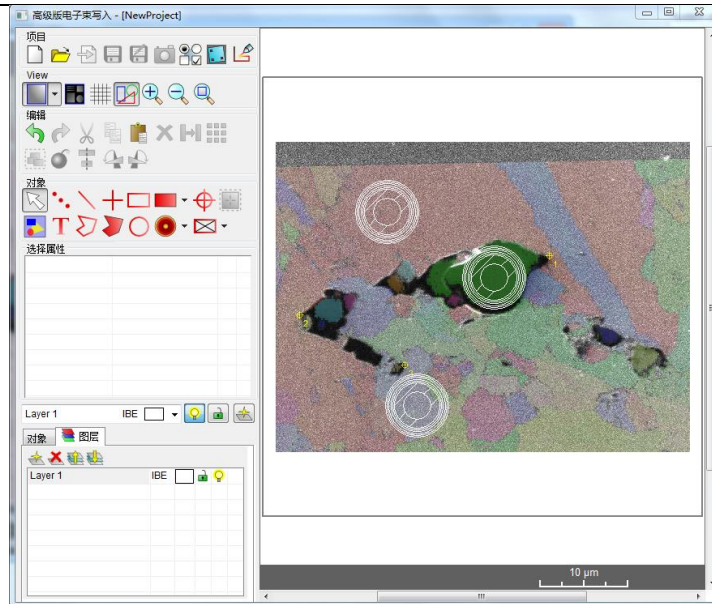


图 12. 在 FIB 软件中对 100、110、111 取向进行柱状样品加工

应用案例五：特定取向的 TEM 样品制备

在 TEM 研究中，往往需要特定取向的衍射花样图，如果样品的取向不正，则需要利用双倾台的转动来实现，其过程较为复杂，且不一定能找到合适的区域。而标配“X-Positioner 光电联用”软件模块的 TESCAN 双束电镜却可以非常轻松地完成所需取向的 TEM 样品制备。

比如，用户需要切出具有 112 取向的 TEM 样品。可以先在样品表面进行一定面积的 EBSD 面扫描，然后做出该区域的 112 极图（如图 13）。由于 TEM 样品提取的方向和 Z 轴垂直，因此 112 极图上大圆的位置都是满足 112 取向的区域。我们选取红圈位置作为待制备的区域，但是该位置不在 Y 轴上，用软件测量工具发现该区域与 Y 轴具有 6.5 度的偏差。

