



兰州大学电镜中心

LYRA3 FIB-SEM 培训和操作使用说明手册

负责人: 彭勇 教授

紧急联系人: 吕晓伟 (18419701849) ; 胡阳 (18109460816)

电镜中心人员: 张 宏 (18100930028, hongzhang@lzu.edu.cn)
邓 霞 (15002637038, dengx@lzu.edu.cn)
张军伟 (13919767727, zhangjunwei@lzu.edu.cn)
周保范 (13609338040, zhoubf@lzu.edu.cn)
李 华 (18693130300, huali@lzu.edu.cn)
高亚虎 (18993132170, gaoyh@lzu.edu.cn)

电镜中心电话: 0931-8912492

电镜中心邮箱: emc@lzu.edu.cn

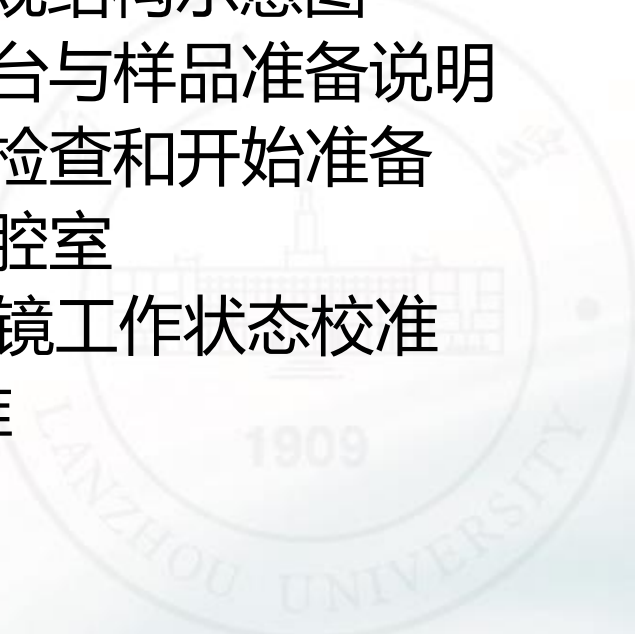
兰州大学电镜中心
兰州大学资产与实验室管理处





目 录

- 前言
- FIB-SEM电镜用户资格要求、培训和使用问题解答联系人
- FIB-SEM电镜外观结构示意图
- 样品装载到样品台与样品准备说明
- 使用前电镜状态检查和开始准备
- 样品装载到电镜腔室
- SEM工作模式电镜工作状态校准
- FIB工作模式校准
- 实验结束





前言

- FIB-SEM双束电子显微镜可以说是一个加工中心，能够对材料的形貌进行微观尺度的表征，并且实现对特定材料的微加工，包括切割和焊接等，是微电子器件失效分析等研究必不可少的工具，其次还能够高效率地制备透射电镜样品，为材料的结构，元素等分析提供优良的样品。仪器的操作、使用和日常维护都需要经过特别培训，并有较好的专业知识。因操作不当损坏的器件和配件，都是非常昂贵的，基本上只能从同一电镜生产厂家购买，原因是电镜元件没有统一的工业标准，现有的几家生产厂家很少使用同一种配件。同时，它的维修和检查基本上只能由生产厂家来做，每次都需要支付厂家技术人员本身的技术服务费用和差旅费，费用相当昂贵，基本上都会以万元为单位。另外，还要付出相当长的电镜无法使用时间。电镜维修服务合同，每年高达二十万元，我们物理学院没有相应的经费签订这一服务合同。因此，**敬请各位电镜使用者为了您自己和他人研究工作的顺利开展，务必严格地按照电镜操作说明小心谨慎地操作，做到十分清楚您操作的每一步骤。只要您能按本操作说明小心谨慎地操作，电镜是不会出现故障的，也会带给您理想的实验结果。**
- **如果万一由于操作不当造成电镜损伤，敬请立即停止，严格按照下一页电镜紧急处理说明作危机处理，并如实将电镜出现的问题汇报给电镜工程师周保范老师（电话：13609338040）。如果联系不上他，请联系如下老师：彭勇、高美珍或席力。立即停止和如实汇报不是为了追究操作者或其导师的责任。立即停止是为了避免损害进一步扩大，如实汇报是为了帮助以上电镜负责老师或厂家技术人员快速找到损伤位置并能立即修理。**

