

文件编号:

版本号: V1.0

受控状态:

分发号:

# 物质科学公共实验平台

## 质量管理文件

---

### 聚焦离子束-电子束双束电镜-飞行时间二次 离子质谱联用系统 Helios 5 UX 标准操作规程

2023 年 5 月 15 日发布

年 月 日实施

---

物质科学公共实验平台 发布







# 目 录

|  |    |
|--|----|
| 1. 目的 .....                                | 1  |
| 2. 范围 .....                                | 1  |
| 3. 职责 .....                                | 1  |
| 4. 实验室安全管理规范.....                          | 1  |
| 5. 电镜实验室仪器设备管理规范.....                      | 2  |
| 5.1. 双束电镜 Helios 5 UX 使用制度 .....           | 2  |
| 5.2. 预约制度 .....                            | 2  |
| 5.3. 培训考核制度.....                           | 4  |
| 5.4. 仪器故障报告.....                           | 4  |
| 6. 双束电镜 Helios 5 UX 系统介绍及 SEM 模块操作流程 ..... | 5  |
| 6.1. 仪器介绍 .....                            | 5  |
| 6.2. 样品准备 .....                            | 6  |
| 6.3. 登录系统 .....                            | 7  |
| 6.4. 系统检查 .....                            | 8  |
| 6.5. 样品传递 .....                            | 10 |
| 6.6. 样品观察及图片保存.....                        | 11 |
| 6.7. 结束 SEM 实验 .....                       | 13 |
| 7. 双束电镜 Helios 5 UX FIB 模块操作流程 .....       | 14 |
| 7.1. 确定共心高度（Eucentric position） .....      | 14 |
| 7.2. 沉积保护层 .....                           | 14 |
| 7.2.1 电子束沉积保护层（需要保护样品极表面信息时使用） .....       | 15 |
| 7.2.2 离子束沉积保护层.....                        | 16 |
| 7.3. 常温制备截面 TEM 样品 .....                   | 16 |
| 7.4. 结束 SEM/FIB 实验 .....                   | 24 |
| 8. 双束电镜 Helios 5 UX TOF-SIMS 模块操作流程.....   | 25 |
| 8.1. 样品准备、电镜参数及相关设置.....                   | 25 |
| 8.2. 打开 TOF-SIMS 软件 .....                  | 25 |
| 8.3. TOF-SIMS Explore 软件中进行数据采集.....       | 28 |
| 8.4. TOF-SIMS 数据校正 .....                   | 29 |
| 8.5. 结束 TOF-SIMS 实验 .....                  | 32 |
| 9. 双束电镜 Helios 5 UX 能谱仪模块操作流程.....         | 33 |
| 9.1. 能谱开机 .....                            | 33 |
| 9.2. 能谱探头操作.....                           | 33 |
| 9.3. 结束能谱采集.....                           | 37 |
| 10. 相关/支撑性文件 .....                         | 38 |
| 11. 记录 .....                               | 38 |



## 1. 目的

建立聚焦离子束-电子束双束电镜-飞行时间二次离子质谱联用系统 Helios 5 UX （以下简称“双束电镜 Helios 5 UX”）标准操作规程，使其被正确、规范地使用。

## 2. 范围

本规程适用于所有使用双束电镜 Helios 5 UX 的用户。

## 3. 职责

- 3.1. 用户：严格按本规程操作，发现异常情况，尤其是仪器故障时，及时向实验室技术人员汇报；隐瞒不报，造成仪器进一步损伤的，将加重处罚。
- 3.2. 实验室技术人员：确保操作人员经过相关培训，通过考核，并按本规程进行操作。

## 4. 实验室安全管理规范

- 4.1. 进入实验室的所有师生应熟悉消防安全基本知识、化学危险品安全知识、用电/用水/用气常识。
- 4.2. 严格遵守实验室的各项安全管理规范，注意警示标识。
- 4.3. 实验室仪器需经培训考核后方可操作，严格按照仪器标准操作规程（以下简称“SOP”）进行实验，未经考核者严禁上机。严禁未经允许进行 SOP 以外的其他操作，或擅自修改仪器硬件及软件设置、使用非指定部件，或在拆下安全装置的情况下操作仪器。
- 4.4. 严禁在实验室的仪器电脑主机上使用 USB 拷贝数据，严禁私自接入外部网络，仪器为公用设备，请将数据存入规定的路径，不可在电脑桌面或其他位置存储。
- 4.5. 用户自主测试必须严格按照 SOP 进行，实验过程中不得擅自离开实验室；实验室技术人员应经常巡视，及时纠正违规操作，消除安全隐患；实验完成后，整理好实验相关区域并做好实验记录。
- 4.6. 样品制备、装载过程中必须戴手套，严禁用手触摸样品台及样品托。为防止交叉污染，请勿戴手套操作鼠标、键盘，同时严禁戴手套开关门。
- 4.7. 用户须在制样区完成制样工作，并保持工作区域整洁，相关工具放置在指定位置；仪器操作区要保持整洁，相关工具和资料放置在指定位置；严禁摆放与实验无关的个人物品；严禁在实验室饮食或抽烟。

4.8. 禁止将自己的账号借给他人使用，尤其不可借给未取得操作权限的人使用，一经发现，直接取消使用资格。

4.9. 严格遵守学校规章制度，有毒废物、试剂、器皿、利器等分类回收。

4.10. 实验室人员离开前必须认真检查实验室的水、电、气是否关闭，离开时随手关门。

4.11. 仪器操作过程中出现异响、异味、冒烟等异常现象时，请第一时间联系实验室技术人员，不得擅自修理设备。

4.12. 因违规操作或其他失误造成安全事故，相关责任人将受到通报批评及相应处罚。

## 5. 电镜实验室仪器设备管理规范

### 5.1. 双束电镜 Helios 5 UX 使用制度

该仪器遵从学校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。

双束电镜 Helios 5 UX 使用方案分为四类：

(1) 培训测试：用户提出培训申请，技术人员安排培训。培训内容包括：实验室规章制度说明、双束电镜基本原理、硬件构造及各部分功能介绍；常规样品制样、quickloader 进样、仪器的标准操作流程、控制软件 (xT microscope Server 等) 操作、电子束成像。该过程中用户在技术人员指导下进行操作仪器。

(2) 自主测试-初级：用户独立制样、进样；独立操作双束电镜 Helios 5 UX 进行离子束成像、Pattern 制作，使用离子束进行常温 TEM 样品的制备。

(3) 自主测试-高级：用户独立制样、进样、独立操作双束电镜；除初级操作外，冷台 TEM 样品的制备、AutoTEM 5 软件的使用、TOF-SIMS 测试分析、三维重构测试等。

(4) 送样测试：用户预约时提供样品信息及测试要求；用户负责制样，技术人员操作仪器并给出测试结果；

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”（以下简称大仪系统）进行预约，并按照规定登记预约信息。

**注：因双束电镜 Helios 5 UX 操作比较复杂，每个课题组限培训一名用户进行自主上机。**

### 5.2. 预约制度

为充分利用仪器效能、服务全校科研工作，根据测试内容与时间的不同，材料电镜



实验室制定了双束电镜 Helios 5 UX 的 7\*24 小时预约制度，根据预约制度可登陆大仪系统网站最少提前 2 小时预约机时，包括周末；国庆、春节假期等较长的假期，预约制度根据学校和平台要求及时调整。

请严格遵守预约时间使用仪器，无故迟到、使用超时均属于违规，违规次数过多将会通报或者禁用仪器（视情节严重情况进行处罚）。如需调换时间段，在技术人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人员。

| 预约时段  |   | 预约时间/每人                | 测试内容      |
|-------|---|------------------------|-----------|
| 工作时间  | 周一至周五：<br>08:30 至 17:30                               | 每人次可预约机时 $\geq 30$ min | 自主测试，送样测试 |
| 非工作时间 | 周一至周五：<br>17:30 至次日 8:00<br>周末及节假日：<br>09:00 至次日 8:00 |                        | 自主测试      |

- (1) 校内使用者须经过技术人员的实验操作培训，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；
- (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人员，以便尽快维修或报修，隐瞒不报者将被追究责任，加重处罚；
- (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) 不可擅自做除培训操作之外的测试，如有需求请务必联系技术人员；
- (6) 原始数据不允许在仪器电脑中删改，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数据同步系统保存和下载原始数据至本地电脑；实验数据在本实验室电脑中保留 2 个月(暂定，根据情况若硬盘允许数据保存时间延长)。
- (7) 使用者应保持实验区域的卫生清洁，测试完毕及时带走样品，实验室不负责保管样品。
- (8) 材料电镜实验室为用户提供平面钉台、导电胶带等制样工具，请合理使用，用户不得私自带走。Cu/Mo grid、高弹膜盒、自吸附膜盒收费使用。
- (9) 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、学生均可提出培训申请，由技术人员安排时间进行培训，培训分为三部分：

第一部分：由实验室技术人员介绍实验室规章制度、安全管理规范、仪器设备原理、基本硬件知识。

第二部分：上机培训，内容包含：样品的制备、仪器标准操作规程、相应数据处理。

第三部分：上机培训结束后，培训者需根据实验安排，使用自己的样品进行预约上机测试（建议两周以内），在技术人员的监督下进行独立操作。待培训申请人觉得可以独立操作后向技术人员申请进行上机考核。

考核通过之后，技术人员会给予培训者授权，培训者即可独立使用仪器，但仅限在其用户级别所允许的可操作实验范围内使用。个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。

**注意：**培训中的第一部分和第二部分需要用户在一周内完成（特殊情况除外），否则需要重新进行培训；培训通过后用户需保证每两个月至少 1 次的自主上机测试，若超过该时间则需要重新联系仪器负责人重新考核，否则将无法预约该仪器设备。考核不达标者需要重新申请培训，且培训费用是初次培训的 1.5 倍。

对接受培训人员的核心要求：

(1) 熟悉双束电镜原理、构造及各部分的功能，严格遵守仪器部件的操作顺序，在突然停电时能及时处理并上报，关注仪器各部件有无异常；

(2) 熟练掌握 SEM Quattro S 以及能谱软件系统，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，特别注意移动或倾转样品台撞到极靴或探测器，使用 EDS 探头、背散射探头、TOF-SIMS 探头后不要忘记退出等问题（此种情况属人为事故，所属课题组须承担维修费用），认真做好双束电镜的使用及故障记录。

### 5.4. 仪器故障报告

(1) 仪器使用过程中，仪器出现故障及错误提示信息时，应立即通知技术人员；

(2) 请在第一时间将故障及错误提示信息截屏，并保存在桌面“Error Report”文件夹，截屏文件命名请按照“导师名-用户名-样品名-故障时间（具体到分钟）”；在《仪器设备使用记录本》的备注栏做简单说明。

## 6. 双束电镜 Helios 5 UX 系统介绍及 SEM 模块操作流程

### 6.1. 仪器介绍

#### 6.1.1 基本信息

双束电镜 Helios 5 UX 主机（包括真空系统、电子束镜筒、离子束镜筒、探测器 Detectors、气体沉积系统、样品台、控制和图像处理系统）；检测器包括二次电子探测器 ETD、TLD、ICE、ICD、MD、可伸缩定向背散射电子探测器 ABS/CBS。样品室内配备等离子清洗装置, 红外 CCD 相机, 样品导航相机 Nav-Cam; 配备能谱仪 EDS (Oxford, AZtecLive Ultim MAX100); 配备飞行时间二次离子质谱仪 TOF-SIMS (Tofwerk); 配备消磁防震系统。

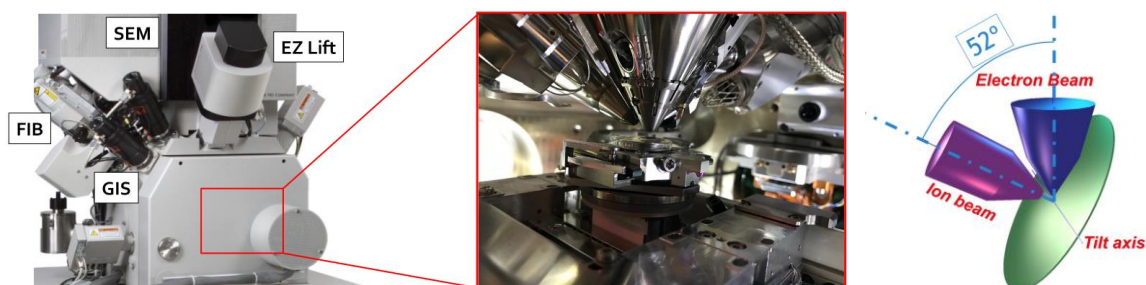


图 6.1-1 双束电镜 Helios 5 UX 的构成

#### 6.1.2 仪器主要技术参数:

电子束分辨率: At optimum WD: 0.6nm@15kV, 0.7 nm @1 kV, 1.0 nm @ 500 V (ICD);

At coincident point: 0.6 nm @ 15 kV, 1.2 nm @ 1 kV;

离子束分辨率: 2.5 nm@30kV, 323.7nm@500V;

TOF-SIMS 分辨率: 质量分辨  $M/\Delta M$  FWHM >700; 检测质量范围 (Th): 1-500; 横向

空间分辨率: 50nm; 深度分辨率: 10nm; 检测限: ppm;

EDS 分辨率: Mn K $\alpha$  优于 127eV, F K $\alpha$  优于 64eV, C K $\alpha$  优于 56eV;

电子枪类型: 肖特基 (ZrO/W) 场发射灯丝, 电子束束流范围 1.6pA~100nA;

电子束放大倍数: 74~3457649;

电子束加速电压范围: 350V~30kV;

最大 FWD: 2.3mm@4mm WD;

离子枪类型: 液态 Ga 离子源, 离子束束流范围 1pA~65nA;

离子束放大倍数: 297~2072000;

离子束加速电压范围: 500V-30kV;

最大 FWD: 0.7mm@beam coincidence point;

GIS 源类型: W (Tungstem,  $W(CO)_6$ ), Pt (PT(10),  $(CH_3)_3Pt(CpCH_3)$ ), C (Naphthalene,  $C_{10}H_8$ )。

双束电镜 Helios 5 UX 如图 6.1-1 所示:



图 6.1-2 双束电镜 Helios 5 UX 系统图示

## 6.2. 样品准备

(1) 测试样品必须完全干燥, 不含真空下会挥发的水分或溶剂等, 必要时, 可将样品放在烤灯下烘烤 5-10 min。

(2) 块体样品厚度一般不能超过 5mm;

(3) 粉末样品建议使用合适的溶剂分散到导电衬底上, 或用其他方式分散样品, 以方便单个颗粒的 TEM 样品制备。

(3) 使用导电胶带将样品固定在相应的样品台(钉型台或 TEM 制样夹具)上, 然后将样品台固定在进样 shuttle 上; 请务必将样品牢固的粘贴于样品台上, 否则进行高分辨拍摄时, 会出现样品漂移现象, 影响图片质量, 还有可能损坏仪器。

(4) 进行 TEM 样品制备时, 需要将装有 Cu grid 或 Mo grid 的 Rowbar 和样品同时固定在 shuttle 上。grid 安装时, 应尽量保证上表面与样品台平行。