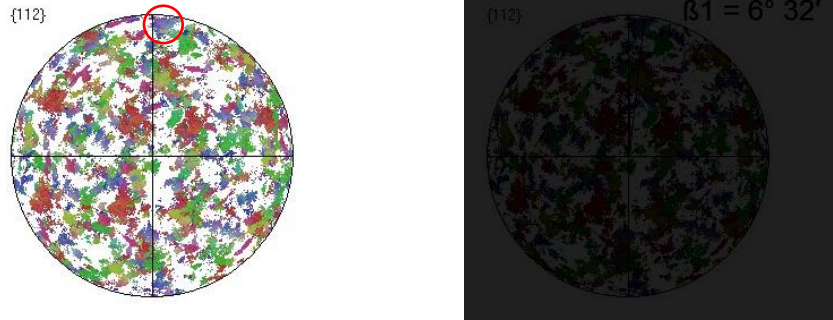


图 13. EBSD {112} 极图

然后，做出选取区域的子集和该取向关系的分布图（如图 14），并利用三点定位将该取向分布图与 SEM、FIB 图像进行关联和叠加（如图 15）。

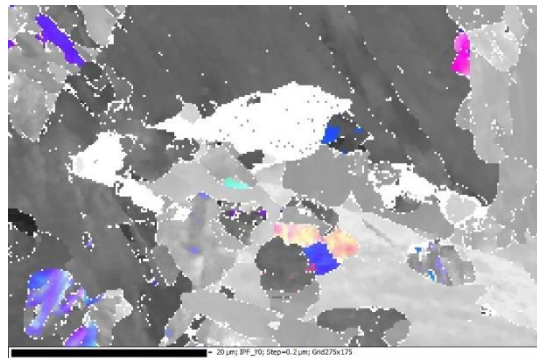


图 14. 满足 TEM 样品为 112 取向的位置分布

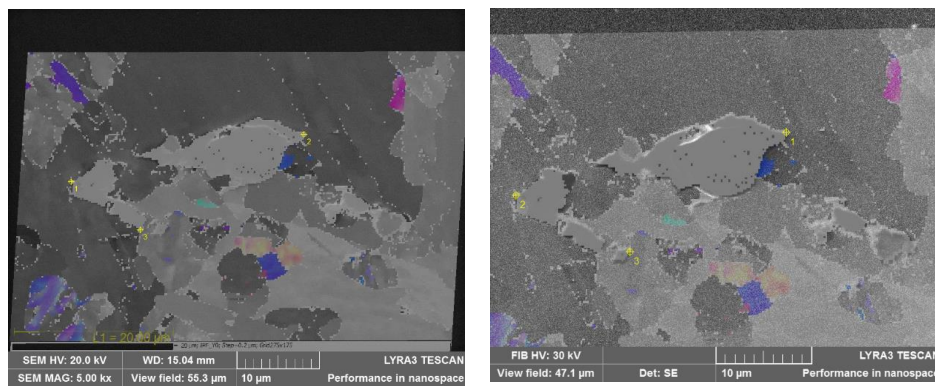


图 15. 将满足 TEM 样品取向区域分布图和 SEM 图像（左）、FIB 图像（右）进行关联叠加



此时，无论在 SEM 还是 FIB 图像上，都可以非常清楚的看到切出来的 TEM 样品满足 112 取向的区域。由于前面已经得到这些区域与 Y 轴有 6.5 度的夹角，因此在进行 FIB 定位切割的时候，不能平行于 X 轴进行切割，而是要旋转 6.5 度（如图 16），这样制备出来的 TEM 样品才是非常精准的 112 取向。将制备好的 TEM 样品放入 TEM 中分析时，则不需要经过寻找和转动，就能得到所需的取向衍射花样。

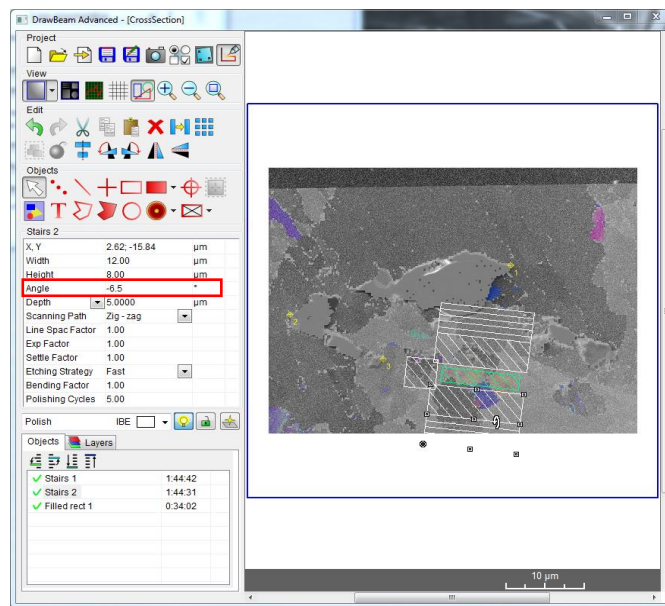


图 16. 在 FIB 软件中对满足 TEM 样品为 112 取向的区域进行加工制备

标配了“X-Positioner 光学联用”软件模块的双束电镜系统，可以将各种光学照片、设计图、或其它仪器的 mapping 数据图（尤其 EBSD 数据）与 SEM、FIB 图像同时进行精准的关联和叠加，可以非常直观、快速、精准无误的对各种所需的区域进行标记，进而实现各种复杂应用。

TESCAN 独特的“X-Positioner 光学联用”功能无论是对普通的 SEM 还是 FIB，都是一款功能极为强大的工具。更多的应用等您一起来发现！