|  |
| --- |
| 中国科学院苏州纳米技术与纳米仿生研究纳米真空互联实验站 |
| **技 术 文 件** | 程序文件号：Q/SN-NX1-G003-B10-3-04 |
| 第 1 页 共 页 |
| 版本：A 第 0 次修订 |
| 文件名称 | 聚焦离子束设备基本操作流程/工艺包 | 发布日期： 年 月 日 |
| 编写： 审核： 批准： |
| **聚焦离子束测试注意事项**1. 样品请自行制备，操作人员不负责试样制备。未有操作资质者，如需独立测试，请先申请培训。如需委托制样，请事先联系确认。
2. 为减少仪器不必要的污染，本测试设备对于检验样品的限制如下：
	1. 待测样品应该具有适当、足够的机械强度，以避免在进出电镜、或在检测的操作过程中，发生剥落、碎裂的状况。
	2. 低熔点的材料如：铟、锡等，会产生相变及蒸镀效应，请勿使用。测试过程中如发现蒸镀现象，请立即停止测试。
	3. 在电子束照射下会分解或释出气体之样品，如一些有机物、高分子等，可能会影响真空、造成污染，请先确认安全后再使用，否则请慎用。
	4. 具强磁性、磁性或易被电磁透镜吸引的粉末型式样品或材料，请勿使用。
	5. 未经正确处理或充分干燥的粉末样品，请勿使用。
	6. 粉末样品制备方法：将粉样撒在样品台导电胶上，用手指轻弹样品台四周，铺平一层，侧置样品台，把多余粉料抖掉；用纸边轻刮、轻压粉料面，使粉料与胶面贴实；用吸耳球从不同方向吹拂粉料，使粉料牢固、均匀地粘在导电胶上。
3. 样品特性，务必诚实申报。如果发现申报不实造成仪器污染或损坏时，所属单位或指导老师须负责赔偿并暂停仪器之使用权。

**一、样品制备*** + 1. 首先确定待测样品导电性能，如果样品导电性能不佳（如石英，蓝宝石），建议喷金，金属厚度根据材料导电性确定。必要时样品需双面喷金或带样品托喷金。
		2. **制样过程必须带手套**！使用双面铜胶带或者碳胶带将样品粘在电镜圆托上，样品不要超出样品托范围；导电性不佳的样品可使用单面铜胶带将样品表面与样品托相连接。

**二、安装样品**1. 查看电镜腔体真空状态，压强应小于5e-3 Pa。
2. 确认“Beam Control”选项卡下的已关闭（图1），按钮呈灰色。
3. 点击“Beam Control”选项卡下的，并选择“Yes”，开始放气，放气时间约3分钟。当软件右下角图标“D:\SEM\1.JPG”由绿色变成灰色后，方可以拉开样品腔舱门。
4. 左手握门把，右手扶门框，缓慢打开腔门。腔门应尽管保持关闭状态。

 D:\SEM\10.JPG D:\SEM\IMG_9895.JPG图1. “Beam Control”选项卡 图2. 放样品1. 戴好手套，用夹具将样品托插入样品台上的孔内（图2），孔边带有“screw”字样的孔需用内六角螺丝刀固定。（图3）。

 D:\SEM\IMG_9896.JPG D:\SEM\IMG_9910.JPG图3. 拧紧螺丝 图4. 注意样品高度1. 关闭样品腔舱门前，检查样品高度是否会撞到探头极靴（图4）。
2. 关闭腔门，右手推紧腔门，左手点击软件界面“Pump”，待腔门吸紧（约10 秒）方可松手。

**三、样品扫图**1. 确认当“Chamber Pressure”小于5e-3 Pa时（图5），点击开电子束，按钮呈黄色。

D:\SEM\1.JPG 图5. 真空度示数1. 在样品表面聚焦并Link，按组合键Ctrl+Shift+Z，拍摄导航图片。
2. 调整工作距离。将样品台上升到工作距离为7mm，用“Xt Align”调整样品旋转方向。
3. 找共轴点。在样品表面找到一特征点，找到电子束与离子束的共轴点。（具体操作见附件1）
4. 表面沉积C和Pt。根据需要可用电子束或离子束在样品表面沉积C和Pt，沉积时选取的束流种类应与样品表面垂直。（具体操作见附件2）
5. 样品截面切割及观察。
	* + 1. 离子束切换为较小的束流（通常为100pa），调整图像使其清晰，在样品表面确定需要切割的位置。
			2. 在Patterning Control 面板或菜单栏（如上图）中选择“Regular Cross Section Pattern” ，在样品上画出要切割的图形。在Application栏中选择“Si”。在下方XYZ栏中确定要切割的大小及深度。注意：如果需要观察很深的位置，Y值不可过小，否则电子束难以到达样品深处。通常Y值至少要达到Z值的1.3倍（为提高信号接收效率，最好达到2倍以上）

 * + - 1. 切换为较大的电流，调整并刷新图像，点击开始按钮，开始切割。
			2. 完成切割后切换为较小的电流进行细切，此时切割图形选择为“Cleaning Cross Section Pattern” 。确定好图形的位置，点击
			3. 完成切割过程后可打开电子束观察截面，此时可调整电子束的聚焦、像散等各项参数以获得最佳图像。
			4. 切割过程中也可按暂停按钮暂停切割，然后调整图像。切割过程中可按键盘上的“F4”键，随时用电子束观察截面切割情况，也可按“Ctrl+F4”刷新离子束图像观察切割进度
			5. 注意：切割过程中如果需要改变电子束/离子束图像在窗口中显示的位置，不可双击鼠标左键，否则样品台会移动。可用Beam Shift来进行调整（如下图）。如果超出Beam Shift调整范围不得不移动样品台，移动后需要再次重新在电子束和离子束下分别确定要切割的位置。
1. 如果在离子束切割过程中，图像发生漂移，需要使用离子束漂移抑制功能。（具体操作见附件3）
2. 命名及存图
3. 命名规则为“测试日期－测试样品名称或简称－样品编号（自定）\_图号”，例如：在2016年12月12日测试的样品，命名如下： 20161212-Au-1\_001。
4. 数据存储在“D:\users\课题组负责人\送样人\测试日期”目录下。例如：D:\users\Nano-X\liutong\2016-12-12\
5. 工作完毕后请将电子束及离子束分别关闭，样品台回到0度状态下。如样品需在样品室中放置，请手动降低样品台高度，使其与透镜下边缘距离15mm以上，以免发生意外。关闭电子束和离子束，冻结正在运行的窗口。

**四、取样品**重复放样品步骤1～45、 戴好手套，用内六角螺丝刀将样品托下面的螺丝拧松，并用夹具将样品托取出。6、 关闭腔门，右手推紧腔门，左手点击软件界面“Pump”，待腔门吸紧（约10 秒）便可松开右手。7、 填写实验记录：按照实验记录本上的要求填写具体内容，包括：测试日期，时间，样品名称，送样人，付费人、测试人等。 |