(5) 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。

(6) 如果测试样品导电性较差，装样前需要喷镀适当厚度的导电层。

(7) 一般不进行磁性样品的测试。如有相关需求，需要和技术人员提前沟通。

注 1: 品安装时，应保持整个样品台上的样品高度一致，高度相差很大的样品要分批放入，否则切换样品观察时，有可能会撞到镜头系统或探测器。

注 2: 接触样品台、样品托等所有要进入电镜 Chamber 的零件，必须带手套，否则可能会引起电镜真空系统的污染。

### 6.3. 登录系统

(1) 检查开机状态。双束电镜 Helios 5 UX 正常情况下会保持开机状态，绿灯 OPERATE 常亮。如果不是该状态，请停止操作，并联系仪器负责人。

(2) 电脑开机。(如果电脑已经开启，则跳过本步骤)


开机后选择电脑用户，用户名：User，密码：user。

注：MPC、SPC、TOF-SIMS 和 EDS 4 台电脑的用户名和密码相同。

(3) 登录大仪系统，输入账号和密码（只需要在 MPC 上登录）。

(4) 开启电镜软件。(如果软件已经开启，则跳过本步骤)

当右下角电脑通讯连接图标呈感叹号，表示主机与电脑通讯正常。打开软件“xT

microscope Server”，双击图标，待图 6.3-1 中右侧全部的绿灯亮起，点击“Start”如下图所示：

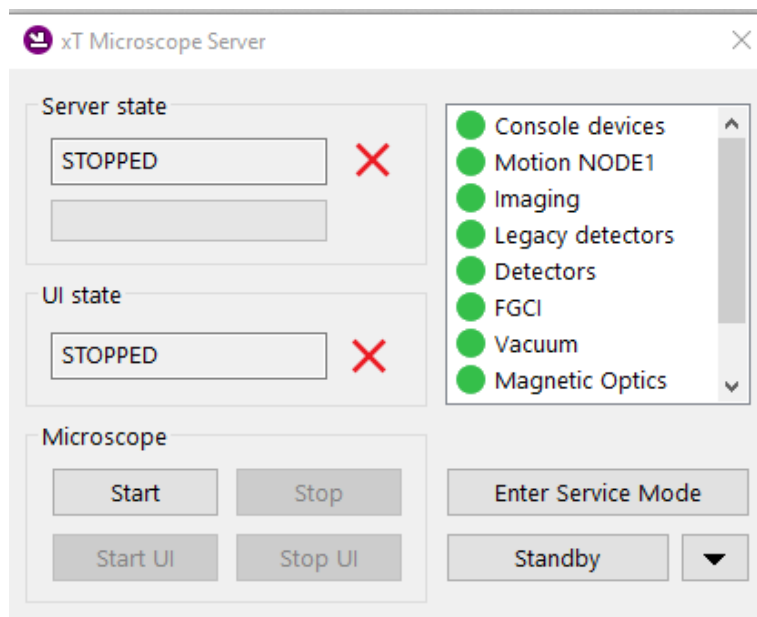


图 6.3-1

待 Server state 和 UI state 进度条完成，显示绿色√，如图 6.3-2 所示，双击窗口顶端，使窗口悬浮于顶端。

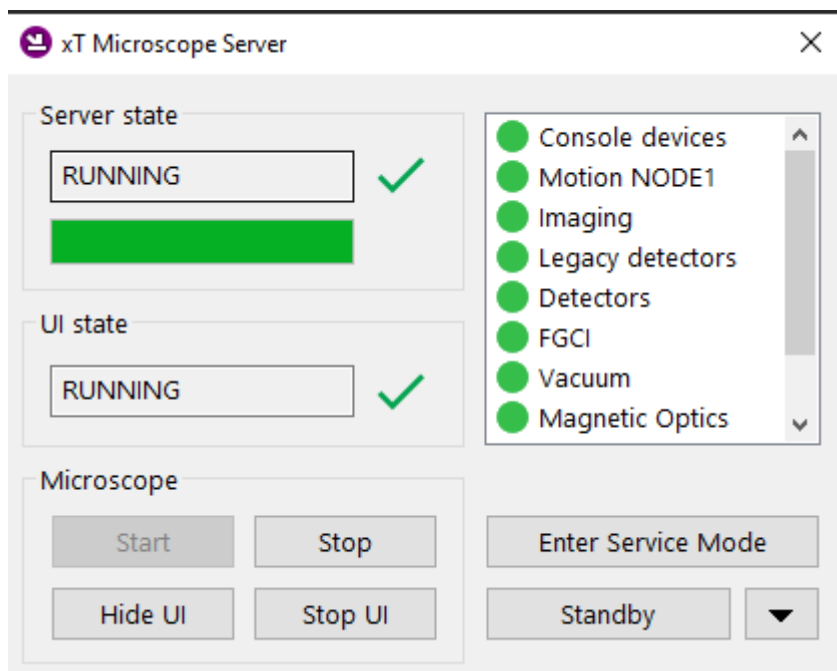


图 6.3-2

此时软件操作界面 UI 弹出，在下方弹窗中登录账户 Supervisor，密码相同，点击 Log On。



图 6.3-3 UI 登录界面

#### 6.4. 系统检查

测试前请逐项完成如下检查：



(1) 检查真空度。如图 6.4-1 所示，双击 UI 状态栏右下角的电镜图标，打开如图 6.4-2 所示的系统真空图。

除 Buffer 外，其他部分均显示绿色，表示系统真空正常。在使用记录本中记录系统真空状态 HVG（Chamber 真空度）。

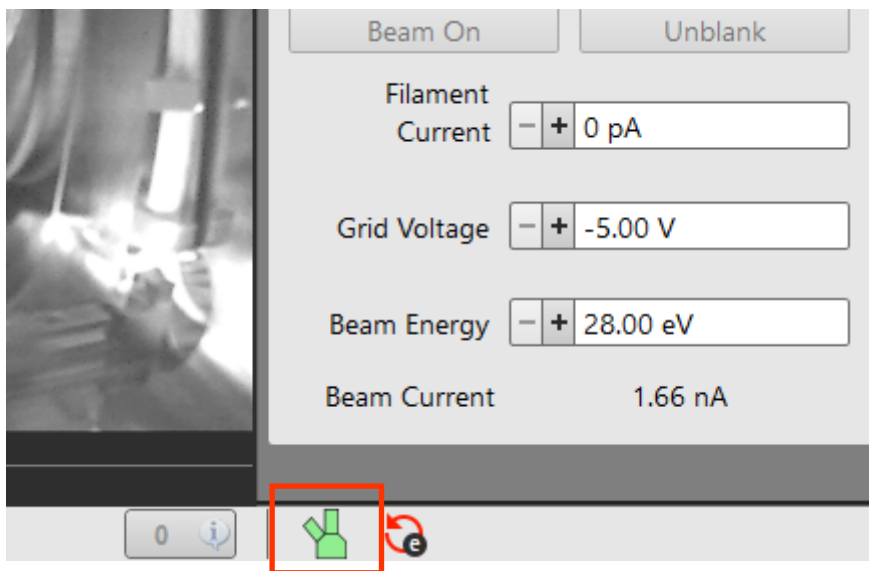


图 6.4-1

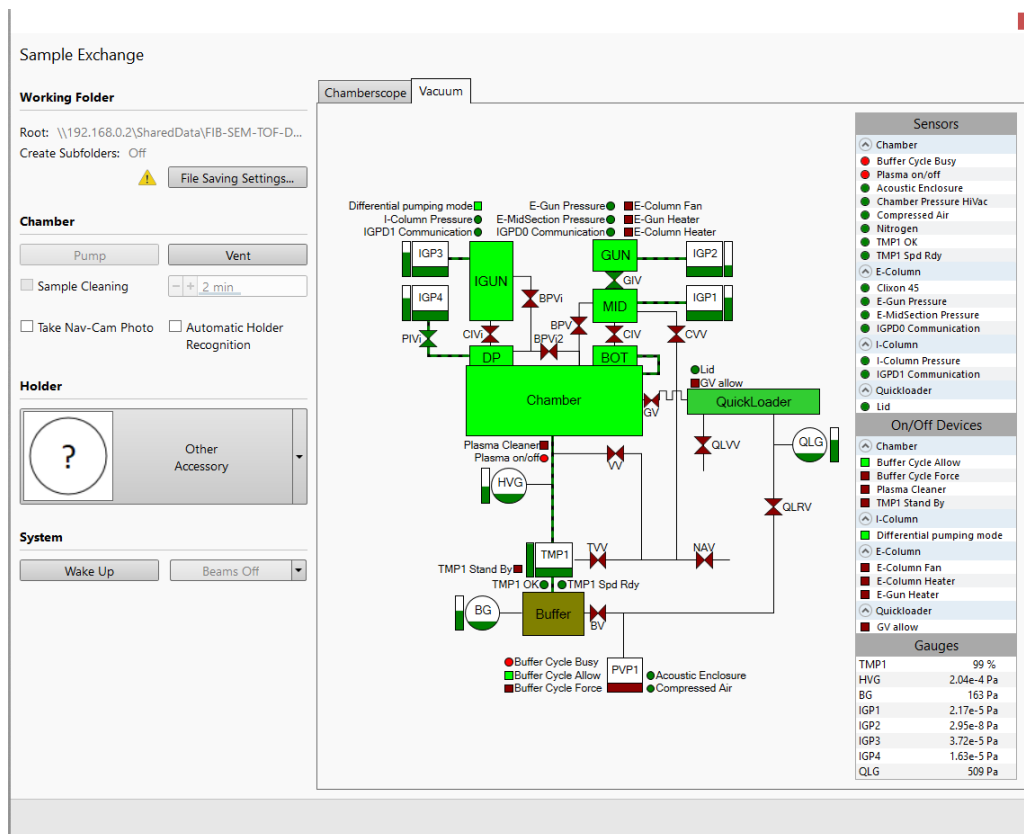


图 6.4-2 双束电镜 Helios 5 UX 系统真空图

(2) 检查并确保探测器 ABS/CBS、TOF-SIMS、EDS、GIS 源、Easylift、shutter 处于退出状态。在四个分屏中的右下屏，激活 Camera，可以从图像中观察探测器的位置情况。

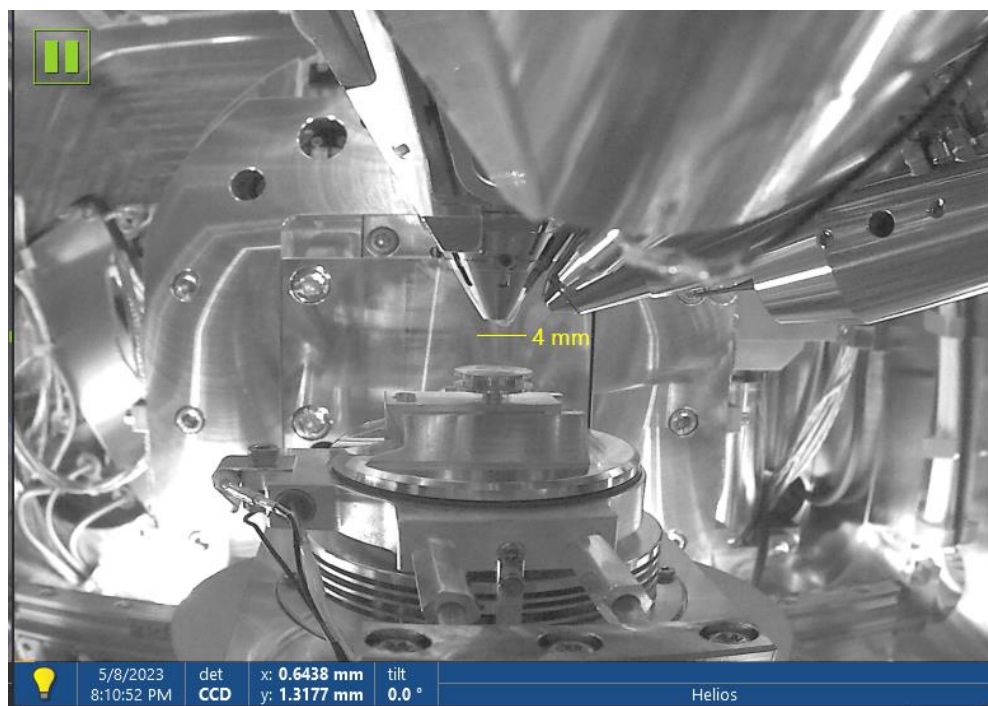


图 6.4-3 Camera 相机下腔体内部示意图

## 6.5. 样品传递



图 6.5-1 QuickLoader 图示

(1) 进样前，检查 Electron Beam 和 Ion Beam 是否都处于 Beam off 状态，若不是，需先关闭电子束和离子束后，进行后续操作。

(2) 点击“V”，vent 快速进样腔，等待约 30s，打开左右两侧的黑色固定阀，取下 QuickLoader。



(3) 将固定有样品的 shuttle 装于 QuickLoader 上, 关上 QuickLoader 仓门, 重新固定于快速进样腔接口上, 用左右两侧的固定阀固定好。

(4) 点击“P”, pump 快速进样腔, 待真空示意图中 QuickLoader 部分变绿后, 打开 QuickLoader 仓门; 再次点击“P”, pump 快速进样腔和 QuickLoader 部分, 待真空示意图中 QuickLoader 部分变绿后, 打开快速进样腔和 Chamber 之间的阀门, 将样品转移至样品台上。

(5) 等待 Chamber 真空抽至要求真空度, 系统真空图中 Chamber 变为绿色, 可进行下一步操作。

## 6.6. 样品观察及图片保存

(1) 样品台光学导航拍照。菜单栏中 Stage→Take Nav-Cam Photo 或者快捷键 Ctrl+Shift+Z, 导航图会出现在四分屏的左下。

(2) 开启 CCD 窗口至实时状态, 以观察样品台实时位置。

(3) 开启高压。待 UI 界面下方状态栏中的样品仓图标全部变绿 (Chamber Pressure 优于  $9 \times 10^{-3} \text{Pa}$ ), 才能点击“Beam On”, 图标变黄。

(3) 在导航照片中双击样品区域, 样品分析区域将移动至电子束极靴正下方。

**注:** 样品台移动过程中, 实验人员应密切观察 CCD 窗口下样品台位置, 同时左手放在键盘 ESC 位置, 尤其接近极靴附近时, 如果发现有碰撞的可能, 立即点击 ESC 键, 停止样品台移动。

(5) 开启扫描。先选择较小的放大倍数, 自动调节亮度对比度 (快捷键 F9)。建议找样品的初始条件: HV: 5kV; 束流: 0.4nA 或 0.8nA; 探测器: ETD。若样品对电子束敏感, 则降低电压开始。

(6) 聚焦、消像散:

- 调节聚焦的两个操作方法: (a) 长按鼠标右键左右拖动, 调节聚焦; (2) 使用 Joystick 上的 Focus 进行粗调 Coarse 和精细调节 Fine 聚焦。

