

文件编号: WU-ISCMS-QM 20243279

版本号: V2.0

受控状态:

分发号:

分子科学公共实验平台

质量管理文件

飞行时间二次离子质谱 PHI Nano-TOF3 标准操作规程

2023 年 11 月 30 日发布

年 月 日实施

分子科学公共实验平台 发布

目 录

1. 目的	1
2. 范围	1
3. 职责	1
4. 质谱实验室安全管理规范	2
4.1. 进入或离开实验室规定	2
4.2. 实验操作规定	2
4.3. 气瓶使用规定	3
5. 质谱实验室仪器设备管理规范	3
5.1. 飞行时间二次离子质谱仪预约与使用	3
5.2. 预约制度	4
5.3. 培训考核制度	5
6. 实验内容	5
6.1. 实验前准备	5
6.2. 仪器主机组成	6
6.3. 登录基理系统	7
6.4. Smartsoft TOF 软件介绍	7
6.5. 样品制备	9
6.5.1 背放式样品托 (Back-Mount) 制样	9
6.5.2 正放式样品托 (Top-Mount) 制样	10
6.6. 进样与传样	11
6.7. 日常开机	13
6.8. 开启 Bi 源 (LMIG)	14
6.9. 分析准备	14
6.9.1. 样品台移动与样品定位	14
6.9.2. 样品粗略定位	15
6.10. 测试采谱	16
6.10.1. 质谱分析与成像分析	16
6.10.2 确认分析位置	17
6.10.3 采集数据	18

6.11.	深度剖析	18
6.11.1	Ar 枪深度剖析	18
6.11.2	Cs 枪深度剖析	20
6.11.3	GCIB 深度剖析	21
7.	数据处理	22
8.	实验结束处理	22
9.	相关/支撑性文件	22
10.	实验记录	23
11.	其他附件	23

分子科学公共实验平台

1. 目的

建立飞行时间二次离子质谱 (PHI Nano-TOF3) 的使用操作规程, 使其被正确、规范地使用。

2. 范围

本规程适用于所有使用飞行时间二次离子质谱仪的用户。

3. 职责

3.1. 用户: 严格按本程序操作, 发现异常情况及时汇报实验室技术员。

3.2. 实验室技术员: 确保操作人员经过相关培训, 并按本规程进行操作。

3.3. 文章致谢格式:

根据学校指导意见, 使用各校级平台仪器设备表征产生的科研成果必须致谢平台。如果您在文章成果中使用了光谱、色质谱、磁共振波谱以及其他属于分子科学平台的仪器设备, 请务必在文末致谢分子科学公共实验平台。

英文文章致谢:

① Acknowledgement: The author thanks (Dr. XXX from) Instrumentation and Service Center for Molecular Sciences at Westlake University for (the assistance/discussion/supporting in) ... measurement/data interpretation.

② Coauthorship on the resulting publications would be appreciated if our staff make technical contributions (including but not limited to critical sample preparation, novel experiment designation and comprehensive data analyzation).

Affiliation address: "Key Laboratory of Precise Synthesis of Functional Molecules of Zhejiang Province, School of Science, Instrumentation and Service Center for Molecular Sciences, Westlake University, 18 Shilongshan Road, Hangzhou 310024, Zhejiang Province, China."

中文文章致谢:

① 致谢: 感谢西湖大学分子科学公共实验室平台 XXX 博士(或者 XXX 老师)在.....表征或数据分析上提供的帮助。

② 共同作者: 如果分子科学平台老师在您课题组样品表征或文章发表上有重要技术贡献(包括但不限于关键样品制备、新型实验设计和深度数据分析), 我们感谢您将相关老师列为共同作者, 作者单位地址如下: 西湖大学, 分子科学公共实验平台, 功能分子与精准合成浙江省重点实验室, 杭州, 310030, 浙江。

4. 质谱实验室安全管理规范

4.1. 进入或离开实验室规定

- 4.1.1. 进入实验室之前必须通过学校、中心和平台的安全考试或考核, 严格遵守本实验室的各项安全警示标识。
- 4.1.2. 进入质谱实验室, 请仔细阅读本实验室的安全管理规定。
- 4.1.3. 进入实验室需穿戴实验服, 严禁穿拖鞋、高跟鞋进入实验室, 长发请束发。
- 4.1.4. 进入实验室应了解消防器具与紧急逃生通道位置, 实验室通道及消防紧急通道必须保持畅通。
- 4.1.5. 严禁将自己授权的门卡转借他人, 一旦发现将进行禁用处理。
- 4.1.6. 禁止将实验无关人员带入实验室。
- 4.1.7. 严禁在实验室饮食、吸烟或随意走动。
- 4.1.8. 夜间实验, 需两人在场。
- 4.1.9. 为保持实验室内环境温度及湿度稳定, 进入实验室后保持实验室门窗关闭。实验结束后, 实验人员必须进行清场。最后离开实验室人员需检查水、电、门窗等。
- 4.1.10. 严禁戴手套接触门把手或电梯。禁止随意丢弃实验废弃物。
- 4.1.11. 实验室应保持整洁, 严禁摆放与实验无关的个人物品。
- 4.1.12. 空压机及 UPS 所处房间应使用空调, 要保持室内空气干燥, 在潮湿的季节应该除湿。至少每周一次检查除湿机有无积水。

4.2. 实验操作规定

- 4.2.1. 实验室内均为大型科研设备, 有专人负责管理, 未经培训人员, 不得擅自上机使用。
- 4.2.2. 送样或自主上机的用户, 均需使用大仪系统进行系统。
- 4.2.3. 请严格按送样要求进行制样。由于样品问题造成仪器损坏及设备配件及耗材更换, 无论独立上机或是委托测试, 费用将由用户所在课题组承担;
- 4.2.4. 请严格按仪器操作规程进行操作。实验过程中有任何不确定必须联系技术员, 自主上机因操作错误造成设备等损坏的, 该用户课题组也需承担相关费用。
- 4.2.5. 实验过程中如发现仪器设备发生异常状况、仪器报错、报警等, 务必立即联系仪器负责人严禁擅自处理、调整仪器主要部件, 凡自行拆卸者一经发现将给予严重处罚。
- 4.2.6. 仪器均为高压设备, 使用仪器需严格遵守用电安全规定, 严禁擅自更改电路或切断仪器电源等相关危险操作。

- 4.2.7. 实验室内的药品、试剂必须存放药品柜, 并做好使用登记。
- 4.2.8. 使用化学试剂或药品前, 必须了解其物理化学性质、毒性及防护方法, 使用时必须配戴护目镜、手套等, 做好个人防护。
- 4.2.9. 非常规实验测试须技术员同意并指导方可进行。实验数据须通过学校数据中心进行下载, 禁止将个人 U 盘、移动硬盘等易带入病毒的存储设备与各色质谱仪器工作站连接拷贝数据。
- 4.2.10. 垃圾、废液必须严格按标识进行分类, 禁止将锐器、玻璃丢弃在常规垃圾箱中。
- 4.2.11. 自主上机用户须在预约时间内须使用本人的账号登陆基理系统进行仪器使用; 使用结束应做好仪器使用登记, 如实记录仪器使用状态。

4.3. 气瓶使用规定

- 4.3.1. 首次使用实验室气瓶, 须经实验室技术员培训指导。
- 4.3.2. 请按实验室气瓶标识选择正确的气源。
- 4.3.3. 打开气瓶, 先确认管路已连接稳妥, 禁止未接气路或气路未连接稳妥, 开气瓶减压阀。
- 4.3.4. 更换气瓶, 首先确保减压阀关闭, 且管路中气压排空归零, 先用扳手拧松后, 再用手旋下管路。换气瓶, 确认气瓶螺纹吻合后, 先手紧气体管路, 再用扳手拧 1/8 圈左右。
- 4.3.5. 开气瓶或更换气瓶, 禁止站在减压阀出气口正前方。
- 4.3.6. 测试过程中, 请根据需要及时更换气瓶。使用者应根据气瓶使用情况, 变更气瓶使用牌状态“满瓶”“使用中”“空瓶”等。
- 4.3.7. 气瓶应保持正立并固定。

