

三束 FIB 仪器操作规程

(1) **制样规范:** 样品干净干燥、无水无油、稳定且不挥发。粉末样品要适量, 不宜过多, 粉末样品必须粘牢, 氮吹干净后方可上样; 块状样品不宜过大, 制样最重不超过 500g, 样品最大不超过 $L \times W \times H = 50 \text{ mm} \times 50 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$.; 磁性样品需粘牢, 氮吹干净、不掉样后方可上样。取样和制样时请戴手套操作, 且锁紧钉台。

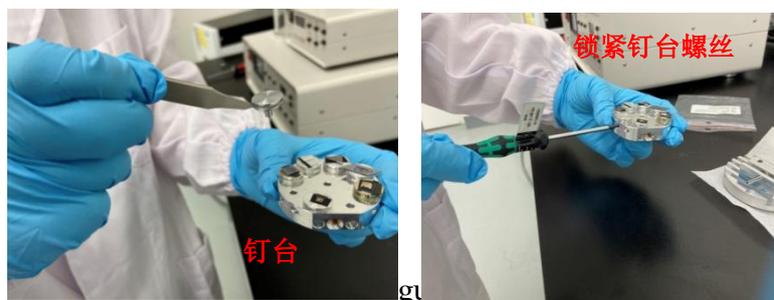


图 4 样品台及固定钉台示意图

(2) **检查仪器状态:** 上样前, 检查仪器各项状态是否正常。打开 Vacuum screen, 检查 GFIS column 是否为 Pumped 状态. 离子枪真空度应该 $<1\text{E}-9 \text{ Torr}$. 离子枪温度介于 73 K to 85 K . 镜筒真空度应 $<1\text{E}-8 \text{ Torr}$. 样品仓是否为 Pumped 状态. 样品仓真空度应 $<3\text{E}-7 \text{ Torr}$. Dewar 区域应为 Maintain Cool 状态. Dewar 底部温度应 $<60 \text{ K}$.

(3) **进样步骤:**



图 5 通过软件进行真空状态检查示意图

- 将样品固定在钉台和样品座上;
- 点击软件中的“Load”左边的图标, 在样品管理窗口中点击 Vent 图标, 等待约 10s 后, 拉开交换舱 (Airlock) 舱门, 将样品座平推到卡槽上, 并拧紧传送杆, 然后合上舱门;
- 点击窗口中的 Transfer 图标, 等待交换舱与样品室的中间舱门打开后, 平推传送杆, 将样品座固定到仪器的样品台上。然后逆时针松开传送杆, 并抽出