**注:** WD 随鼠标右键移动的变化, 左小右大, 放大倍数低的时候变化尤其明显。


- 消像散: 如果在聚焦、改变电压电流条件时, 图像呈左右、上下或有正交方向的晃动/变形, 需要进行消像散 (建议每次只调试 1 个方向, 左右晃动沿 X 轴方向调试; 上下晃动沿 Y 方向调试; 正交晃动, 分别调试 X、Y 方向)。调试的最终状态为: 图像沿中心旋转, 或类似于脉搏的跳动感。消像散的两个操作方法: (a) 按住“shift+鼠标右键”左右/上下拖动, 分别消除 X、Y 方向上的晃动。(b) 使用

Joystick 上的 Stigmator 调节 X 和 Y 方向的像散。

- 消像散和调焦距要交替进行。像散消得干净的图片边界明锐，没有变形，在改变焦距的时候图像会有虚实变化，但是没有正交变形。

(7) Link Z to FWD。焦距调好之后链接样品台高度，将 WD 的数值赋予样品台的 Z 轴坐标。注意开启 CCD 窗口，确认是否有过高的样品。

方法：先调好聚焦、像散，点击图标  即可，链接前，Stage 界面中 Z 旁边的箭标

为红色向上；链接成功后，箭头变为灰色向下，图标变为 ，如图 6.6-1 所示。

注 1：Z 旁红色箭标向上，表示 Z 轴从零点向上移动的距离；箭标向下，表示极靴到样品表面的距离，即 WD。

注 2：如果样品对焦的区域位置较低，那么在移动样品台的时候要格外小心，必要时要将样品台移下来再平移，避免样品平移的时候高的样品撞到极靴。

注 3：任何需要移动样品台的操作，一定要先激活 CCD 窗口，实时观察，避免撞到。同时左手放在键盘 ESC 侧，随时准备停止样品移动。

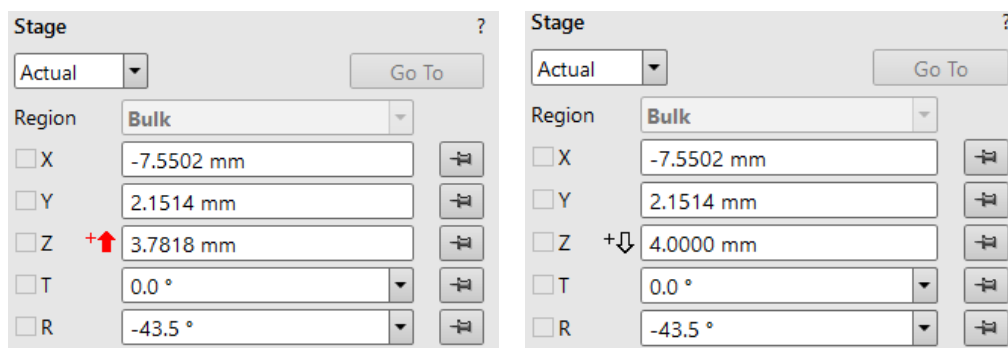


图 6.6-1 Link Z to FWD 操作前后 Z 坐标标识变化

(8) 完成 Link Z to FWD 后，在 stage 的 Z 坐标处输入 4.0，点 enter，样品台高度移至 4mm 标记线附近。F9 自动调节亮度对比度之后，调节聚焦、像散，再次点击“Link Z to FWD”图标，若 Z 值发生变化，则重新输入 4.0，点 enter。

(9) 聚焦、像散、对比度达到满意效果之后，选择合适的扫描条件，进行电子束图像采集。

注：建议在高一倍的倍数下调焦消像散，回到低一倍的倍数下拍照。

(10) 待图像冻结后，在菜单栏中选择 File→Save as，修改路径及文件名。保存路径为：Quick access: ShareData\FIB-SEM-TOF-DATA\PI 课题组\用户姓名\日期。

注 1: FIB MPC 图片数据、SPC 冷台数据、EDS 数据均可通过 Quick access 选择文件存储路径, TOF-SIMS 数据需要在文件夹中建好数据文件后, 复制链接到存储路径编辑界面。

- (11) 图像保存后, 直接点击 S1, 可继续拍图。
- (12) 在菜单栏选择 File→Open, 可以快速打开图像保存的目录。
- (13) 样品高倍成像和拍照条件:

应根据样品不同选用合适的电压, 配合合适的工作距离成像。如果后续继续使用离子束进行 TEM 样品的制备、TOF-SIMS 分析等, 拍照条件建议选择 5kV/0.4nA/5us/1536\*1024, 得到一张清晰的图像即可。

## 6.7. 结束 SEM 实验

- (1) 观察结束或者长时间不观察样品, 务必关闭高压, 点击“Beam On”使按钮呈灰色。
- (2) 激活 CCD 视窗, 降低样品台至安全高度, 退出 ABS/CBS 等可伸缩探头(如用到, 需用完就退出)。
- (3) 使用 QuickLoader 将样品传出。点击“P”, pump 快速进样腔, 待真空示意图中 QuickLoader 部分变绿后, 打开 QuickLoader 仓门, 将样品托从样品台上取下, 关闭快速进样仓仓门; 点击“V”, vent QuickerLoader 腔体, 取下 QuickerLoader; 取出样品后, 将 QuickerLoader 重新装回快速进样转接口上, 点击“P”, 确认真空示意图中 QuickLoader 部分变绿即可。
- (3) 退出账号, 收拾桌面和制样区, 做好使用登记。离开实验室带走个人相关物品

## 7. 双束电镜 Helios 5 UX FIB 模块操作流程


### 7.1. 确定共心高度 (Eucentric position)

(1) 点击 Control Pages 第一项 Beam Control 中“Wake Up”，打开电子束和离子束。

(2) 电子束下观察样品，找个合适的特征参考点（后续 tilt 样品台时，此参考点需要手动调至中心水平线上），调节聚焦、像散、Link Z to FWD 后，保证可以得到清晰的图像。

注：如果没有合适的参考点，可以在电子束下沉积保护层后，以保护层作为参考。

(3) 分别激活电子束、离子束窗口，点击工具栏中 zero beam shift in active display

按钮 ，清零 beam shift。

(4) 在 stage 坐标中 T 输入 10.0，点 enter 后，样品台会自动 tilt 10°，tilt 完成后，观察参考点位置，若偏离中心水平线，则通过调节 Stage Z 的 Down/Up，使参考点移至中心水平线上。

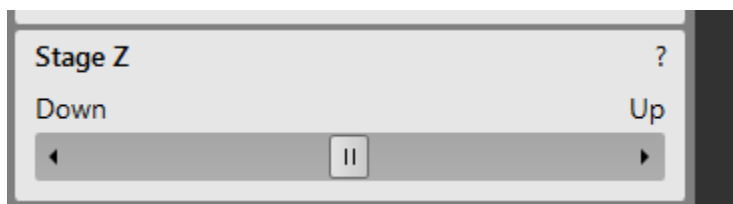


图 7.1-1 Control pages 第二项 Navigation 中的 Stage Z 模块


(5) 在 stage 坐标中 T 输入 52.0，点 enter 后，样品台会自动 tilt 52°，tilt 完成后，观察参考点位置，若偏离中心水平线，则通过调节 Stage Z 的 Down/Up，使参考点移至中心水平线上。

(6) 激活离子束窗口，在 30kV/41pA 条件下，调节聚焦、像散，获得清晰的图像，观察参考点与中心水平线相对位置。若参考点 Z 方向距离中心水平线较远，则说明电子束下 Eucentric position 不合适，一般原因是聚焦、像散没有调好。此时，返回电子束界面，tilt 样品台回 0°，重新调节聚焦、像散，重复 (3) - (5) 的操作，直至参考点在离子束下成像和中心水平线 Z 方向偏差在 10um 以内。若参考点与中心水平线 Z 方向偏差在 10um 以内，则说明 Eucentric position 位置确定没有问题。

注：tilt 样品台过程中，左手应时刻放在键盘 ESC 处，若发现有任何碰撞风险，立即点击 ESC 停止样品台移动。

### 7.2. 沉积保护层

### 7.2.1 电子束沉积保护层（需要保护样品极表面信息时使用）

(1) 电子束 2kV/6.4nA 条件下，调节获得清晰图像后，点击工具栏  按钮，获得一张清晰的图像。

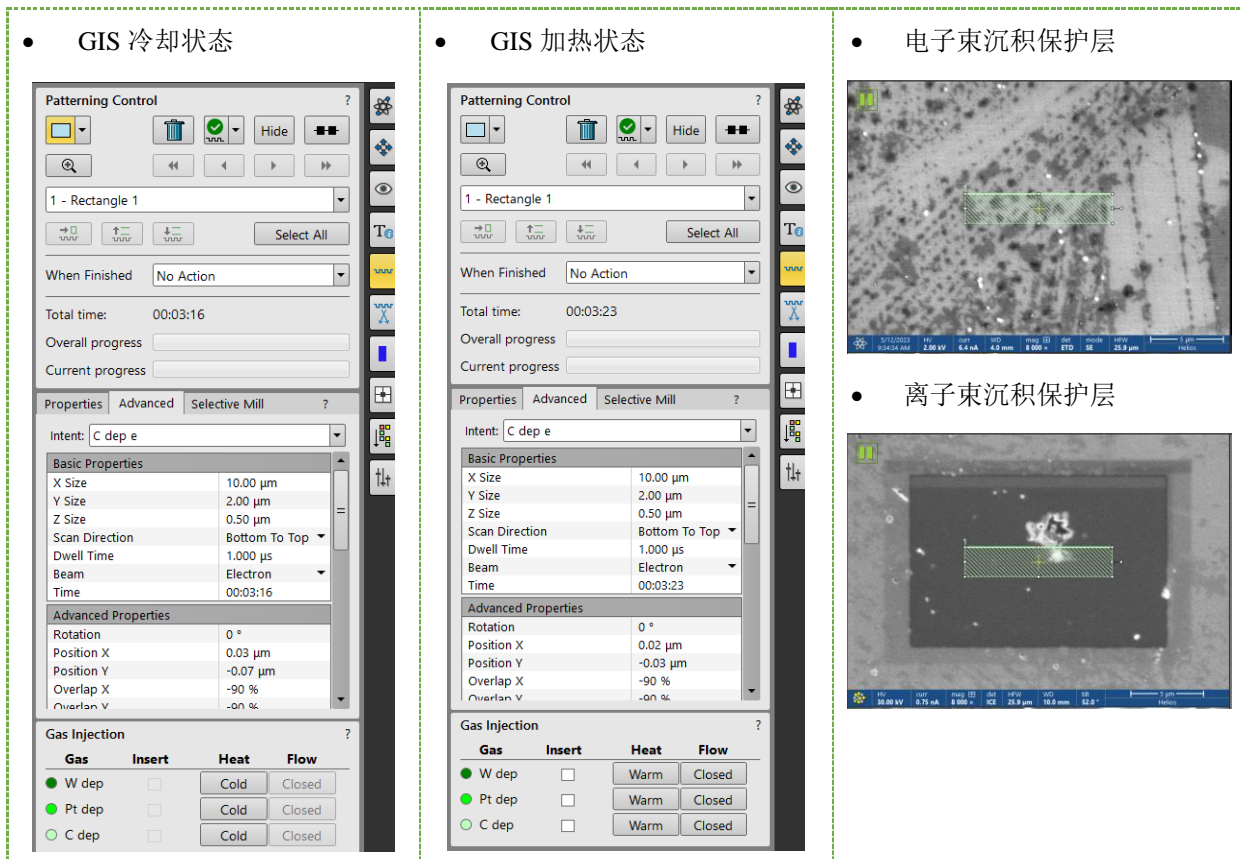


图 7.2-1 Control pages 第五项 Patterning 模块

(2) 在 Patterning 模块的“Patterning Control” 中选择 Rectangle Pattern，在目标区域画一个矩形框 pattern，设置 pattern 尺寸为“10um×2um×0.5um”，Intent 选择“C dep e 或 Pt dep e 或 W dep e”（选择哪种保护层，根据材料不同情况确定）。

(3) 在 Gas Injection 模块中打开相应的 GIS 源，点击 cold 后，源开始加热，当状态由 cold 变为 warm 后，说明 GIS 源处于可用状态，在 Insert 列勾选相应的 GIS 源，会弹出提示框，点“OK”，选定的 GIS 源将进到预先设定好的位置。

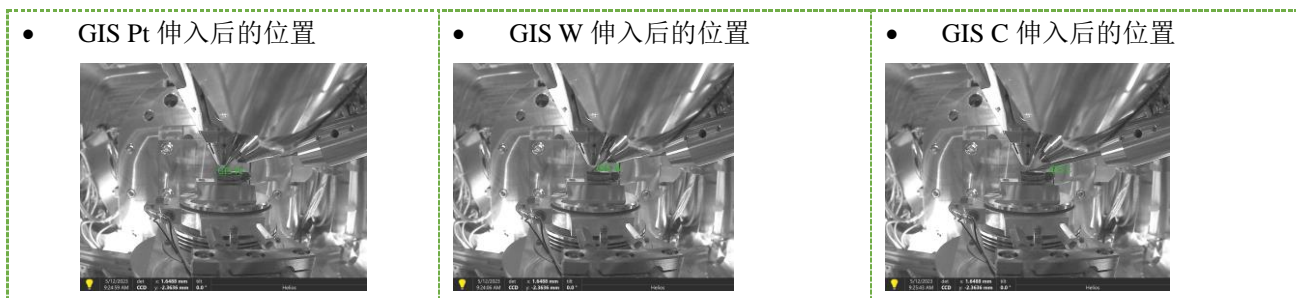





图 7.2-2 三种 GIS 源伸入后的位置图示



(4) 点击工具栏中“Start Patterning in Display1”按钮， patterning 程序即开始运行，时间进度栏显示绿色，同时显示倒计时。Patterning 过程中，点击，则暂停当前 Patterning 程序，再次点击可以继续程序运行；点击，则停止当前 Patterning 程序。


(5) Patterning 程序运行完成后，退出 GIS 源，切换电流电压至 5kV/0.4nA，调节图像拍照，观察沉积效果，若厚度可以，则开始离子束沉积保护层。

### 7.2.2 离子束沉积保护层

(1) 调节 Eucentric position。

(2) 离子束 30kV/0.75nA 对电子束沉积区域（或计划沉积区域）进行 snapshot 拍照。

(3) 在 Patterning 模块的“Patterning Control”中选择 Rectangle Pattern，在目标区域画一个矩形框 pattern，设置 pattern 尺寸为“10um×2um×1.5um”，Intent 选择“C dep 或 Pt dep 或 W Small”（选择哪种保护层，根据材料不同情况确定）。

(4) 在 Gas Injection 模块中插入相应的 GIS 源，点击工具栏中“Start Patterning in Display1”按钮， patterning 程序即开始运行。