5. 质谱实验室仪器设备管理规范

5.1. 飞行时间二次离子质谱仪预约与使用

该仪器遵从学校“科研设施与公共仪器中心”对大型仪器设备实行的管理办法和“集中投入、统一管理、开放公用、资源共享”的建设原则, 面向校内所有教学、科研单位开放使用; 根据使用机时适当收取费用; 并在保障校内使用的同时, 面向社会开放。

该仪器的使用实行预约制度, 请使用者根据样品的测试要求在学校“大型仪器共享管理系统”(以下简称大仪网)进行预约, 并按照要求登记预约信息。根据预约制度可登陆大仪网站即时预约机时, 包括周末; 寒暑假及国庆假期将另行通知。

1. 委托测试

- ① 送样前与仪器负责人沟通样品信息。

- ② 请在大仪网进行送样预约并将制备好的样品交给仪器负责人。
- ③ 测试结果请通过数据中心进行下载。
- ④ 样品如需回收请在测试后尽快取回，一周未取回平台将作化学废弃物处理。

2. 自主上机

- ① TOF-SIMS 常规培训至少需要两小时，申请培训前先与仪器负责人联系。
- ② 请在大仪网预约培训机时，培训时请携带纸质版仪器培训申请表。
- ③ 技术员进行现场培训。
- ④ 培训后三周内，用户可在技术员指导下用实际样品进行上机测试，并按自主上机计费；根据自身掌握情况，用户需在一个月内进行上机考核，考核通过的用户即获得自主上机权限，原则上一星期复考；未考核或考核不通过的用户，需重新接受培训。

5.2. 预约制度

为充分利用仪器效能、服务全校科研工作，用户需根据预约制度可登陆大仪共享网站最少提前一天预约机时或送样。考虑到设备的复杂性，特殊情况下如周末或节假日使用，务必提前与技术员沟通。

请严格遵守预约时间使用仪器，以免浪费机时。如需调换时间段，在技术员同意下可与其他使用者协商。因故不能在预约时间内测试者，请提前 2 小时取消预约并通知技术员。如无故不遵预约时间，将被取消一个月的预约资格。

预约时段		预约时间/每人	测试内容
周一至周五	09:00 至 22:00	无	MS 采集 Mapping Depth analysis

- (1) 校内使用者须经过技术员的实验操作培训，考核合格后方可上机使用；
- (2) 实验开始时务必在实验记录本上登记，结束时如实记录仪器状态（真空以及报错）；
- (3) 严禁擅自处理、拆卸、调整仪器主要部件。使用期间如仪器出现故障，使用者须及时通知技术员，以便尽快维修或报修，隐瞒不报者将被追究责任，加重处理；
- (4) 因人为原因造成仪器故障的（如硬件损坏），其导师课题组须承担维修费用；
- (5) 本实验室所有原始数据不允许在仪器工作站上删改，尤其不允许用 U 盘与移动硬盘直接拷贝。使用者应根据要求通过科研仪器网/数据服务器传送下载原始数据至本地电脑，以保存并做数据处理；实验数据在本实验室电脑中保留 2 年。
- (7) 使用者应保持实验区域的卫生清洁，测试完毕请及时带走样品，技术员不负责保

管。

使用者若违犯以上条例, 将酌情给予警告、通报批评、罚款及取消使用资格等惩罚措施。

5.3. 培训考核制度

校内教师、研究生均可提出预约申请, 由技术员安排时间进行培训, 培训内容包括仪器使用规章制度、送样须知及安全规范、基本硬件知识、标准操作规程及相应数据处理。

培训结束后, 一个月内培训者需管理人员监督下进行 5 次左右操作, 培训者根据自己的掌握程度, 联系技术员进行上机考核, 初级考核合格后, 可在管理人员监督下上机操作, 一周后复考;

仪器管理员认为培训者达到相应级别的独立操作水平后, 给予培训者授权在相应级别所允许的范围内独立使用仪器。如果在各级别因为人为操作错误导致仪器故障者, 除按要求承担维修费用之外, 给予降级重考惩罚、培训费翻倍。

对接受培训人员的核心要求:

- (1) 了解质谱的基本原理及其应用的多学科背景知识;
- (2) 熟悉质谱仪器原理、构造及各部分的功能, 严格遵守仪器部件的开关顺序, 在突然停电时应正确处理仪器并上报, 关注仪器各部件有无异常;
- (3) 熟练掌握 TOF-DR 及 SmartSoft TOF 软件系统, 严格按照标准操作规程操作, 防止因人为操作不当造成仪器故障, 认真做好仪器的使用及故障记录。

6. 实验内容

6.1. 实验前准备

请提前与老师沟通确认仪器状态。

(1) 该设备为**超高真空设备, 所有在真空中会释放大量气体、尤其释放的气体对不锈钢具有腐蚀性的样品, 比如可以释放出HCl+H₂O, 有化学毒性和生物毒性的样品, 均禁止上机**, 包括含水、有机溶剂的等各类样品 (含生物组织切片或其他多肽类样品);

(2) 其他禁止样品: 放射性的样品; 低熔点样品, 如松香等, 高密度束流溅射后可能会熔化; 在制样过程中容易快速潮解的样品; **磁性样品需要进行消磁, 否则禁止上机测试。颗粒、纤维等易引起静电作用的样品以及自放电、发生热膨胀的样品, 均不可进行测试。**

(3) 样品物性/外形/尺寸:

- 固体样品 (导体、半导体和绝缘体-背放式样品拖): 其中薄膜、片状、块体: 长×

宽尺寸约 (8-12) × (8-12) mm, 厚度控制在 10 mm 以内, 进行深度剖析的样品, 待溅射的样品厚度建议控制 1000 nm 以内。含有机成分的固体材料, 需分析有机样品的深度分布情况, 请准备纯有机样品的滴片。

- 粉末类样品: 需进行铝箔压片。

(4) 样品承载: 首选玻璃瓶、晶圆盒承载样品, 禁止用透明胶固定、自封袋、玻璃纸等封装样品。尽量保证待测的样品面不会受到二次污染。

(5) 钙钛矿样品, 请准备对照品; 测 H/D 类固体样品深度剖析, 请提前联系管理员, 建议样品在真空室过夜放置; 水/空气敏感的样品, 需要采用惰性传样管, 需要提前沟通。

(6) 样品信息备注: 课题组、用户、测试项目, 样品介绍, 导电性、磁性、基底等

重要提醒: 1) 送样人员必须对测试样品的合法性负责, 未注明合法性和物理化学性质的样品不予测试。如测试过程中发现样品含毒品类非法样品, 送样人将负法律责任。

2) 因送样不符合要求而导致仪器损坏的, 根据情节严重情况进行通报批评、禁用或赔偿等处罚。

注意: 由于用户的样品问题导致仪器异常或配件更换, 所有责任将由用户及所在课题组或单位承担。

6.2. 仪器主机组成

如图 6-1, 飞行时间二次离子质谱仪硬件包括以下几个部分: 主机、两个机柜、电脑以及设备间机械泵和循环水组成。



图 6-1

6.3. 登录基理系统

***基理系统登陆

接入大仪网的仪器操作电脑均需要登陆基理锁屏界面。

- (1) 如图(a), 如界面显示“一卡通用户”, 请在 Account 输入预约者的一卡通账户, Password 栏输入相应账户密码, 点击 Submit;

注意: 如账号或密码输入错误, 请按键盘 Delete 键进行删除, 再重新输入; 禁止点击 Cancel, 否则仪器会自行关机。

- (2) 如图(b), 如界面显示“LIMS User”, Account 显示 Administrator, 请与相关老师联系。



图 6-2

6.4. Smartsoft TOF 软件介绍

本设备运行需要用到两个软件, 且两个软件在实验结束后, 均不进行退出。具体如下:

- (1) Smartsoft TOF 软件: 用来控制操作仪器设备。图 6-3 是 Smartsoft-TOF 软件见面, 分为四个区域, 快捷菜单栏、会话选项卡 (system, sample, TOF, Hardware)、功能区选项卡、以及硬件状态栏。