回到原位；

- d. 点击软件中的 Store 图标，等待中间舱门关闭；
点击软件中的 Resume 图标，样品台将移动到初始位置

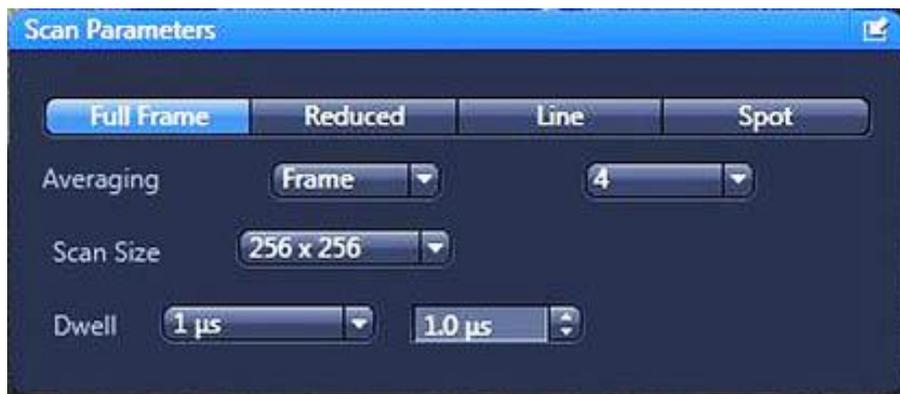
(4) 开启氦离子束：

a. 在 Power 窗口里 GFIS Column 栏目，点击 Power up。等待系统提示开启成功；

b. 氦离子束开启后，软件会将加速电压、光阑、束斑等参数调整至默认值（一般为 30KV，10um 光阑，spot=4）

(5) 氦离子成像：

- a. Acquisition 成像窗口中点击 Continues，将视野移动到导电的衬底上，按下多功能键盘上的 SFIM/Normal 按钮，切换到 Trimer 像，并调节 Gun Tilt 使经校准的亮斑位移屏幕中心；
- b. 回到 Normal 模式，移动至合适的区域（最好是有小颗粒），调整 Focus 旋钮将图像聚焦清晰，然后逐步调整 Mag 旋钮至 FOV 至 10um 左右，配合 Stig X/Y 象散调整，进一步将图像聚焦清晰；
- c. 双操纵杆控制马达台，可分别控制 X、Y、Z 轴移动，和控制 R（旋转）、T（倾斜）轴倾转，移动至样品上感兴趣的区域，选取需要的放大倍数，将图像聚焦清楚、消像散，在 Scan 栏目中选取需要的扫描参数，点击 Grab 按钮，待扫描结束后可将图像保存至目标文件夹中；



d. 图 5 扫描参数设置

- e. 可在 Aperture 和 Spot 栏目中选择合适的值来调整束流；成像时推荐的 Spot 值为 4-6；

如果样品导电性不佳，可在 Power 中开启 Flood gun，在 Flood gun 栏目中选择 Line 模式，并调整 Deflection 至图像信号最佳（最亮），然后进行聚焦和拍图。当增加放大倍数时，可增加 scan speed，0.2~0.5us 改善观察效果，拍图时减小 Dwell time 0.2us，averaging 选择 line 模式，设为 32 或 64。若观察效果不佳，增大 Flood energy 或 Flood time。也可倾斜样品台，利于 ET 管接收更多信号，但需重新调整 deflection。

(6) 氦离子加工：

- a. 束流选择。通过在 GFIS Column 栏目中，选择不同的光阑和 Spot 值来获得不同的束流值，范围从 0.1pA 到 100pA。常用的束流值为 0.5pA~5pA；
- b. 将图像调整清晰，在目标区域中设置加工图形和加工参数（扫描方式、加工剂量等），进行加工；

(7) 氦离子成像和加工：在 Gas Control 栏目中选择 Ne 气源，其他操作与氦离

子相同。

(8) 镓离子加工:

- a. 在 Power 窗口里 GaFIB Column 栏目, 点击 Power up;
- b. GFIS 下将样品图像聚焦清晰, 点击 Stage 栏目中的“to reference height”按钮, 样品移动至优中心位置;
- c. 在 Stage 窗口中勾选 T 轴, 输入 54 度, 点击”Move to”图标, 样品台倾斜至 54 度位置;
- d. 成像窗口勾选 GaFIB, 点击 Continues, 选取一处特征点; 然后切换回 GFIS 图像, 观察此特征点是否在相同位置。如果不同, 通过调节 Z 轴使之位于与 GaFIB 图像中相同的位置;
- e. GaFIB 图像中选取目标区域和设置目标加工图形, 从 ZEN 软件中的 Presets 栏目中选取加工所需要的束流, 然后点击 Star 开始加工;
- f. 加工进程结束后, 从 Presets 栏目中选取 GaFIB 成像束流(一般为 30KV 50pA 以下), 可通过 GaFIB 图像或者 GFIS 图像检查加工结果;
- g. 加工完成后, 在 Stage 窗口中勾选 T 轴, 输入 0 度, 点击”Move to”图标, 样品台回到水平 0 度位置;

(9) 仪器待机 Standby: 使用结束后, Power 窗口中点击 Standby, GFIS 和 GaFIB 进入待机状态; Flood gun 栏目可点击 Power down。

(10) 取样:

- a. 点击软件中的“Working”左边的图标, 在窗口中点击 Exchange 图标;
- b. 待中间舱门打开后, 伸入传送杆, 拧紧螺丝, 将样品座取出至 Airlock 中;
- c. 点击“Vent”图标, 中间舱门将关闭, Airlock 充气后, 可打开舱门将样品取出;
- d. 如取样后还需要继续测样, 上一步骤 Standby 可跳过
- e. 清理样品台, 清洁实验室, 带好随身物品离开实验室。

(11) 其他注意事项:

- a. 因仪器需要大容量液氮罐维持灯丝在低温状态, 实验室需保持良好的通风条件, 并安装氧气浓度报警装置;
- b. 在 Athena 软件→Tools 中, 点击 Vacuum Screen, 此窗口显示仪器主体的真空度、温度等状态, 可作为记录每日仪器状态的参考;
- c. 进样和取样的过程中请穿戴手套, 防止污染;
- d. 如果在操作过程中遇到系统报错, 可仔细阅读报错的提示, 再按要求进行相应的操作, 或联系蔡司工程师。