(5) Patterning 程序运行完成后，退出 GIS 源，snapshot 刷新电子束及离子束界面图像，观察沉积效果。

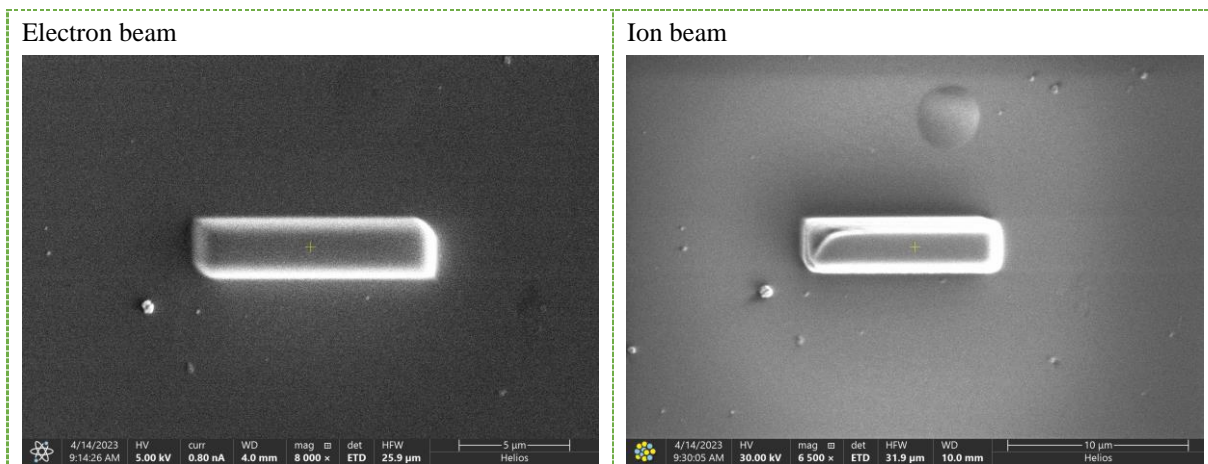


图 7.2-3 电子束及离子束沉积保护层效果图

### 7.3. 常温制备截面 TEM 样品

(1) 上样：将样品和 grid 同时固定在 TEM 制样夹具上，夹具固定在样品托上，通过 QuickLoader 将样品托传至腔体 shuttle 上。

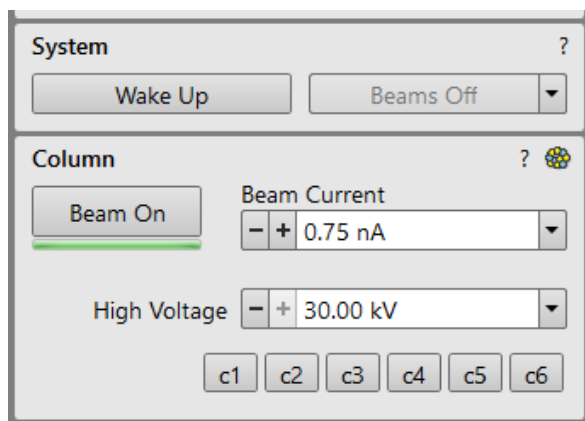
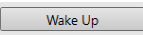


图 7.3-1 电子束和离子束控制模块

(2) **抽真空：**等待抽真空，待系统真空图中 Chamber 由棕色变绿色后，说明真空已达标。

(3) **开束流：**Beam Control 中 System 模块，点击 Wake Up 图标  打开电子束和离子束。

(4) **沉积电子束保护层：**电子束下调节图像（建议电子束 5kV/0.4nA），进行电子束保护层的沉积（建议电子束 2kV/6.4nA）。

注：如果不关心材料极表面信息，此步可跳过。

(5) **共心高度：**参照 7.1 的程序确定 Eucentric position。

(6) **沉积电子束保护层：**样品台 tilt 52° 后，参照 7.2.2 的程序进行离子束保护层的沉积（建议离子束 30kV/0.75nA）。

(7) **凹坑（建议离子束 30kV/9.9nA）：**

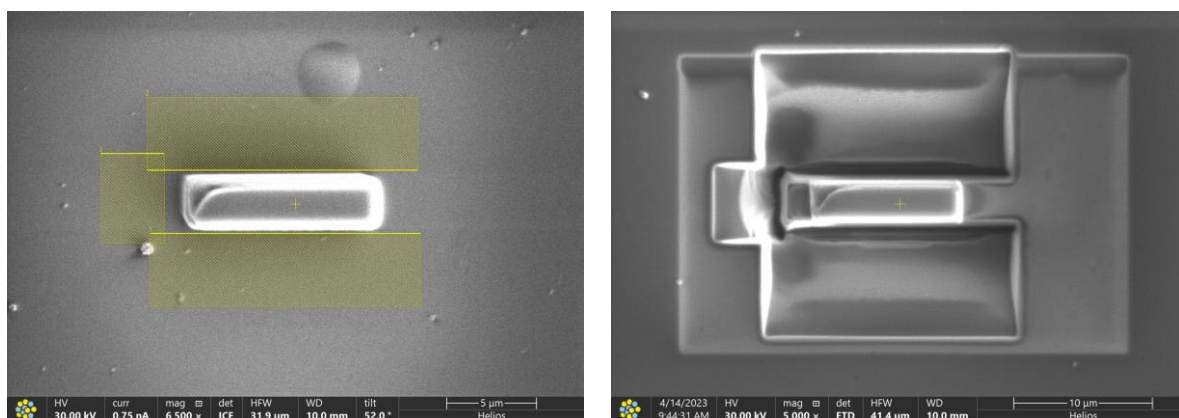



图 7.3-4 凹坑 Pattern 示意图及凹坑后的样品图

① 调节离子束束流至 9.9nA，点击工具栏图标插入 shutter，以保护 MD Detector 不受强离子束流的损坏，snapshot 刷新离子束界面图片，如果图片显示不清晰，则可以通过手动调节 Brightness 和 Contrast 后，再次刷新查看，直至图片清晰。

注：当离子束束流大于等于 9.9nA 时，一定要先插入 shutter 后，才能进行离子束界面图片的刷新，否则会对 MD Detector 造成损坏。

② 在保护层下侧画 RCS Pattern (Regular Cross Section Pattern)，建议 X/Y/Z 尺寸设置为 18um×8um×10um，Scan Direction 设置为 Bottom to Up，其他参数可保持默认。设置完成后，点 Start Patterning，程序开始运行。程序运行结束后，snapshot 刷新图像查看效果。

③ 在保护层上侧画 RCS Pattern (Regular Cross Section Pattern)，建议 X/Y/Z 尺寸设置为 18um×8um×10um，Scan Direction 设置为 Up to Bottom，其他参数可保持默认。设置完成后，点 Start Patterning，程序开始运行。程序运行结束后，snapshot 刷新图像查看效果。

④ 在保护层左侧画 RCS Pattern (Regular Cross Section Pattern)，建议 X/Y/Z 尺寸设置为 5um×5um×10um，Scan Direction 设置为 Left to Right，其他参数可保持默认。设置完成后，点 Start Patterning，程序开始运行。程序运行结束后，snapshot 刷新图像查看效果。

⑤ 离子束束流调至 2.6nA，退出 shutter，snapshot 刷新图片。

#### (8) 预减薄 (建议离子束 30kV/2.6nA):

① 样品台 tilt 54°，离子束 30kV/2.6nA 条件下 snapshot 刷新图片，在沉积层下侧画 CCS Pattern (Cleaning Cross Section Pattern)，建议 X/Y/Z 尺寸设置为 16um×0.7um×10um，Scan Direction 设置为 Bottom to Up，其他参数可保持默认。设置完成后，点 Start Patterning，程序开始运行。程序运行结束后，snapshot 刷新图像查看效果。

② 样品台 tilt 50°，离子束 30kV/2.6nA 条件下 snapshot 刷新图片，在沉积层下侧画 CCS Pattern (Cleaning Cross Section Pattern)，建议 X/Y/Z 尺寸设置为 16um×0.7um×10um，Scan Direction 设置为 Up to Bottom，其他参数可保持默认。设置完成后，点 Start Patterning，程序开始运行。程序运行结束后，snapshot 刷新图像查看效果。

③ 一般每侧执行一次预减薄即可，但如果发现边缘仍较粗糙，可再次执行上述①~②操作。预减薄完成后，tilt 样品台至 52°，snapshot 刷图，可选择保存图片。



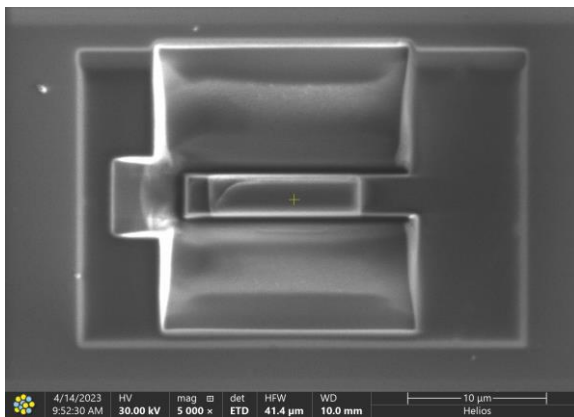


图 7.3-5 预减薄后的样品图

**(9) U 型切 (建议离子束 30kV/2.6nA):**

① 将样品台 tilt 至 0°，保证目标区域尽可能都在 SEM 和 FIB 窗口中心：首先，将 SEM/FIB 的 beam shift 归零；然后，观察电子束窗口中的目标区域是否在窗口中心，若不在，则双击鼠标左键，将目标区域移至窗口中心；再然后，在 30kV/41pA 下打开离子束窗口，观察目标区域是否在窗口中心，若不在，则调整 Z 高度，将目标区域调整至中心水平线上，再用 beam shift 将目标区域拉至离子束窗口中心。

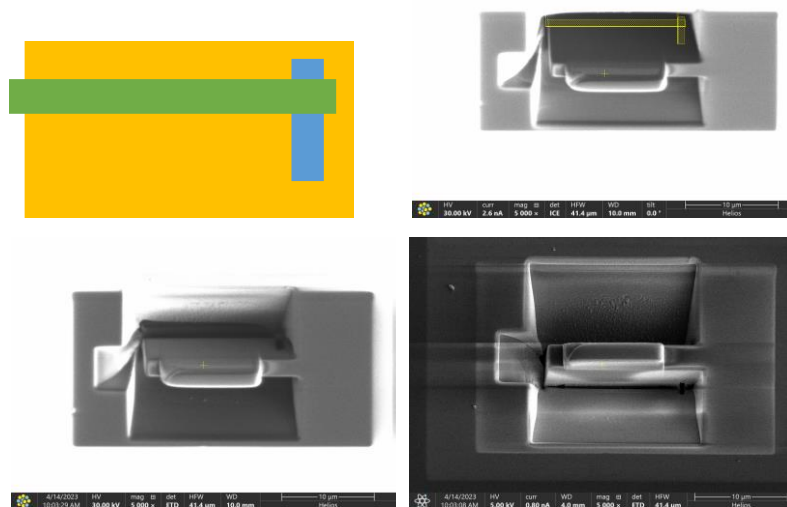


图 7.3-6 U 型切 Pattern 示意图及 U 型切后的样品图

② 在沉积层的上侧画 2 个 Rectangle Pattern，1 个 X 方向，一个 Y 方向，二者之间部分重叠，具体如 7.3-6 示意图所示。2 个 Pattern 并联后，点 Start Patterning 运行程序。程序运行完成后，可通过电子束及离子束下观察确保底部完全切穿。

③ 确保底部完全切断 (可选步骤)：可将样品台 tilt 10-35°，在电子束窗口中观察图像，看底部是否有连接，如图 7.3-7 (a) 所示。若无法确定底部已截断，则再次将样品台 tilt 至 54°，采用

CCS Pattern 对底部进行修整，如图 7.3-7 (b) 所示。完成 CCS Pattern 修整后，将样品台重新 tilt 至 0°。

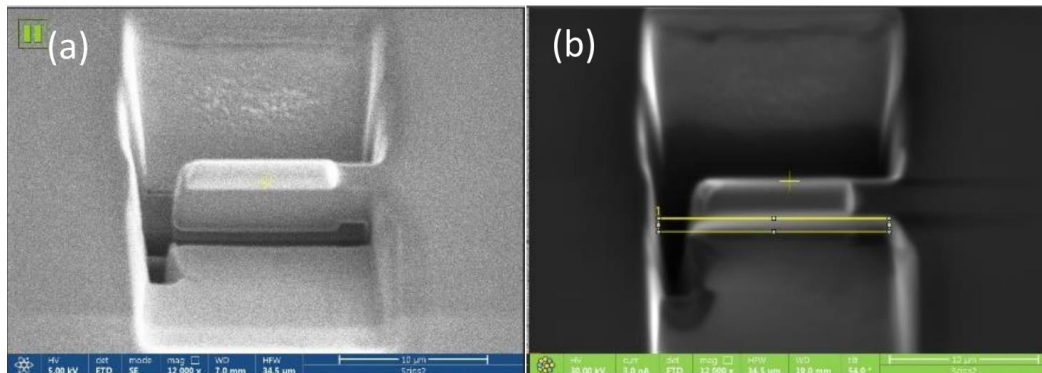


图 7.3-7 确保底部截断示意图

**(10) 薄片转移至 Easylift 针尖上（离子束，建议转移过程 30kV/41pA，焊接过程 30kV/0.26nA，切断过程 30kV/2.6nA）：**

① 离子束束流调至 41pA，调小放大倍数，保证可以在视野下同时看到样品薄片区域、GIS 针和 Easylift 针。激活离子束窗口至实时观察状态。先伸入 GIS-C，再伸入 Easylift（Control Pages 中第七项 Easylift 控制模块，选择 Park position，点 Insert），如图 7.3-8a 所示。

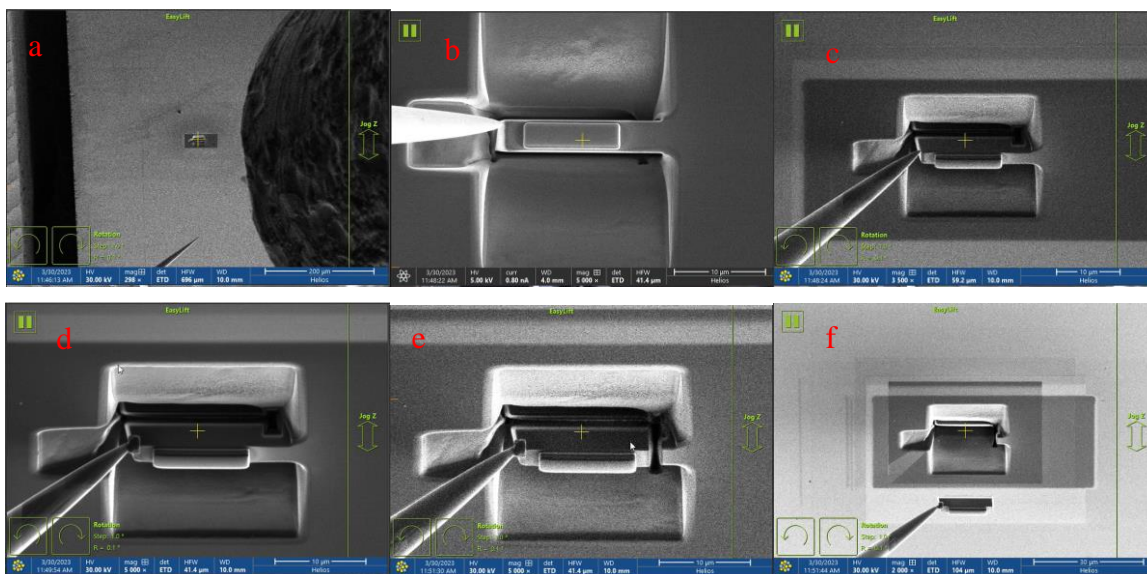


图 7.3-8 薄片转移至 Easylift 过程示意图

② 离子束界面下，在 Jog Z 窗口中，按住鼠标左键向下拖，将 Easylift 针尖向上移动至薄片附近；在电子束窗口下调节 X、Y 方向，使 Easylift 针尖接近薄片左上边缘；在离子束界面下，继续调节 Jog Z，使 Easylift 针尖 Z 方向接近薄片左上边缘。反复调节，直至达到图 7.3-8b/c 中的效果。