注意: Smartsoft TOF 软件禁止连续点击, 需等上一动作完成后, 方可点击下一步操作, 否则会出现报错, 严重时会导致硬件故障。

注意: 登录基理系统后, 请登记仪器 Main chamber 及 intro 真空度, 如跟往常相比数值异常, 请联系管理员。

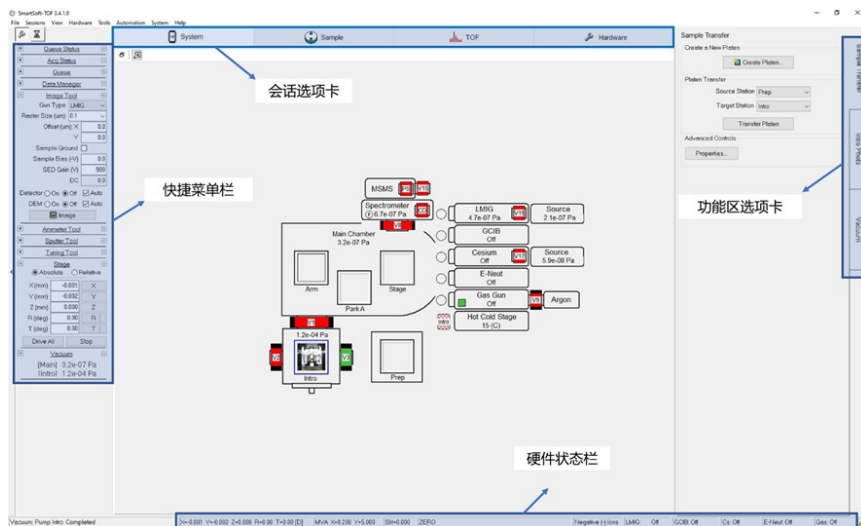


图 6-3

(2) TOF-DR, 用来进行数据查看, 常用操作项目:

Spectra: 查看质谱图。匹配操作: Calibrate, 质谱校正; Isotopes, 理论峰与实验峰对比;

Go mass, 快速查找质荷比; Peak ID, 峰识别; Spawn, 峰展宽; Delete: 删除

Images: 查看对应组分离子的图像;

3D Image: 查看深度剖析, 对应组分离子的 3D 图像, 仪器运行采谱是禁止使用, 否则会导致 TOF-DR 软件卡顿, 且实时数据采集失败;

Peaks: 建立 mapping, depth analysis 和 3D Image 图显示所需的目标质谱峰;

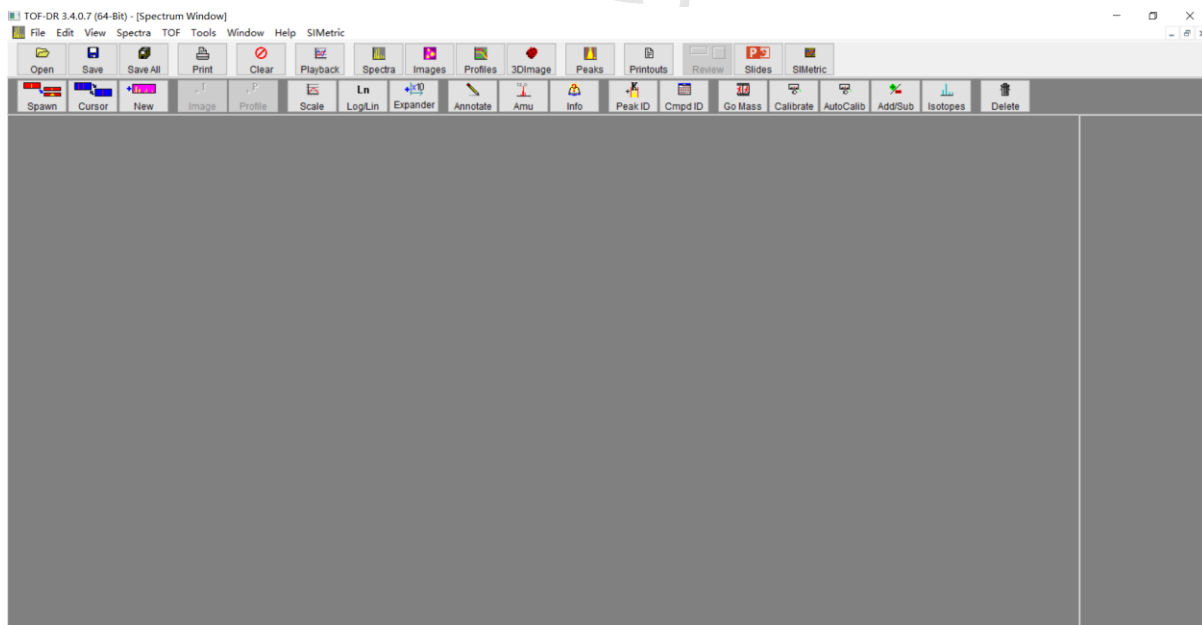
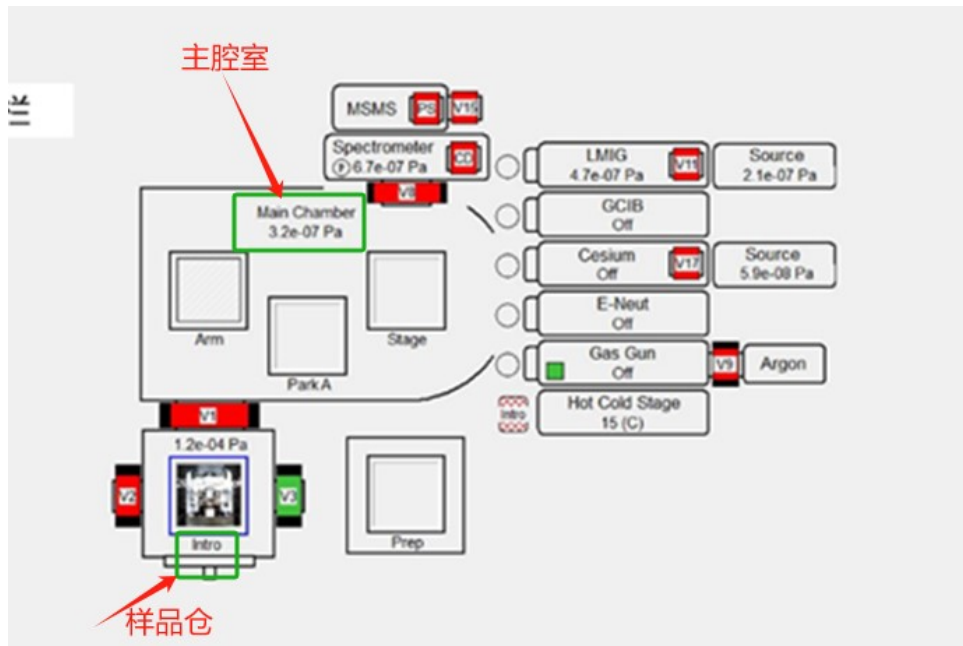


图 6-4

登录基理系统后:

- 首先观察是否有其他弹出提醒, 有的任何弹出提醒或者报错, 务必联系仪器管理员, 禁止自行处理或操作;
- 点击 Smartsoft TOF 软件-System 界面, 在实验室登记本上记录操作前主腔室

(**main chamber**)和样品仓(**intro**)的真空度(参考真空度:主腔室不高于 5×10^{-7} Pa, intro 不高于 10^{-4} Pa)。



6.5. 样品制备

测试时选择合适的样品托装载样品，样品托有如下几种，背放式样品托 (Back-Mount)，正放式样品托 (Top-Mount)，惰性样品托 (仅选配惰性样品转移管时附带，标配不含此托)。