③ 离子束切换至 30kV/0.26nA 条件下，刷新图片，在 Easylift 针尖和薄片接触区域，画 Rectangle

Pattern, 选择 C dep, 将 Easylift 针尖和薄片焊接在一起, 如图 7.3-8d 所示。

④ 离子束切换至 30kV/2.6nA 条件下, 刷新图片, 在薄片右侧 U 型切区域画 Rectangle Pattern, 选择 Si milling Intent, 切断薄片与样品本体连接部分, 如图 7.3-8e 所示。

⑤ 离子束切换至 30kV/41pA 条件下, 激活窗口实时观察, Jog Z 区域, 按住鼠标左键向上拖动, 将薄片向下移动, 远离样品本体区域, 如图 7.3-8f 所示。移动过程中尽量慢, 观察是否有未切断部分, 防止引起 Easylift 与薄片焊接部分断开。

⑥ 退出 Easylift (Control Pages 中第七项 Easylift 控制模块, 选择 Park position, 点 Go To, 然后点 Retract), 退出 GIS-C。

### (11) 将薄片从 Easylift 针尖转移至 Cu/Mo Grid 上 (离子束, 建议转移过程 30kV/41pA, 焊接过程 30kV/0.26nA, 切断过程 30kV/1.2nA):

① 将 SEM/FIB 的 Beam Shift 归零, 找到 Grid 所在位置, 在电子束窗口中调节, 确定 Eucentric Position。此时通过电子束可以直接观察 Grid 顶端, 可测量 Grid 顶端厚度, 待后续使用。

注: 因 Grid 装载方向与样品台垂直, 故样品台 tilt 0°时, Grid 顶端与电子束平行, 与离子束成 52°夹角, 此即为将薄片从 Easylift 转移至 Grid 上的角度。若使用其他角度 Grid 夹具, 角度同理换算。

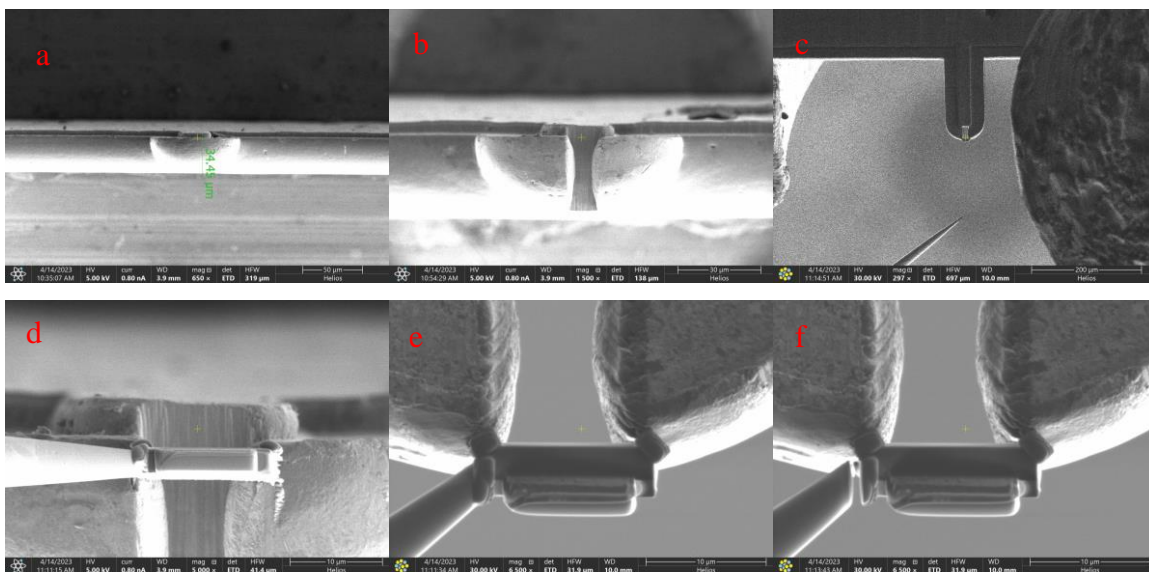


图 7.3-9 将薄片从 Easylift 转移至 Grid 上的过程示意图

② 离子束 30kV/41pA 确定共心高度合适。切换至 30kV/52nA 条件下, 插入 shutter, 刷新图片。在 Grid 顶端画 CCS Pattern, 尺寸可设置为 9um×20um×35um, Scan Direction 设置为 Bottom to Up, 其他参数默认。运行程序, 在 Grid 顶端挖一个小坑, 主要为避免后续减薄过程带来反沉积。凹坑完成后, 调节离子束束流至 41pA, 退出 shutter, 刷新图片。

③ 离子束 30kV/41pA 条件下, 缩小放大倍数, 激活离子束窗口实时观察, 先伸入 GIS-C, 再伸

入 Easylift。离子束界面调节 Z，电子束界面调节 X、Y，使薄片靠近 Grid 顶端上表面。

④ 调节离子束条件至 30kV/0.26nA，在薄片与 Grid 接触的两个角上面画 Rectangle Pattern，尺寸根据实际情况调节，运行程序，将薄片与 Grid 焊接在一起。Snapshot 刷新图片，确保焊接牢固。

⑤ 调节离子束条件至 30kV/1.2nA，在薄片与 Easylift 连接部分靠近 Easylift 一侧画 Rectangle Pattern，尺寸根据实际情况调节（Z 建议设 1-2um），运行程序，切断连接部分，使 Easylift 与薄片分离。Snapshot 刷新图片，确保完全切断。若一次不能完全切断，可多次切割。

⑥ 调节离子束条件至 30kV/41pA，缩小放大倍数，激活离子束界面实时观察，先退出 Easylift，再退出 GIS-C。

⑦ 将样品台 target 模式下 tilt 至 52°，relative 模式下 rotate 至 180°。此时薄片与离子束处于平行角度，与电子束夹角 52°。

**(11) 样品减薄：离子束束流由大到小顺序减薄，建议 1.2nA~0.75nA/0.26nA/90pA**

① 找到样品位置，将目标区域调整至 Eucentric position，准备开始减薄。

② target 模式下，样品台 tilt 至 52.7° 和 51.3°，采用 CCS pattern 分别完成下部和上部的粗减薄过程（30kV，1.2nA~0.75nA，深度 3-6um，大小可调，电子束中实时观测减薄过程）。此过程将厚度减薄至约 300-500nm。

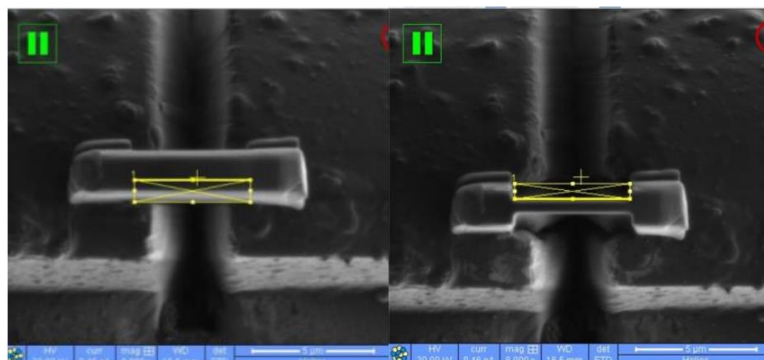


图 7.3-10 样品粗减薄

③ target 模式下，样品台 tilt 至 52.7° 和 51.3°，采用 CCS pattern 分别完成下部和上部的精细减薄过程（30kV，0.26nA，深度 3-6um，大小可调，电子束中实时观测减薄过程）。此过程将厚度减薄至约 100-150nm。

④ target 模式下，样品台 tilt 至 52.7° 和 51.3°，采用 CCS pattern 分别完成下部和上部的精细减薄过程（30kV，90pA，深度 3-6um，大小可调，电子束中实时观测减薄过程）。此过程将厚度减薄至 50 nm 左右。电子束 3kV 下可以观察到透光。



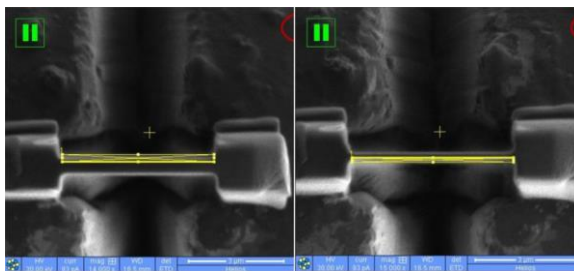


图 7.3-11 样品精细减薄

### (12) 去除非晶层: 5kV/21pA, 2kV/44pA

① target 模式下, 样品台 tilt 至  $55^\circ$  和  $49^\circ$ , 采用 Rectangle Pattern 分别完成下部和上部的精细减薄过程 (5kV, 21pA, Dwell Time 100ns, 时间约 30-50s, 电子束中实时观测减薄过程); 若在减薄过程中, 样品出现了较明显的弯曲, 可尝试通过 shift+F12 进行适当的矫正, 方便后续加工。



图 7.3-14 5kV 去非晶

② target 模式下, 样品台 tilt 至  $57^\circ$  和  $47^\circ$ , 采用 Rectangle Pattern 分别完成下部和上部的精细减薄过程 (2kV, 44pA, Dwell Time 100ns, 时间约 30-50s, 电子束中实时观测减薄过程)。

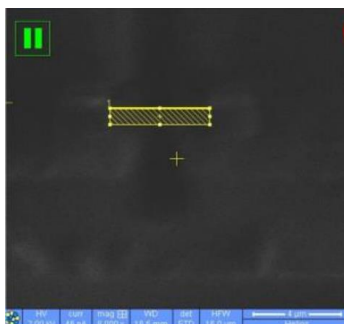


图 7.3-15 2kV 去非晶

③ 去非晶过程完成后, 无需离子束下再做任何观察, 防止样品损坏。

### (13) 电子束下测量样品厚度, 取出样品。

① 样品台 tilt 至  $0^\circ$ , 调节电子束至成像清晰, 可使用测量工具大致测量样品薄片的厚度, 此厚度仅做参考。建议使用 TLD Detector。

② 在 Stage Z 中输入 7.0, 点回车, 使样品台将至安全高度。

- ③ 点击 Beam Off，关闭电子束和离子束。
- ④ 使用 Quickloader 将样品托从 Chamber 中取出，小心取下装有样品的 Grid，至于弹性膜盒或自吸附膜盒中，用于后续 TEM 测试。

#### 7.4. 结束 SEM/FIB 实验

- (1) 样品取出后，将 Quickloader 重新装回 Chamber 接口上，点击 Pump，使其处于真空状态。
- (2) 做好实验记录。
- (3) 退出账号，收拾桌面和制样区（注意实验垃圾应分类投放）。离开实验室时，应带走样品及其他个人物品。

## 8. 双束电镜 Helios 5 UX TOF-SIMS 模块操作流程

### 8.1. 样品准备、电镜参数及相关设置

(1) 装载样品，通过 Quickloader 传入电镜 Chamber，电子束下调节，确定 eucentric position。打开离子束，snapshot 刷新图形，确定分析区域。

(2) 确定样品分析区域，分两种情况：a) 对于截面样品，样品表面沉积保护层、切割出截面，最好使分析区域处于本体材料的边缘部分，以获得较好的信号。b) 对于深度剖析分析的样品，样品表面要垂直于离子束。

(3) 真空要求：电镜 Chamber 真空需达到  $1\text{E}-5\text{mbar}$  (约  $1\text{E}-3\text{Pa}$ ) 以下，TOF-SIMS 真空需达到  $9\text{E}-7\text{ mbar}$  (约  $1\text{E}-5\text{Pa}$ ) 以下。

(4) 离子束下使用 TLD 探测器；将 ETD、TLD、ICE 探测器的栅极电压(grid voltage) 设置为 0。

(5) 离子束下成像参数设置：pixels resolution  $512\times 422$ ，dwell time 10us。

(6) AutoScript server 处于运行状态（此为默认状态，无需设置）。

### 8.2. 打开 TOF-SIMS 软件

(1) 双击桌面快捷方式“TOF-SIMS Explore”，打开软件，初始化 FIB MPC 和 TOF PC 通讯连接。

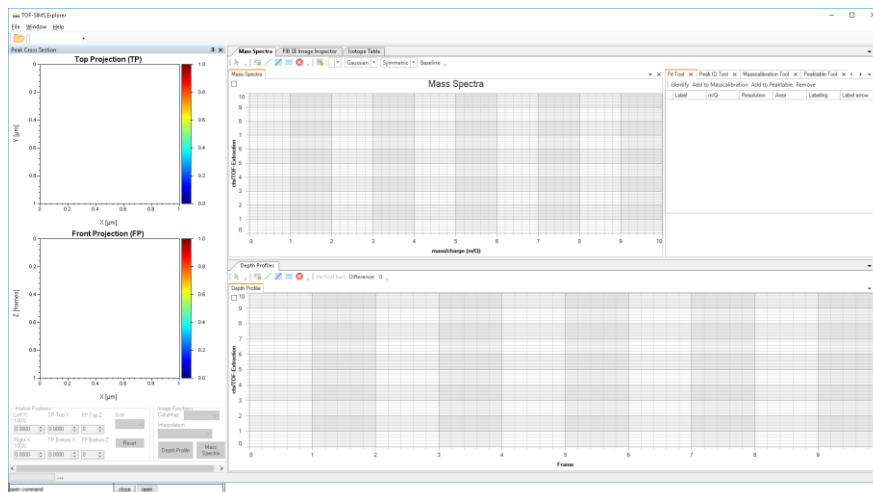


图 8.2-1 TOF-SIMS Explore 打开后界面示意图

(2) 双击桌面快捷方式“Firefox Explore”，打开浏览器，点击收藏夹栏最右侧连接，打开 TOF Werk 界面。

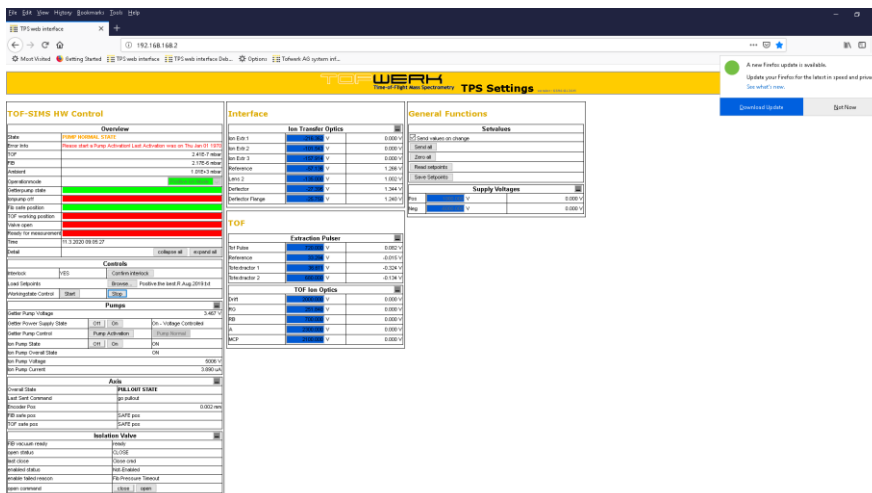
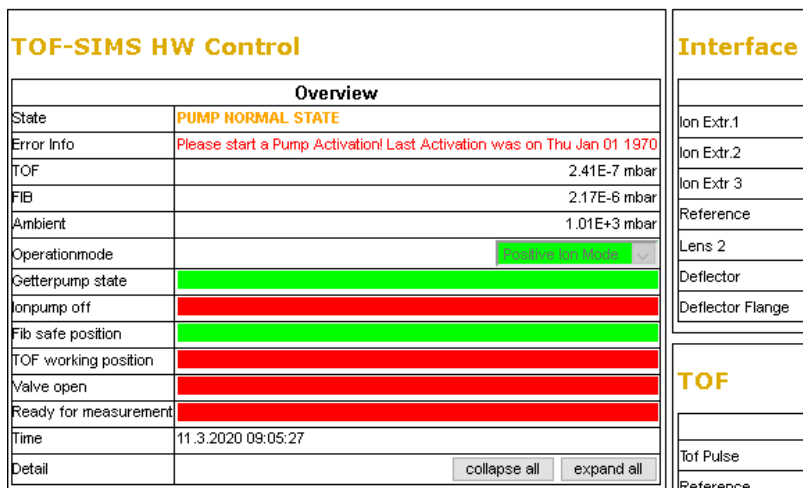


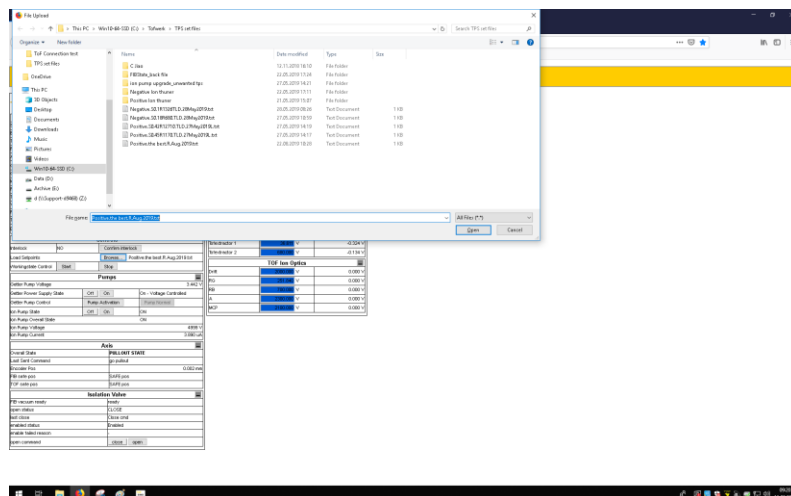
图 8.2-2 TOF Werk 打开后界面示意图

(3) 确认 TOF 和 FIB 的真空值，TOF Werk 软件上读出的真空值应与 FIB Chamber 中测到的真空值保持一致。



8.2-3 真空确认界面示意图

(4) 导入需要分析的正离子或负离子的电压预设文件，参考文件如下图所示：





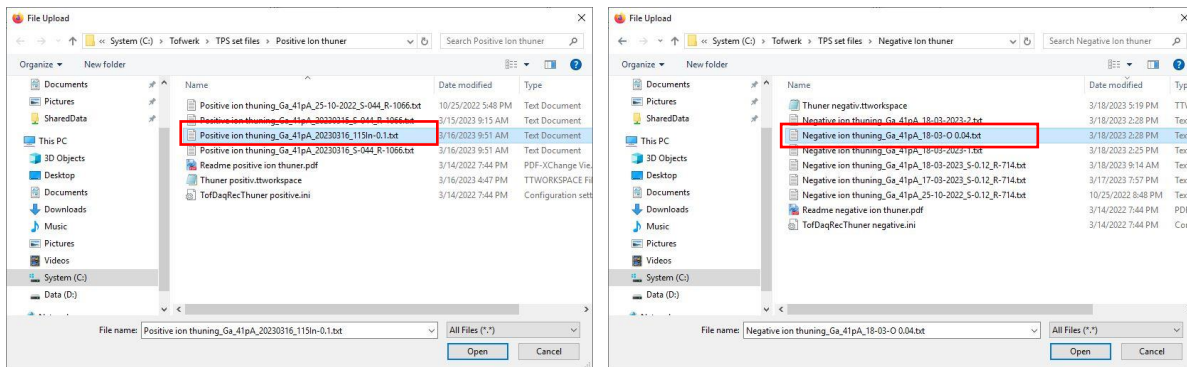


图 8.2-4 电压预设文件导入示意图

(5) 导入电压预设文件后，软件中电压显示部分将显示为蓝色，如下图所示。

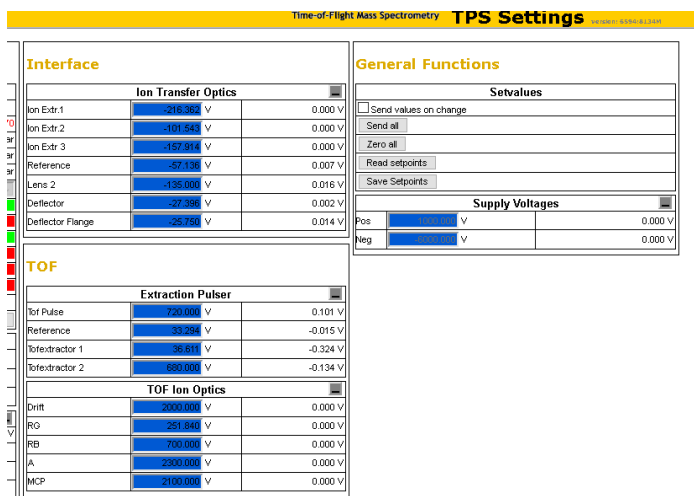


图 8.2-5 导入电压预设文件后的截图

(6) 确认 Interlock 处于 No 的状态（若处于 Yes 状态，说明 FIB Chamber 中有干扰探头没有退出，确认退出后，点击 Confirm interlock），点击软件上 Start 按键，将 TOF-SIMS 探头插入 FIB Chamber 中。

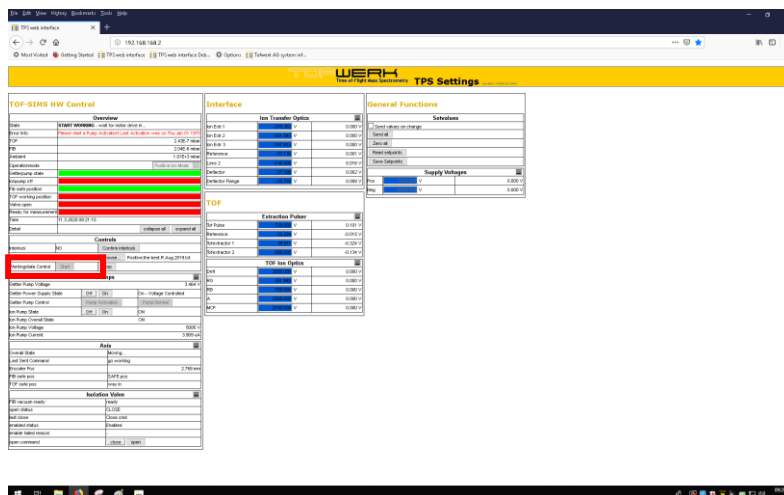


图 8.2-6 插入 TOF-SIMS 探头操作示意图

(7) 探头正常插入，电压条件设置完成后，软件截面上应全部显示绿色。此时可

以开始后续测试。

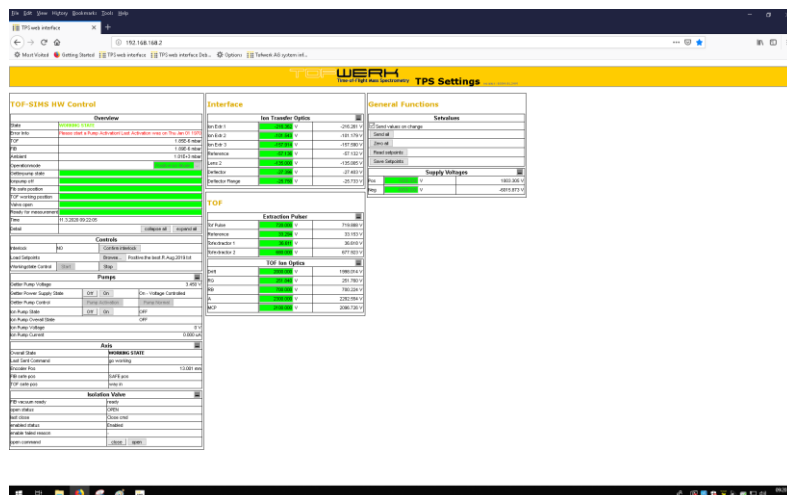


图 8.2-7 所有条件设置完成后的软件界面示意图

### 8.3. TOF-SIMS Explore 软件中进行数据采集

(1) 回到 TOF-SIMS Explore 软件界面，点击 Acquisition Settings 打开数据采集参数设置界面，设置参数如下图所示，设置完成点 OK。

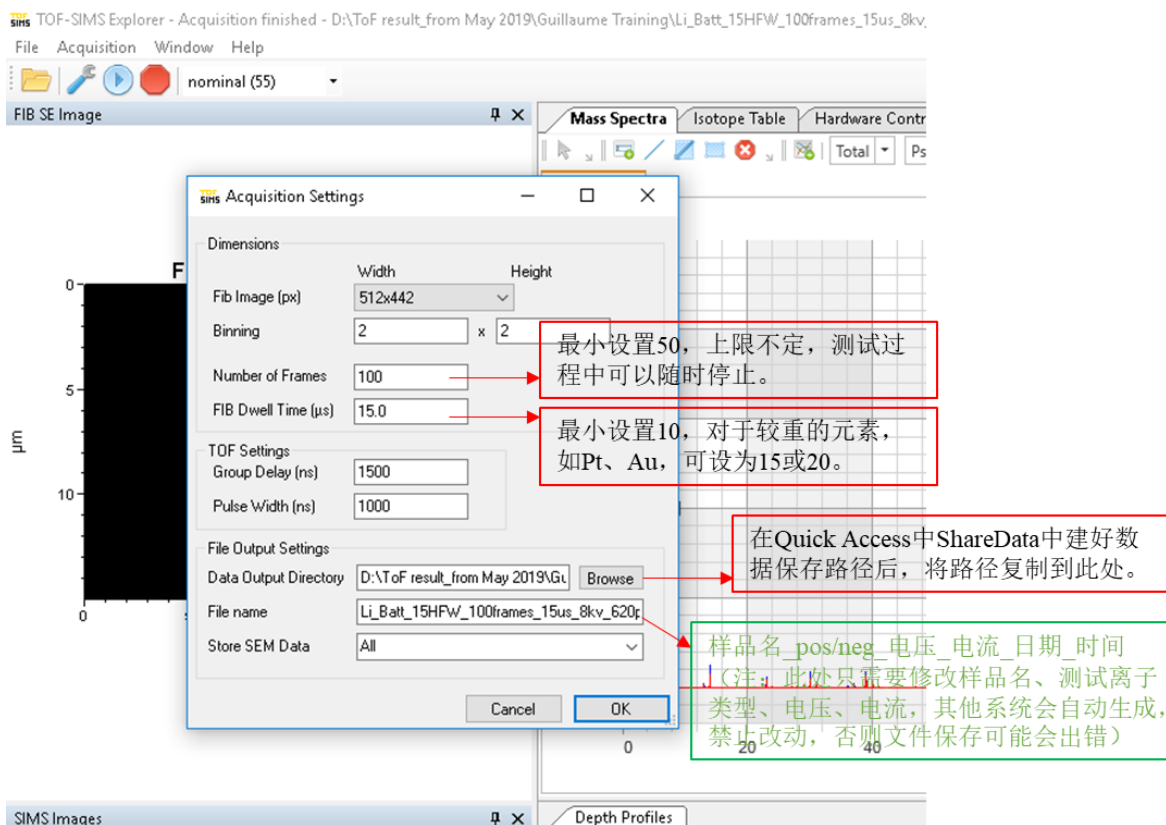


图 8.3-1 数据采集参数设置说明

注：最优测试电流计算公式： $HFw^2 \times 0.1 = \text{FIB current}$ （单位 pA）。例如，如果 HFw 设置为 25um，则最优 FIB 测试电流为  $25^2 \times 0.1 = 62.5 \text{ pA}$ 。

(2) 点 Start Acquisition, 开始数据采集

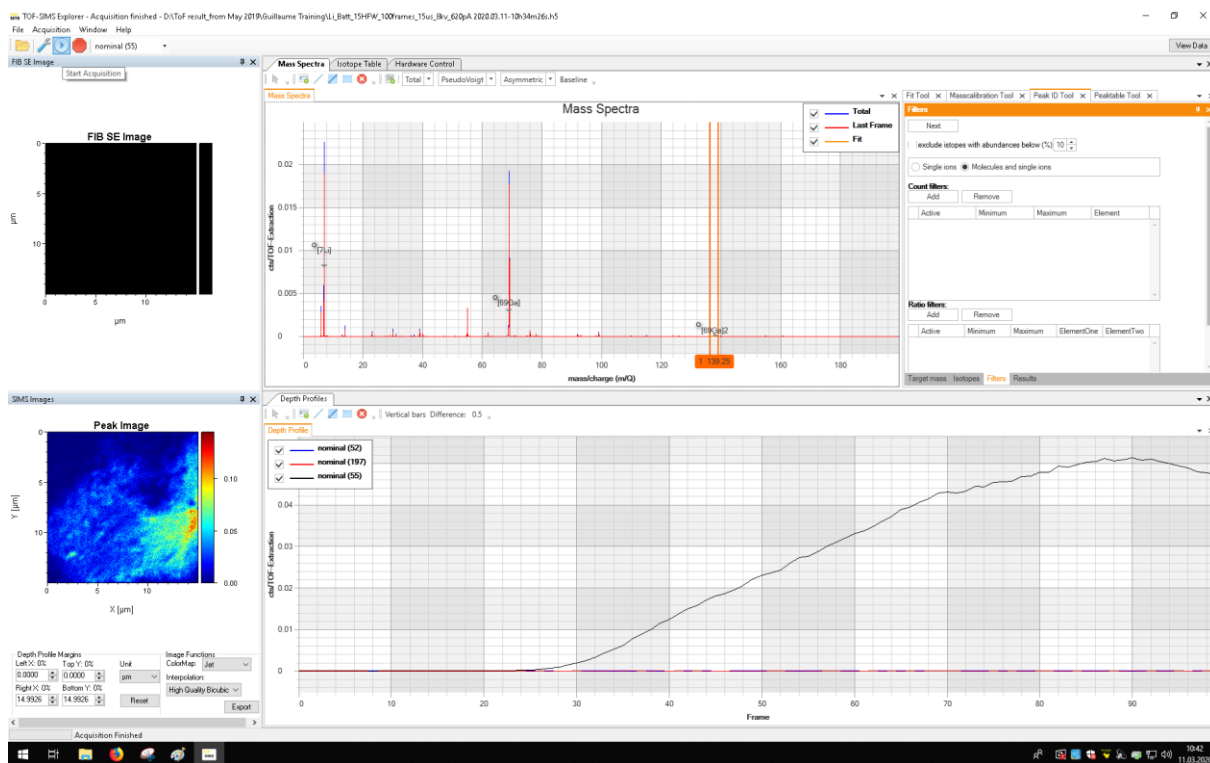


图 8.3-2 开始数据采集后的软件界面示意图

(3) 数据采集过程中, 可以再 nominal 下拉列表中选择感兴趣的离子碎片, 添加到 Depth Profile 界面中, 实时观察碎片离子强度的变化。

(4) 待设置的 Frames 数量采集完成后, 程序会自动保存扩展名为 “.h5” 的文件。数据采集过程中, 如果 Frames 数量设置过多, 当已获得预期的数据后, 可手动停止数据采集。