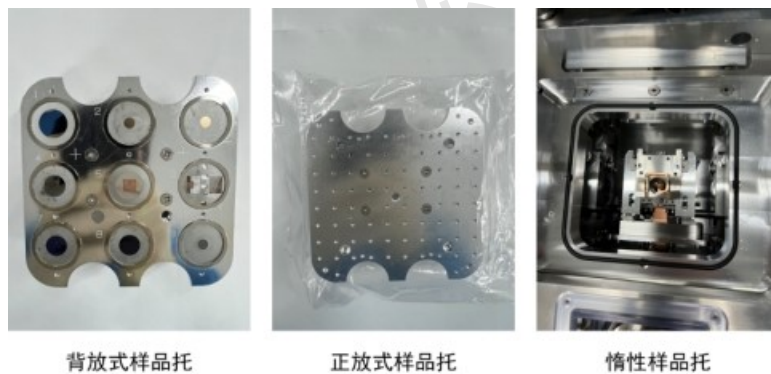
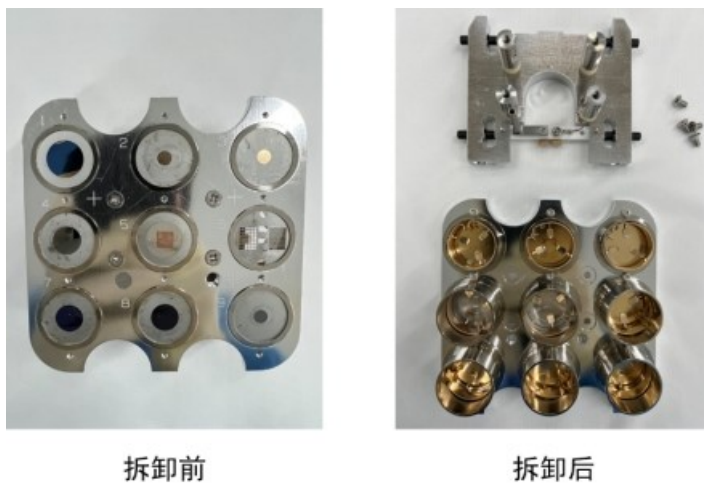


图 6-5

6.5.1 背放式样品托 (Back-Mount) 制样

整个过程须戴丁腈手套，前将样品拖置于干净的铝箔纸上。使用的辅助工具（镊子、螺丝刀应用酒精擦拭干净。

1) 将背放式样品托正面的 4 颗螺丝拧下，把样品台和支架分开



拆卸前

拆卸后

图 6-6

2) 准备制样所需要的组件：样品紧压架 (Spring)、调节罩 (Mask)、背面垫片 (Backing plate)，根据如图所示的顺序，将样品放入放在样品托上的圆孔内。

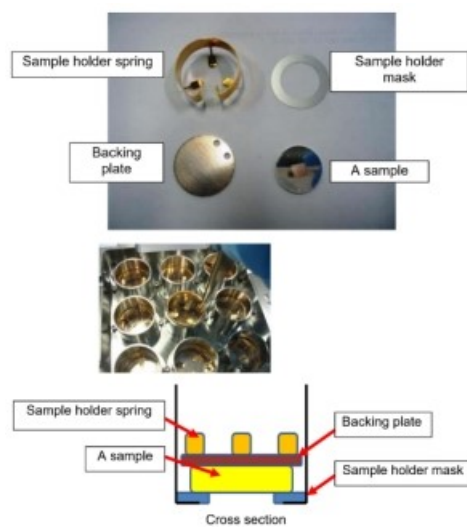


图 6-7

注意：

使用背放式样品托制样时，样品测试面向下放置；固定完成后，将样品台直立起来确认样品是否松动，并检查样品与 Mask 之间是否紧密贴合，如果存在滑动和缝隙，请调整紧压架使其压紧、贴合。

3) 样品装载完成后，将样品台用螺丝重新固定在支架上，并用洗耳球吹洗样品台，确保没有灰尘或颗粒附着在样品台表面。

6.5.2 正放式样品托 (Top-Mount) 制样

当样品直径大于 3 cm, 无法放入背放式样品托圆孔时, 可以使用正放式样品托制样。使用螺丝加垫片的方式, 将样品固定在正放式样品台上, 也可以使用导电胶进行固定; 样品装载完成后, 用洗耳球吹洗样品台, 确保没有灰尘或颗粒附着在样品台表面。

6.6. 进样与传样

6.6.1 返气: 在 system 选项卡界面下, 在如图所示的 Intro 区域内单击鼠标右键, 并点击 Backfill Intro, 这时系统会开启 V3 阀门, 通入氮气; 当真空计度数为 $1.0E+05$ Pa 左右时即可打开预真空室(Intro Chamber)舱门。

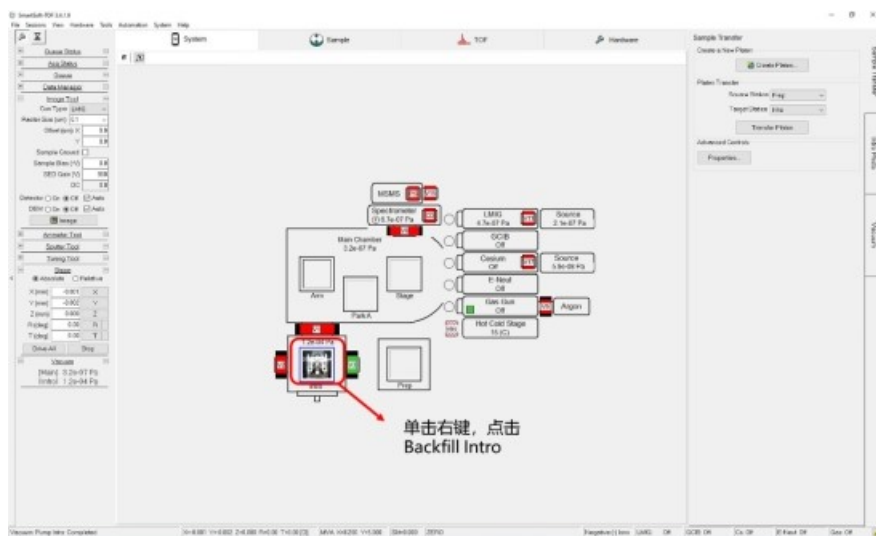


图 6-8

6.6.2 装样: 返气完成后, 顺时针旋转把手 90° 向上提起, 打开预真空室舱门。按下图所示的方向将样品托侧面的凹槽对准 Intro 锁定杆上的轴承, 然后向前推压样品托, 使 Intro 传样装置上的两个半球形金属触点卡入样品托后部的两个凹槽。装样完毕后, 需要检查样品托是否与 Intro 传样装置保持平行; 确认无误后, 关闭舱门并扣好把手。

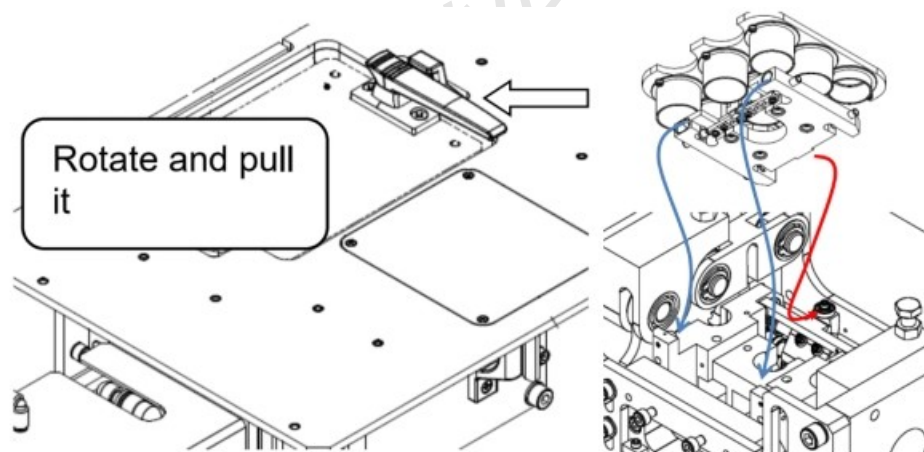



图 6-9

6.6.3 确认数据保存路径: 在快捷菜单栏中找到 Data Manger 模块, 点击  按钮, 进入如下图所示的 Data Manager Properties 对话框, 按照以下步骤设置数据存储路径:

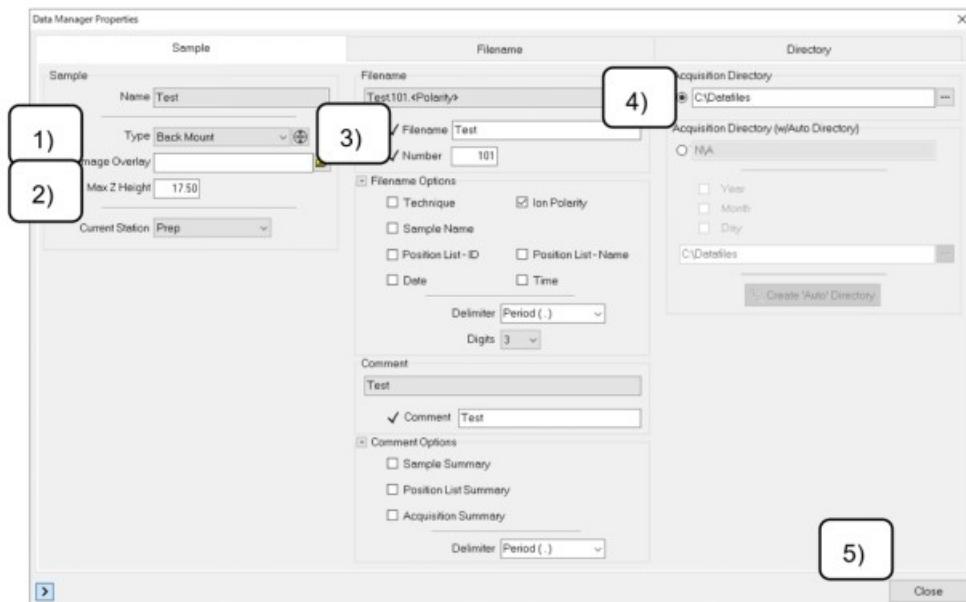



图 6-10

- 1) 设置样品托类型：在 Sample>Type 选项中选择对应的样品托类型，如使用背放式样品托选择 Back Mount；使用正放式样品托选择 Top Mount；
- 2) 设置最大 Z 轴移动高度：该参数由售后工程师设置，请勿随意调整；
- 3) 设置数据命名格式：在 Filename 选项中设置数据保存格式，通常在日常测试中需要修改 Filename 和 Number, 在 Filename Options 中建议勾选 Ion Polarity 和 Sample Name；
- 4) 设置数据存储路径：在 directory 选项中设置数据存储路径，为了避免同文件名的新测试数据覆盖此前已保存的数据，建议在每次测试前以当天日期创建新的文件夹，并点击 Acquisition Directory 后面的  按钮，将存储路径设置为新文件夹；
请提前设置好 D:\User data-2024 文件中以日期命名。
- 5) 设置完成后点击 Close 退出。

6.6.4 拍照：确认存储路径无误后，在如图所示的 Intro 区域内单击鼠标右键，并点击 **Take Intro Photo**，此时等待数秒，预真空室上方的相机会拍摄样品台照片，用于后续测试导航；拍摄完成后，将在 Intro 区域更新样品台照片，如果照片有遮挡、不清晰，可以重复该操作，重拍样品台照片。



图 6-11

6.6.5 抽 Intro 真空: 拍照完成后, 在如图所示的 Intro 区域内单击鼠标右键, 并点击 Pump Intro, 启动该进程后, V3 阀门将关闭, 开始抽 Intro 真空。

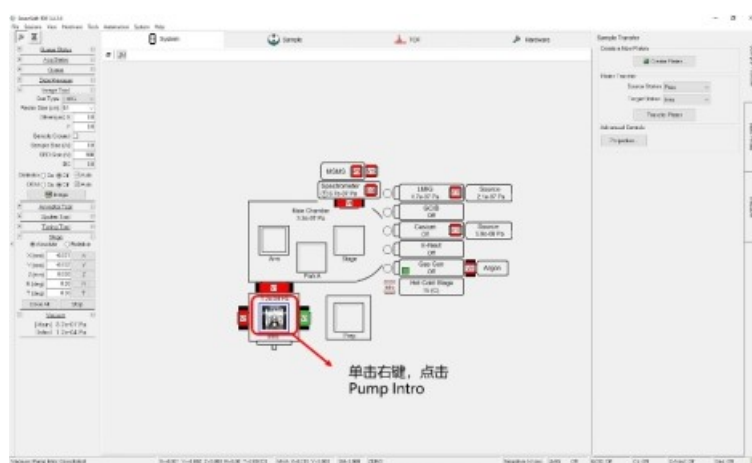


图 6-12

6.6.6 传样: 等到 Intro 真空度低于设定值 (通常为 5.9×10^{-4} Pa) 后, 按住鼠标左键, 将 Intro 区域的图片拖到 Stage 区域, 即可进行传样, 此时在 Arm 和 Stage 之间会出现 Transfer 的标志, 程序会自动控制传样装置, 将样品台从 Intro 转移至 Stage。该过程时间大约需要 3 分钟, 请耐心等待, 勿进行其他操作。

注意: 传样过程中 V1 阀打开, 导致 main chamber 真空变差。传样结束, 请等 main chamber 真空度恢复到 10^{-8} Pa \sim 5.0×10^{-7} Pa 后, 方可进行下一步操作。

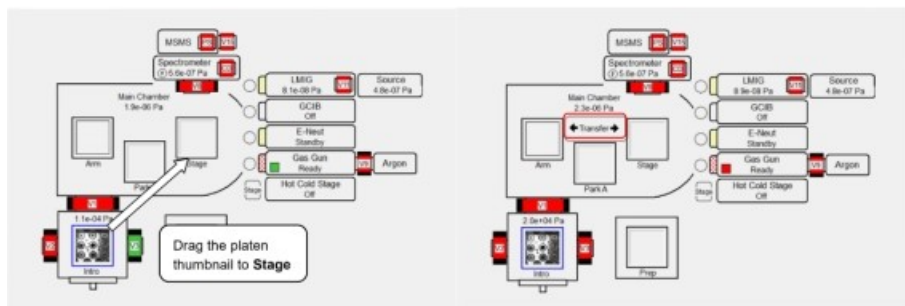


图 6-13

6.7. 日常开机

在硬件状态栏 Zero(Shut Down)区域单击鼠标右键, 选择设定参数(如 Bi3++ 200um),

并导入该参数。



图 6-13

6.8. 开启 Bi 源 (LMIG)

在 Hardware 选项卡下找到 LMIG 模块, 在 LMIG 选项卡下先点击 Standby, 再点击 Ready, 程序会弹出 LMIG Emitter Status 对话框, 此时程序会自动开启 Bi 源, 等待进度结束。

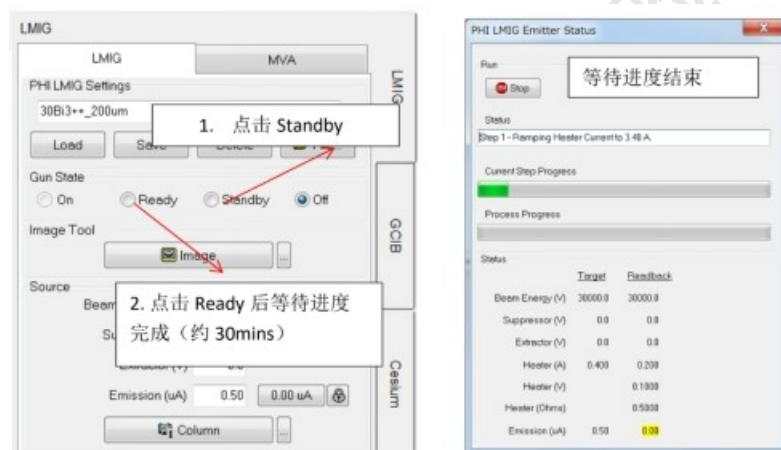



图 6-14

***注意:**

- 1) 在 Bi 源开启流程结束后, Extractor 电压在预设值;
- 2) 如果 Bi 源启动过程中请勿进行其他操作, 如程序有异常, 请及时联系仪器技术员或售后工程师。