8.4. TOF-SIMS 数据校正

(1) 数据采集完成后, 需要对数据的质荷比进行校正。鼠标左键在 X 轴上拖动, 局部放大谱图, 找到 Ga<sup>+</sup>的峰 (大概在 69.7)。

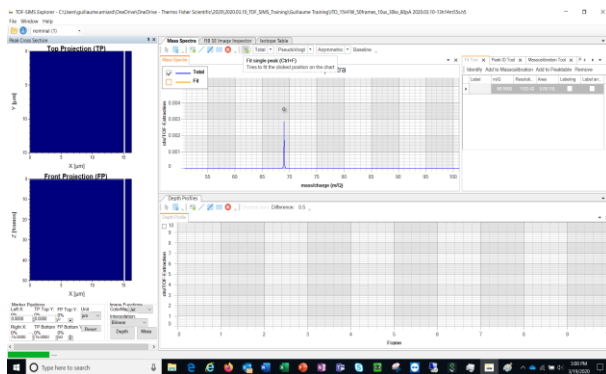


图 8.4-1

(2) 拟合函数建议选择“PseudoVoigt”，峰对称性建议选择“Asymmetric”，点击“Fit Single peak”。若拟合范围自动匹配的不好，可以手动拖动拟合范围。

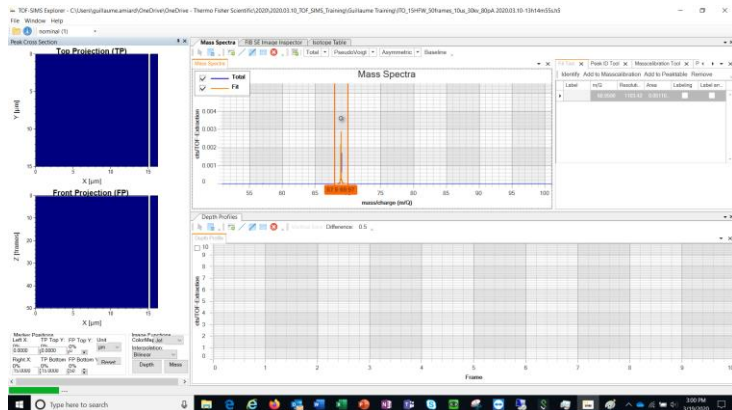


图 8.4-2

(3) 拟合完成后，在 Ga+峰顶端双击，峰的信息会显示在右边栏表格中。选中 Ga+ 对应的行，点 Identify，窗口自动跳到“Peak ID Tool-Target Mass”，目标离子的质量 (m/Q) 会自动保存，点 Next。

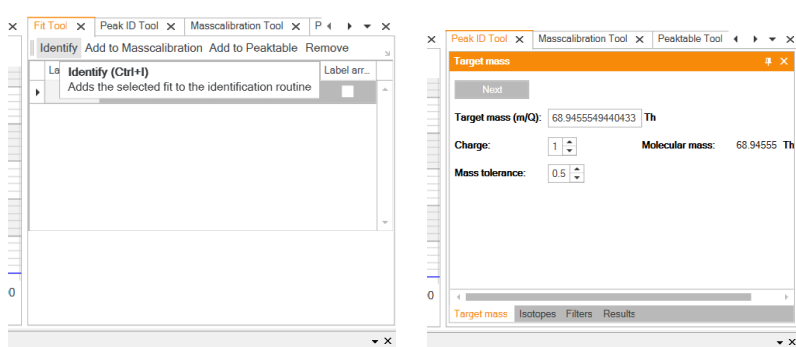


图 8.4-3

(4) 进入 Peak ID Tool-Isotopes 界面，如果元素已知，直接在元素周期表上选择相应的元素，如果元素位置，则可点选“All”，然后点 Next。进入 Peak ID Tool-Filters 界面，点选 Single ions，点 Next。

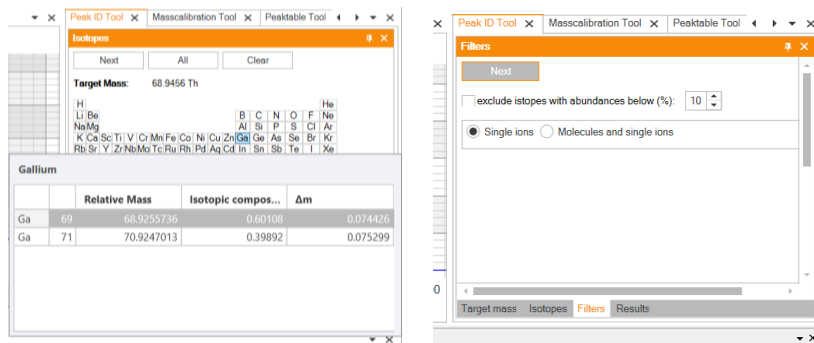


图 8.4-4

(5) 进入 Peak ID Tool-Results 界面，此处会给出实际测得的  $m/Q$  值以及与标准值之间的偏差  $\Delta m$ 。

(6) 按照 1-6 的操作，再寻找一个已知的离子碎片进行一遍上述分析。完成后，在 Fit Tool 界面得到两个已知离子碎片的信息。

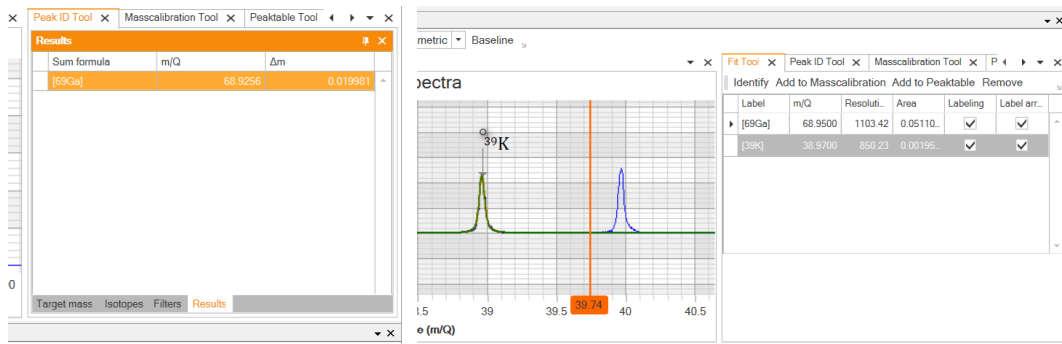


图 8.4-5

(7) 同时选中 2 个离子碎片的信息，点 Add to Masscalibration。

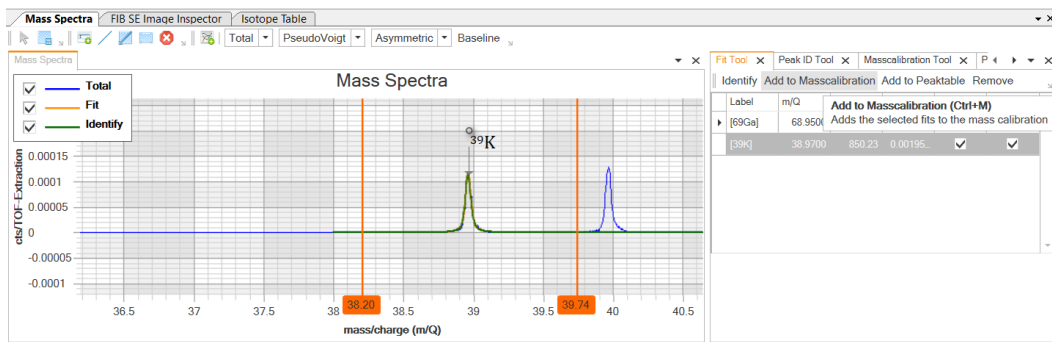


图 8.4-6

(8) 在 Masscalibration Tool 界面中，同时选中 2 条谱峰信息，点 Set calibration。此时，就完成了谱图的  $m/Q$  校正，可以继续进行的其它谱图的定性分析。

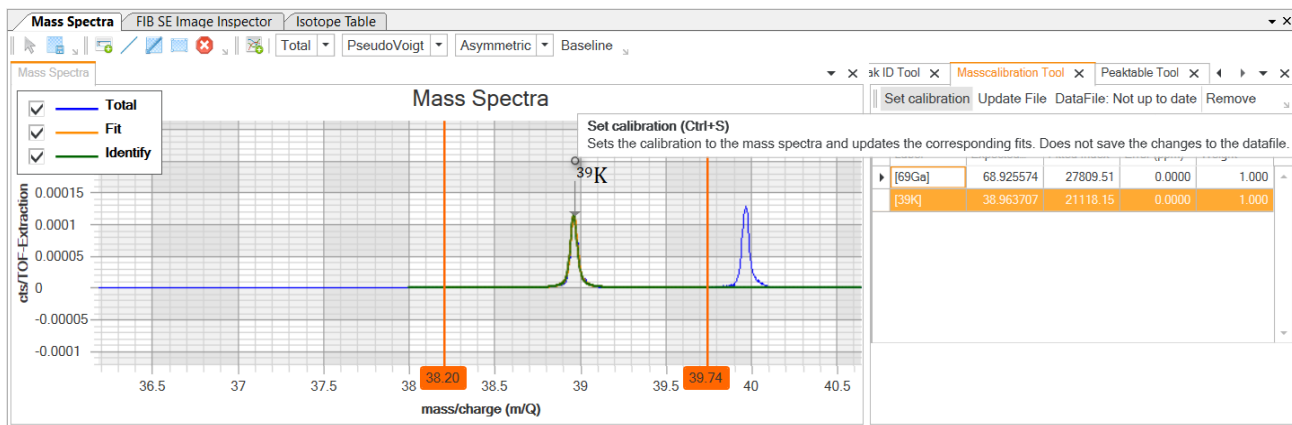


图 8.4-7

## 8.5. 结束 TOF-SIMS 实验

- (1) 关闭 TOF-SIMS Explore 软件。
- (2) 在 TOF Werk 软件界面点 Stop，探头会从 FIB Chamber 中退出，同时所有的电压降为 0。确认无误后，关闭 TOF Werk 软件。
- (3) Beam off 电子束和离子束，将样品从 FIB Chamber 中传出，然后将 Quickloader 重新装回转接口。
- (4) 收拾好实验台面、制样工具，做好实验记录。离开实验室时，带好个人相关物品。

## 9. 双束电镜 Helios 5 UX 能谱仪模块操作流程

### 9.1. 能谱开机

(1) 打开能谱电脑主机电源（只有在电镜开启后才可以打开能谱主机电源），电脑账号：User，密码：user。若电源已开启，则跳过此步。

(2) 开启 AZtec 软件




在能谱电脑桌面点击 ，开启 AZtec 软件，进入页面后点击 New Project 建立新的文件，或 Open Project 打开原来已存在文件。




图 9.1-1

### 9.2. 能谱探头操作

(1) 能谱探头降温

注：通常能谱探头保持工作降温状态，即指示灯呈蓝灯常亮状态，则跳过此步骤)

① 点击软件右下方小探头图标 ；

② 在弹出窗口上点 Thermal→Operate 按钮进行探头降温；此时，Operating Status 由 Standby 显示为 Cooling，同时探头上蓝色指示灯闪烁，降温过程会持续 5 min 左右；

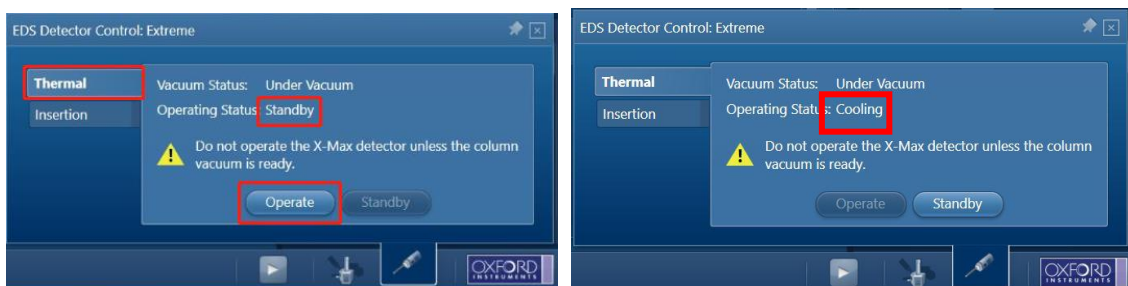


图 9.2-1

③ 当 EDS 探测器蓝色指示灯常亮，Operating Status 显示为 Cold，即表示降温完毕。



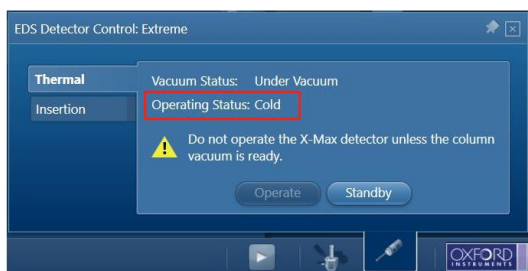


图 9.2-2

(2) EDS 探头插入使用

在电镜 Camera 模式下，在探头窗口中点击 Insertion→In，可以看到探头缓慢插入电镜 Chamber 中，直至 In 按钮变成灰色，Out 指示按钮可以点击，即代表 EDS 能谱探头已就位。

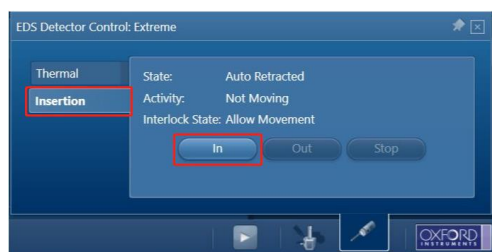


图 9.2-3

(3) 根据测试需求选择点/线/面扫描，点扫 (Point & ID)、线扫 (Linescan)、面扫 (Map)，可以在菜单栏红色图框区域中进行选择。



图 9.2-4

(4) 设置样品信息

在 Describe Specimen 页上可以对 Project Note、Specimen Note、Site Note 等进行说明，以便记录样品信息方便之后数据分析。