6.9. 分析准备

6.9.1. 样品台移动与样品定位

在快捷菜单栏找到 Stage 模块, 点击后面的  按钮, 打开 Joy Stick 对话框 (也可以使用鼠标右键单击硬件状态栏的样品台坐标处, 打开 Joy Stick); 通过 Joy Stick 可以控制五轴样品台的移动, 请逐次点击, 当仪器完成后, 可再点击, **请勿连续不断点击**。可以优先在 Z 轴输入安全数字回车, 点击 z, 让样品台自动升降; 后面利用 Joy Stick

精细调节 z 轴高度。

*注意：在日常使用时，禁止使用 T 轴倾斜功能。

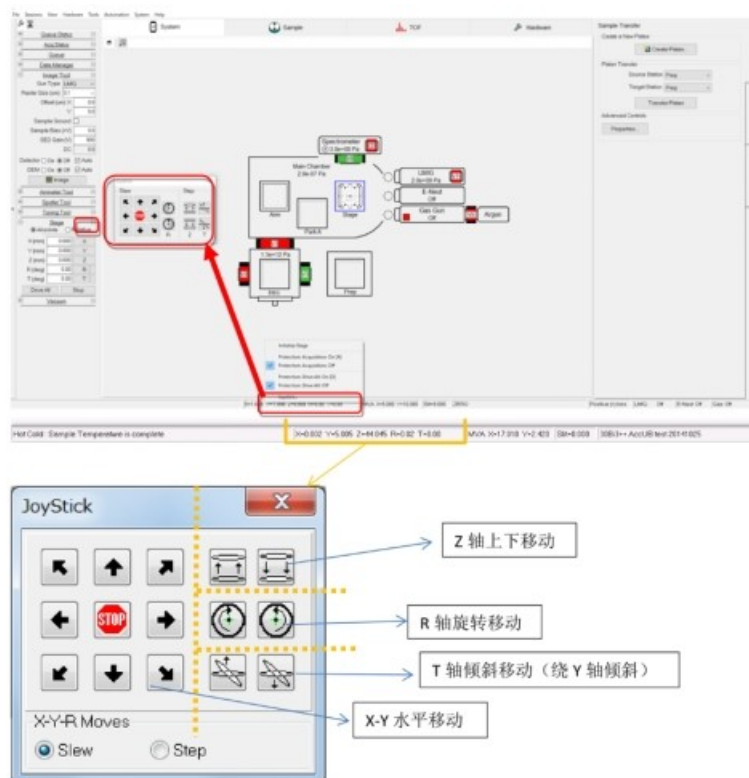


图 6-15

6.9.2. 样品粗略定位

打开 Sample 选项卡，在该界面下可看到 Intro 照片，main chamber 影像以及测试点列表。按照以下步骤定位测试点：

1) 在 Intro 照片中找到样品所在位置，单击鼠标右键，选择 drive to <click>，这时软件会控制样品台沿 X/Y 轴移动，定位至所选位置；也可以按住鼠标左键拖动 Intro 照片上的十字光标，放到待测区域，样品台也会移动至所选位置。

2) 在 Stage 界面中，手动将高度调整至 21.5 mm，观察 main chamber 影像，此时需要缓慢点击 joy stick 增加 Z 轴高度，使样品台接近 Bi 源枪口。当 Bi 源枪口接近样品表面时影像会变清晰。

*注意：调整 Z 轴高度时需要放慢速度，由于测试时 Bi 源枪口的工作距离很近（大约 1-3 mm），在移动样品台时请务必小心，不能超出工程师所设置的最大高度，避免枪口撞上样品台！

3) 确认高度之后，将鼠标移至 Intro 照片上的十字光标处，单击鼠标右键，选择 Create Point at stage，此时在下方的测试点列表中就会将光标所在位置定义为测试点，并记录当前的样品台坐标信息。

6.10. 测试采谱

6.10.1. 质谱分析与成像分析

在 NanoTOF3 上, LMIG 能够提供 Bi⁺和 Bi³⁺⁺两种类型的一次离子源, 并且可以在高质量分辨模式(Bunch Mode)和高空间分辨模式(UnBunch mode)两种模式下工作, 在进行质谱/成像分析时请按以下步骤进行操作:

(1) 选择 LMIG 条件

在 Hardware 选项卡下找到 LMIG 模块, 并在 PHI LMIG Setting 的下拉选项中, 根据分析需求选择合适的 Bi 源参数, 然后点击 Load, 此时 LMIG 会切换至相应的工作模式。

注意: 在切换过程中, MVA 可能会移动, 此时下方状态栏 MVA 坐标处会出现黄框, 需要等待 MVA 移动结束, 黄框消失后才能进行下一步; 如果切换参数时移动了 MVA, 在测试前需要重新读取 Bi 源束流, 确认束流大小。

(2) 设定质谱分析条件

在 TOF 选项卡下找到如图所示的 Spectrum 模块, 设置采谱条件



图 6-16

- 1) 采谱面积: 在 Primary Gun>Raster Size 下, 设定采谱面积, 采谱面积在 0-600 um 之间连续可调。
- 2) 采集模式: 在 Acquisition>Acquisition Mode 下, 可选择 Limited/Unlimited 两种模式。选择 Limited 模式时, 程序会在设定采谱时间结束后停止采谱并保存数据; 选择 Unlimited 模式时, 程序不会自动停止采谱, 需要手动停止保存数据。
- 3) 采谱范围: 在 Acquisition>Start Mass/End Mass 下设置所需的采谱范围, 通常为 2-1850

amu; 如需分析 H 元素, Start Mass 需设置为零。

4) 采谱时间: 选择 Limited 模式时, 还需要在 Acquisition>Frames/Time 处设置采谱时间, Frames 和 Time 可以相互转换, 选择其中一个进行设定即可。对于高质量分辨模式, 表面采谱时间通常建议设置为 4-8 Frame; 对于高空间分辨模式, 需要视 mapping 的信号强度和清晰度决定采谱时间, 通常约为 15-20 Frame。

5) 中和条件设置: 根据样品导电性选择是否开启中和, 软件默认状态为不开启中和, 需要开启中和时点击 Acquisition>Charge Comp, 此时会从 Inactive 转变为 E-Neut+I-Neut, 软件会默认开启双束中和; 点击 Charge Comp 后面的按钮可以进行中和条件进行详细设定, 可选择仅开启电子中和 E-Neut 或使用双束中和 E-Neut+I-Neut

6.10.2 确认分析位置

打开 Sample 选项卡, 选中 6.9.1.步骤所记录的测试点位置, 选中并点击 Drive to Position 按钮将样品台移动至相应点位。然后按以下步骤确认分析位置:

1) 切换回 TOF>Spectrum 界面, 点击 Detector 窗口中的相应按钮, 开启 LMIG 隔离阀 V11 和分析器隔离阀 V8;

2) 点击 Start 按钮采集谱图, 这时需要观察 Detector 视窗中二次离子信号光斑的位置, 调整上下调整 Z 轴高度, 使信号位于田字格中间;

3) 调整 Z 轴高度之后, 点击 Restart 按钮, 重新采谱, 根据 TOF-DR 软件中 Image 界面下的总离子像(Total ion)确认测试位置, 如有较大偏移, 使用 Joy Stick 调整 X/Y, 移动至相应区域; 如果偏移较小, 在总离子像上单击鼠标右键, 选择 Move Stage to Cursor, 然后程序会以鼠标光标位置所在处作为中心, 对样品台进行移动;

4) 确认分析位置后, 点击 Abort 按钮, 软件会停止采谱并不保存数据, 然后返回至 Sample 选项卡中的测试点列表, 点击 Update Position 按钮, 软件会更新将该测试点的坐标位置更新至当前位置;

*注意: 对于导电性较差的样品, 通常在开启中和之后, 还需要调整样品表面偏压 sample bias, 使二次离子信号聚焦。

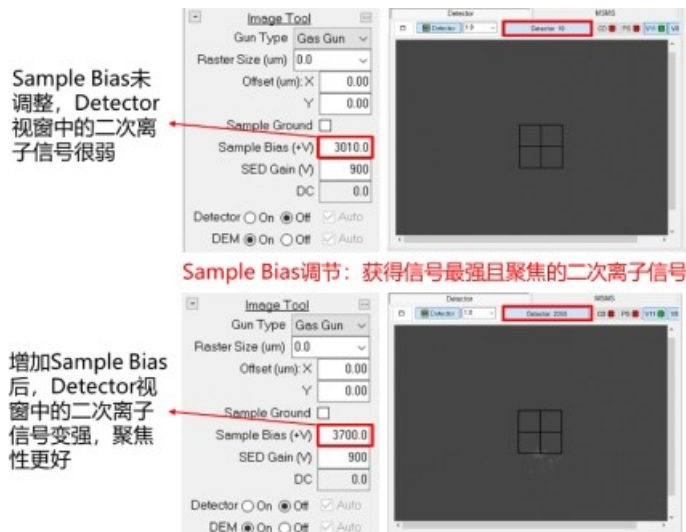


图 6-17

6.10.3 采集数据

在确认分析位置后, 点击 TOF> Spectrum 界面下的 Start 按钮重新采集谱图, 如果选择 Limited 采谱模式, 在设定的采谱时间结束后, 程序会自动停止并保存数据; 如果选择 Unlimited 采谱模式, 在采集足够长的时间后要手动点击 Stop 按钮结束采谱, 并保存数据。

*注意: Stop 为结束采谱并保存数据; Abort 为结束采谱但不保存数据, 在操作时请注意两者差异!

6.11. 深度剖析

在 NanoTOF3 上, 可以使用 Gas Gun(Ar^+/O_2^+)、Cesium Gun(Cs^+)、GCIB(Gas Cluster Ions Beam, 氩团簇离子源)等溅射源对样品进行深度剖析, 在进行深度剖析前, 需要按照以下步骤设置采谱、溅射参数。

6.11.1 Ar 枪深度剖析

1) 确定测定点位: 在样品上找到测试区域, 采集表面质谱确认样品表面状况, 确认分析位置后建立测试点, 记录测试点坐标;

2) 开启 Ar 枪: 在 Hardware>Gas Gun 模块下找到 Gas Gun Setting, 选择合适的 Ar 枪参数 (如 2kV-100nA) 并点击 load, 然后将 Gun State 从 off 切换为 standby, 此时会弹出对话框显示 Ar 枪正在开启, 待对话框消失后, 再从 standby 切换为 Ready;

*注意: 当 Ar 枪长时间未使用过 (两周以上), Ar 枪灯丝表面可能会吸附气体。直接加载高电压参数 (如 2 kV-100 nA) 可能会导致灯丝短路; 这时需要从小到大增加, 加载 Ar 枪参数时需要选择低电压参数 (如 0.5 kv-100 nA) 启动 Ar 枪, 开启 Ar 枪后, 再选择高电压参数使用。

3) **溅射源对中**: 在保持 Z 轴高度不变的情况下, 移到测试点附近的区域, 将 Gas Gun>Raster>Raster size 调为 0, 并使用 Sputtering tools 溅射 10-15s, 如果样品较为平整, 此时在 CCD 相机上可观察到直径约为 100 um 的溅射坑, 然后将 LMIG>Raster>Raster size 调为 600um, 采集溅射后的样品表面 mapping, 观察 Ar 溅射坑是否在 mapping 中心, 根据溅射坑光斑的偏移程度, 调整 Gas Gun> Raster >offset X/Y 修正 Ar 枪溅射位置。**如果光斑偏左, 要往右调, 增加 X 光斑偏下, 要往上调, 增加 Y**; 调整好 Raster offset 参数后再移动到附近区域溅射 10-15s, 确认调整后溅射坑是否居中, 如果仍有偏移继续微调 Raster offset X/Y 直到溅射坑位于 mapping 中心。

对中完成后, 需要将 Gas Gun>Raster>Raster size 调为所需要的溅射面积, 通常为 300-600 um, 视分析需求而定。


4) **设置深度剖析参数**: 完成溅射枪对中后, 使用 Drive to position 功能移动样品台到之前保存的测试点位, 并在 TOF>Profiles>Phased 界面设置以下参数:

a) **采谱面积**: 根据测试需要设定深度剖析的采谱面积, 通常设定为 50um-200um, 视分析需求而定;

b) **采集模式**: 在 Acquisition>Acquisition Mode 下, 可选择 Limited/Unlimited 两种模式。选择 Limited 模式时, 程序会在设定的溅射周期结束后停止采谱并保存数据; 选择 Unlimited 模式时, 程序不会自动停止采谱, 需要手动停止保存数据;

c) **采谱时间**: 在 Acquisition>Frames/Time 处设置采谱单个刻蚀周期的采谱时间, 通常设置为 1-2 Frames;

d) **中和条件设置**: 根据样品导电性选择是否在深度剖析采谱阶段开启中和, 软件默认状态为不开启中和, 需要开启中和时点击 Acquisition>Charge Comp, 此时会从 Inactive 转变为 E-Neut, 软件会开启电子束中和;

e) **溅射条件设置**: 点击 Sputter Phased 后面的  按钮, 展开详细 Sputtering Phased 详细设定, 在 Sputtering gun 下拉选项中勾选 Gas Gun 以及相对应得到电压和电流参数 (如 2kv-100nA), 并勾选 use setting, sample bias 默认设置为 GND 状态。

f) **溅射时间**: 在 Sputter Phased>Sputter time 中设置单次刻蚀所需时间, 单位 s, 测试时可根据标样溅射速率来进行设定。

5) 点击 Acquire-Phased mode 下方的 Start 按钮, 开始进行深度剖析。

***注意: 如果深度剖析的样品为导电性较差的绝缘样品, 仅在深度剖析采谱阶段开启电子束中和不足以中和掉深度剖析过程中所累积的荷电, 此时需要在 Sputter Phased 模块进行如下图所示的设定**

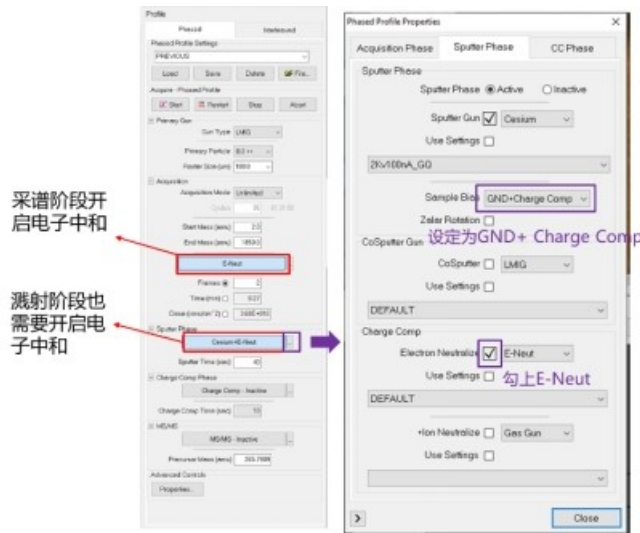


图 6-18

6.11.2 Cs 枪深度剖析

1) 确定测定点位: 在样品上找到测试区域, 采集表面质谱确认样品表面状况, 确认分析位置后建立测试点, 记录测试点坐标;

2) 开启 Cs 枪: 在 Hardware>Cesium 模块下找到 Cesium Setting, 选择合适的 Cs 枪参数 (如 2kV-100nA) 并点击 load, 然后将 Gun State 从 off 切换为 standby, 待鼠标转圈结束后, 再从 standby 切换为 Ready, 此时 Cs 源会开始升温, 需要等 Cs 枪加热至工作温度、束流稳定下来后才能使用 Cs 枪进行深度剖析, 该预热过程通常需要 1-2 小时, 预热时间视 Cs 枪加热效率而定。