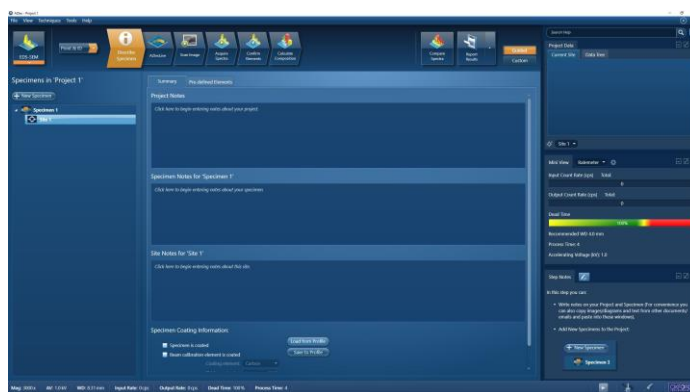


图 9.2-5



(5) 获取 SEM 图像



根据样品情况在 SEM 软件上选择合适的激发电压，调整好聚焦、像散后，点击能谱软件上 Scan Image，点击 START，获取目标区域的 SEM 图像。



图 9.2-6

注：如何选择合适的激发电压：激发电压为特征谱线的 2-3 倍。

(6) 能谱采集

点击能谱软件上 Acquire Spectra，在软件左边工具栏点击后，即可在图片中框选目标区域进行数据采集，Map Sum Spectrum 实时显示能谱数据。点击 ，在红色框中根据需要选择测量样品的元素质量比或者原子比，点击 Apply，再次点击  工具框消失。

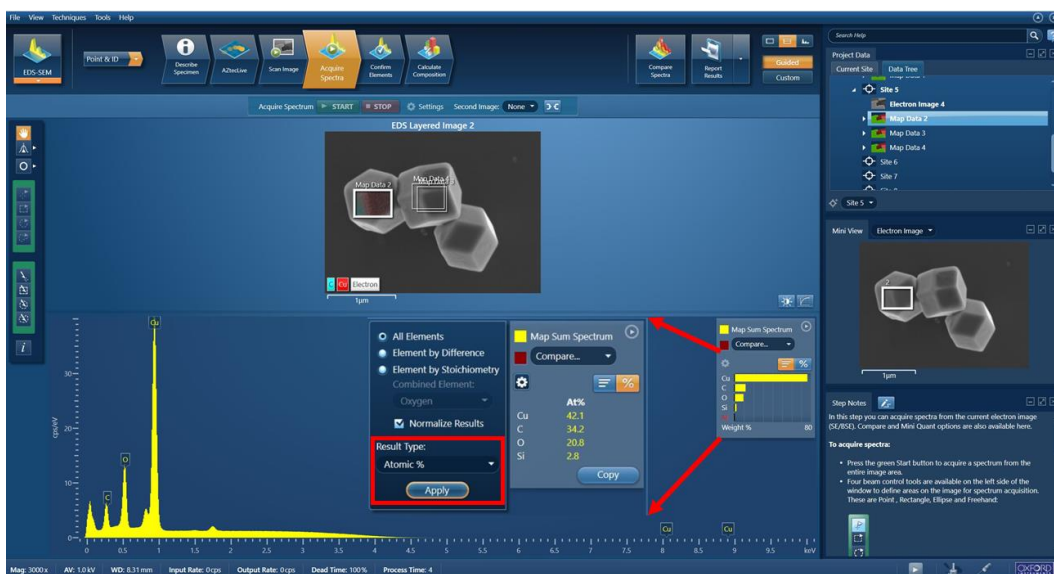


图 9.2-7

(7) 元素定性/定量分析

① 信号采集完后, 点击菜单栏中 Confirm Elements 按钮, 对选定区域进行元素确认; 在此过程结合样品信息选择目标元素谱峰, 去除误差峰;

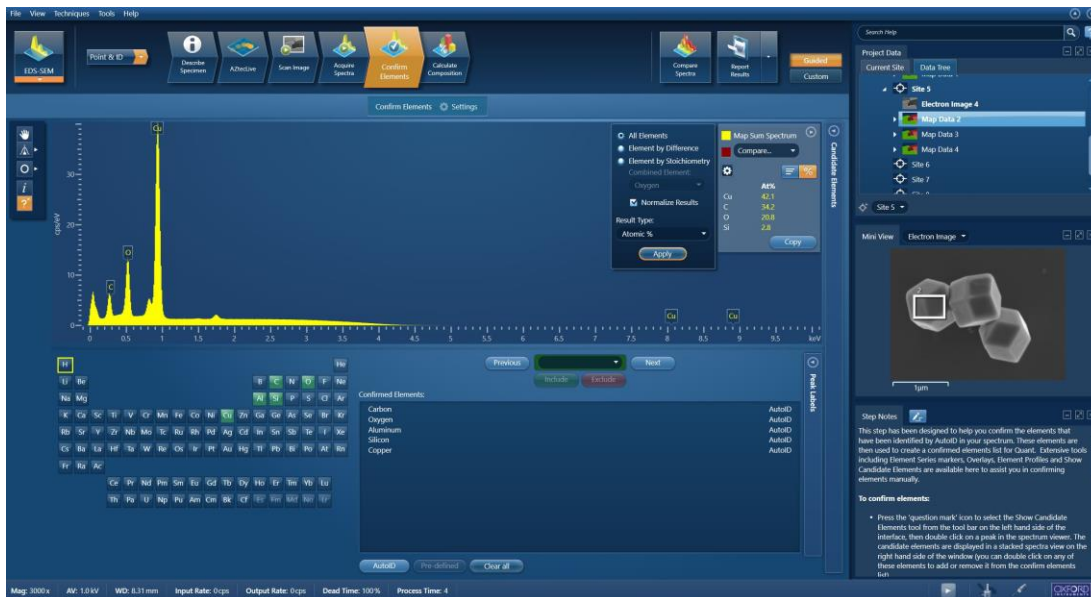


图 9.2-8

② 之后点击 Calculate Composition 进行定量分析。在该界面窗后点击 Result Type 可以选择输出结果为质量百分比或者原子百分比。

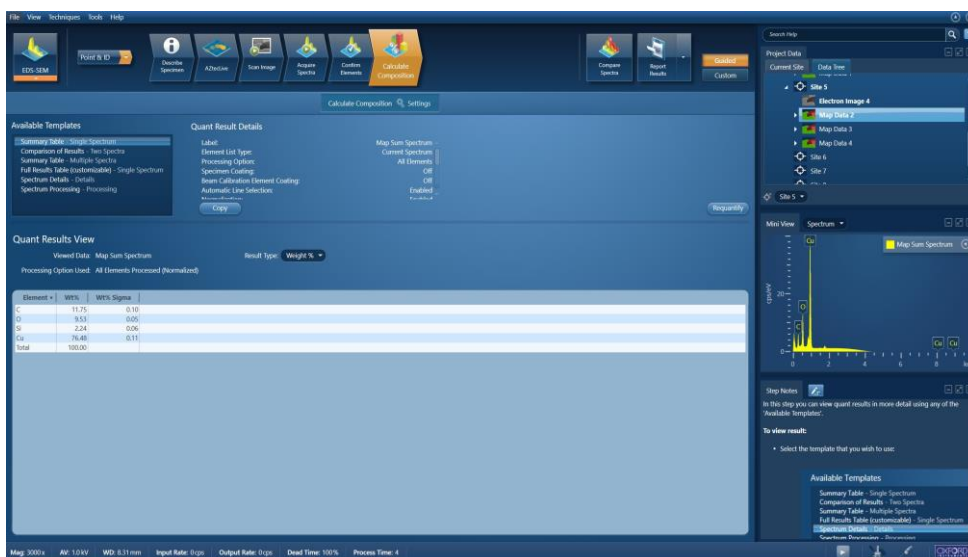


图 9.2-9

(8) 保存数据和报告

① 点击能谱软件工具栏上的 Report Results, 选择 Save Report 即可生成并保存报告。之后自动弹出能谱 Word 报告, 保存路径自动默认为该 Project 下的 Report 文件夹中; 若

有多个能谱数据需要保存至同一文件中，选择要保存的数据点击“Append Report”，该数据自动添加至刚才的文档中。（在保存数据过程中请不要关闭 Word 文档，不然无法保存数据于一个文档中）；

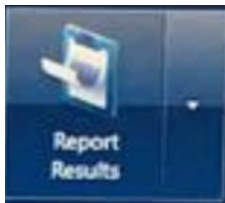


图 9.2-10

b) 点击能谱软件工具栏上的 File→Save project as 来保存整个 project，保存路径为 Quick access: ShareData\FIB-SEM-TOF-DATA\PI 课题组\用户姓名\日期；

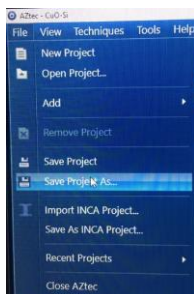


图 9.2-11

c) 如果需要谱峰数据以便于后续导入数据作图，可在谱图空白处右击选择 Export，然后选择 EMSA，数据保存成 TXT 格式。



图 9.2-12

(9) 退出 EDS 探头



点击软件上右下角的探头图标，在 Insertion 栏目下点击 Out，探头会退出。

9.3. 结束能谱采集

以上步骤操作完后直接关闭 AZtec 软件，然后参照 6.7 操作关闭扫描电镜程序、取出样品。

## 10. 相关/支撑性文件

Q/WU FLHR001 文件编写规范

Helios 5 series UX / CX / UC / Laser models DualBeam system User Operation Manual (Revision H Dec-2022)

Operation manual—fibTOF Mass spectrometer 16.04.2021

## 11. 记录

附件 1 双束电镜 Helios 5 UX 使用记录表 V1.0

附件 2 双束电镜 Helios 5 UX TEM 样品制备实验条件记录表 V1.0



附件 2 双束电镜 Helios 5 UX TEM 样品制备实验条件记录表 V1.0

| 日期: |                    | 操作人:              |                       | 样品信息: |       |       |              | 制备温度: <input type="checkbox"/> 室温 <input type="checkbox"/> 低温_____ |             |                  |            |
|-----|--------------------|-------------------|-----------------------|-------|-------|-------|--------------|--|-------------|------------------|------------|
| 序号  | 分步骤名称              | stage tilt<br>(°) | stage<br>rotation (°) | 电子束条件 |       | 离子束条件 |              | Pattern  |             | GIS 类型<br>Pt/W/C | 备注         |
|     |                    |                   |                       | 电压    | 束流    | 电压    | 束流           | 类型   | 尺寸 X*Y*Z/um |                  |            |
| 1   | 制样、进样、抽真空          | 0                 | 0                     | /     | /     | /     | /            | /  | /           | /                |            |
| 2   | link to FWD        | 0                 | 0                     | 5kV   | 0.8nA | /     | /            | /  | /           | /                |            |
| 3   | 电子束沉积保护层           | 0                 | 0                     | 2kV   | 6.4nA | /     | /            | rectangle  |             |                  |            |
| 4   | 确定共心高度             | 0, 10, 52         | 0                     | 5kV   | 0.4nA | 30kV  | 41pA         | /  | /           | /                |            |
| 5   | 离子束沉积保护层           | 52                | 0                     | /     | /     | 30kV  | 0.75nA       | rectangle  |             |                  |            |
| 6   | 沉积层上/下侧凹坑          | 52                | 0                     | 5kV   | 0.8nA | 30kV  | 9.9nA        | RCS, Si-multipass<br>bottom to top/top to bottom                   |             | /                | 插入 shutter |
| 7   | 沉积层左侧凹坑            | 52                | 0                     | 5kV   | 0.8nA | 30kV  | 9.9nA        | RCS, Si-multipass, left to right                                   |             | /                | 插入 shutter |
| 8   | 沉积层上/下侧修边预减薄       | 54                | 0                     | 5kV   | 0.8nA | 30kV  | 2.6nA        | CCS, Si-ccs<br>bottom to top/top to bottom                         |             | /                |            |
| 9   | U 型切               | 0                 | 0                     | 5kV   | 0.8nA | 30kV  | 2.6nA        | Rectangle, 并联同时切<br>Si milling intent                              |             |                  |            |
| 10  | 进 GIS、easylift     | 0                 | 0                     | 5kV   | 0.4nA | 30kV  | 41pA         | /  |             | /                |            |
| 11  | 焊接 easylift 针尖和薄片  | 0                 | 0                     | /     | /     | 30kV  | 0.26nA       | Rectangle; C dep   |             | C                |            |
| 12  | 样品薄片转移至 easylift 上 | 0                 | 0                     | 5kV   | 0.4nA | 30kV  | 2.6nA        | rectangle 1, Si-milling Intent                                     |             | /                |            |
| 13  | Cu grid 上凹坑        | 0                 | 0                     | 5kV   | 0.8nA | 30kV  | 52nA         | CCS,Si-ccs   |             | /                |            |
| 14  | 薄片移至 Cu 网焊接位置      | 0                 | 0                     | 5kV   | 0.8nA | 30kV  | 26pA         | /  | /           | /                |            |
| 15  | 薄片焊接至 Cu grid 上    | 0                 | 0                     | 5kV   | 0.8nA | 30kV  | 0.26nA       | Rectangle, C dep   | /           | C                |            |
| 16  | 切断与 easylift 连接部分  | 0                 | 0                     | 5kV   | 0.8nA | 30kV  | 1.2nA        | Rectangle, Si milling intent                                       | /           | /                |            |
| 17  | 观察切割情况             | 0                 | 0                     | 5kV   | 0.8nA | 30kV  | 41pA         | /  | /           | /                |            |
| 18  | 薄片保护层下/上部粗减薄       | 53/51             | 180 (R)               | 5kV   | 0.8nA | 30kV  | 1.2nA-0.75nA | CCS, Si-ccs<br>bottom to top/ top to bottom                        |             | /                |            |
| 19  | 薄片保护层下/上精细减薄       | 53/51             | 180 (R)               | 5kV   | 0.8nA | 30kV  | 0.26nA, 90pA | CCS 1, Si-ccs<br>bottom to top/ top to bottom                      |             | /                |            |

| 日期: |         | 操作人:              |                       | 样品信息: |       |       |      | 制备温度: <input type="checkbox"/> 室温 <input type="checkbox"/> 低温_____ |               |                  |    |
|-----|---------|-------------------|-----------------------|-------|-------|-------|------|--|---------------|------------------|----|
| 序号  | 分步骤名称   | stage tilt<br>(°) | stage<br>rotation (°) | 电子束条件 |       | 离子束条件 |      | Pattern  |               | GIS 类型<br>Pt/W/C | 备注 |
|     |         |                   |                       | 电压    | 束流    | 电压    | 束流   | 类型   | 尺寸 X*Y*Z/um   |                  |    |
| 20  | 低电压清洗非晶 | 55/49             | 180 (R)               | 3kV   | 0.4nA | 5kV   | 21pA | Rectangle, Si milling intent                                       | 0.1us; 30-50s | /                |    |
| 21  | 低电压清洗非晶 | 57/47             | 180 (R)               | 2kV   | 0.4nA | 2kV   | 44pA | Rectangle, Si milling intent                                       | 0.1us; 30-50s | /                |    |
| 22  | 测量薄片厚度  | 0                 | 0                     | 5kV   | 0.4nA | /     | /    | /  | /             | /                |    |