3) 溅射源对中: 在保持 Z 轴高度不变的情况下, 移到测试点附近的区域, 将 Cesium>Raster>Raster size 调为 0, 并使用 Sputtering tools 溅射 10-15s, 如果样品较为平整, 此时在 CCD 相机上可观察到直径约为 100 um 的溅射坑, 然后将 LMIG>Raster>Raster size 调为 600um, 采集溅射后的样品表面 mapping, 观察 Cs 溅射坑是否在 mapping 中心, 根据溅射坑光斑的偏移程度, 调整 Cesium> Raster >Offset X/Y 修正 Cs 枪溅射位置。如果光斑偏左, 要往右调, 减小 X; 光斑偏下, 要往上调, 减小 Y; 调整好 Raster offset 参数后再移动到附近区域溅射 10-15s, 确认调整后溅射坑是否居中, 如果仍有偏移继续微调 Raster offset X/Y 直到溅射坑位于 mapping 中心。

对中完成后, 需要将 Cesium>Raster>Raster size 调为所需要的溅射面积, 通常为 300-600 um, 视分析需求而定。

4) 设置深度剖析参数: 完成溅射枪对中后, 使用 Drive to position 功能移动样品台到之前保存的测试点位, 并在 TOF>Profiles>Phased 界面设置以下参数:

a) 采谱面积: 根据测试需要设定深度剖析的采谱面积, 通常设定为 50um-200um, 视分析需求而定;

b) 采集模式: 在 Acquisition>Acquisition Mode 下, 可选择 Limited/Unlimited 两种模式。选择 Limited 模式时, 程序会在设定的溅射周期结束后停止采谱并保存数据; 选择 Unlimited 模式时, 程序不会自动停止采谱, 需要手动停止保存数据;

c) 采谱时间: 在 Acquisition>Frames/Time 处设置采谱单个刻蚀周期的采谱时间, 通常设置为 1-2 Frames;

d) 中和条件设置: 根据样品导电性选择是否在深度剖析采谱阶段开启中和, 软件默认状态为不开启中和, 需要开启中和时点击 Acquisition>Charge Comp, 此时会从 Inactive 转变为 E-Neut, 软件会开启电子束中和;

e) 溅射条件设置: 点击 Sputter Phased 后面的 按钮, 展开详细 Sputtering Phased 详细设定, 在 Sputtering gun 下拉选项中勾选 Cesium 以及相对应得到电压和电流参数 (如 2kv-100nA), 并勾选 use setting, sample bias 默认设置为 GND 状态;

f) 溅射时间: 在 Sputter Phased>Sputter time 中设置单次刻蚀所需时间, 单位 s, 测试时可根据标样溅射速率来进行设定;

5) 点击 Acquire-Phased mode 下方的 Start 按钮, 开始进行深度剖析。

6.11.3 GCIB 深度剖析

1) 确定测定点位: 在样品上找到测试区域, 采集表面质谱确认样品表面状况, 确认分析位置后建立测试点, 记录测试点坐标;

2) 开启 GCIB: 在 Hardware>GCIB 模块下找到 GCIB Setting, 选择合适的 GCIB 参数 (如 10kV-10nA) 并点击 load, 然后将 Gun State 从 off 切换为 standby, 待鼠标转圈结束后, 再从 standby 切换为 Ready, GCIB 开启后需要预热 30 min 后才能获得稳定的束流。

3) 溅射源对中: 在保持 Z 轴高度不变的情况下, 移到测试点附近的区域, 将 GCIB>Raster>Raster size 调为 0, 并使用 Sputtering tools 溅射 10-15s, 如果样品较为平整, 此时在 CCD 相机上可观察到直径约为 100 um 的溅射坑, 然后将 LMIG>Raster>Raster size 调为 600um, 采集溅射后的样品表面 mapping, 观察 GCIB 溅射坑是否在 mapping 中心, 根据溅射坑光斑的偏移程度, 调整 GCIB> Raster>offset X/Y 修正 GCIB 溅射位置。如果光斑偏左, 要往右调, 增大 X; 光斑偏下, 要往上调, 增大 Y; 调整好 Raster offset 参数后再移动到附近区域溅射 10-15s, 确认调整后溅射坑是否居中, 如果仍有偏移继续微调 Raster offset X/Y 直到溅射坑位于 mapping 中心。

对中完成后, 需要将 Cesium>Raster>Raster size 调为所需要的溅射面积, 通常为 300-600 um, 视分析需求而定。

4) 设置深度剖析参数: 完成溅射枪对中后, 使用 Drive to position 功能移动样品台到之前保存的测试点位, 并在 TOF>Profiles>Phased 界面设置以下参数:

a) 采谱面积: 根据测试需要设定深度剖析的采谱面积, 通常设定为 50um-200um, 视分析需求而定;

b) 采集模式: 在 Acquisition>Acquisition Mode 下, 可选择 Limited/Unlimited 两种模式。选择 Limited 模式时, 程序会在设定的溅射周期结束后停止采谱并保存数据; 选择 Unlimited 模式时, 程序不会自动停止采谱, 需要手动停止保存数据;

c) 采谱时间: 在 Acquisition>Frames/Time 处设置采谱单个刻蚀周期的采谱时间, 通常设置为 1-2 Frames;

d) 中和条件设置: 根据样品导电性选择是否在深度剖析采谱阶段开启中和, 软件默认状态为不开启中和, 需要开启中和时点击 Acquisition>Charge Comp, 此时会从 Inactive 转变为 E-Neut, 软件会开启电子束中和;

e) 溅射条件设置: 点击 Sputter Phased 后面的 按钮, 展开详细 Sputtering Phased 详细设定, 在 Sputtering gun 下拉选项中勾选 Cesium 以及相对应得到电压和电流参数 (如 10kv-10nA), 并勾选 use setting, sample bias 默认设置为 GND 状态;

f) 溅射时间: 在 Sputter Phased>Sputter time 中设置单次刻蚀所需时间, 单位 s, 测试时可根据标样溅射速率来进行设定;

5) 点击 Acquire-Phased mode 下方的 Start 按钮, 开始进行深度剖析。

7. 数据处理

主要操作及功能参见 6.4. Smartsoft TOF 软件介绍 (TOF-DR 介绍)。

8. 实验结束处理

(1) 在 smartsoft-TOF, 状态栏中 Bi₃⁺⁺200 um 处, 右键点击 shut down 确认全部设定在 Off 状态, Bi 源在 Standby 状态。

(2) 取出样品: 先将样品托图片从分析室, 按住鼠标左键, 拖动图片到 intro 样品台位置; 再将 Intro 中图片拖入 Prep。请勿将样品放置在主腔室或 intro 样品台上。

最后等待 Intro 真空回到大气压, 打开 Intro 盖子, 完成取样。按装样的相反操作, 将样品取下后, 把背放式样品托放入 Intro, 点击 Pump Intro。

实验室结束, 请再次是记录本上记录主腔室和 intro 真空度。

请注意: 使用前先检查谱仪状况, 一切正常方可操作; 一旦开始实验, 默认为使用前谱仪状况良好; 使用过程中出现故障须立即联系技术员; 测试后请及时取回样品。

9. 相关/支撑性文件

Q/WU FLHR001 文件编写规范

10. 实验记录

二次离子飞行时间质谱 PHI-NanoTOF3 标准操作规程使用记录表。

11. 其他附件

分子科学公共实验平台

二次离子飞行时间质谱使用记录

20__年

日期 (年月日)	使用人	课题组	样品代号	检测方式 (√)		测试内容(√)		数据存储路径	上机时间		仪器使用后状态		备注
				送样	自主	面扫	溅射		起	止	正常	报错及问题 描述	
20231130	张三	王五	钙钛矿		√	√		20231130			√		

**请注意：使用前先检查谱仪状况，一切正常方可操作；一旦开始实验，默认为使用前谱仪状况良好；使用过程中出现故障须立即联系技术员；测试后请及时取回样品。

分子科学公共实验平台