为避免由于翻译引起理解困难，本说明所有专业术语直接使用英文，并附有中文翻译。但建议直接阅看英文。如有中文翻译错误，欢迎并敬请致信彭勇指正错误。



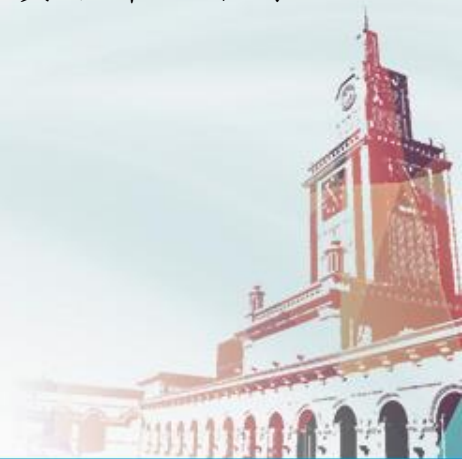
FIB-SEM电镜用户资格要求、 培训和使用问题解答联系人

电镜开放范围：原则上开放给所有需要经常使用电镜作为研究工具的物理学院研究生、博士后及教职员工。

独立使用资格获取方式：所有用户首先向电镜负责人提出申请，批准后，由电镜工程师进行严格的安全操作培训。经过考核通过后，方可独立使用。

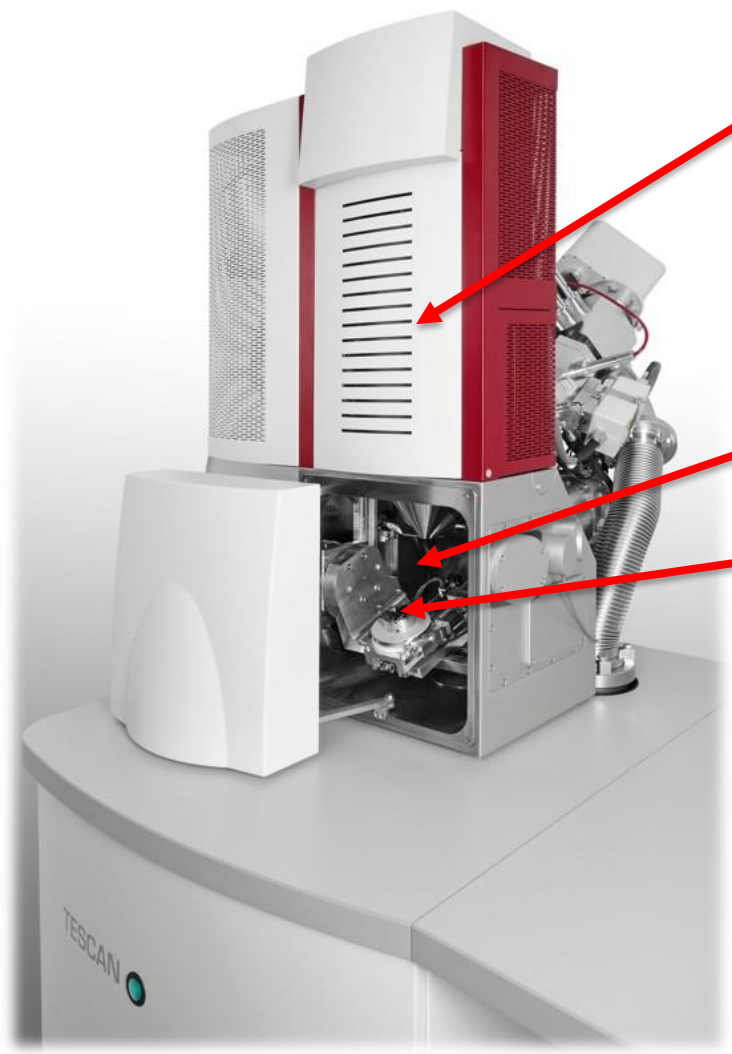
运行时间：每天早上8:00至晚上23:00，包括星期六和星期天。

使用时间安排：实行提前预定制度。所有用户须提前通过电话、电子邮件或来电镜室预定使用时间。相应表格、预定表、电镜测试值班人员名单、联系方式和样品准备方法均可在电镜室门口获得。





FIB-SEM电镜外观结构示意图



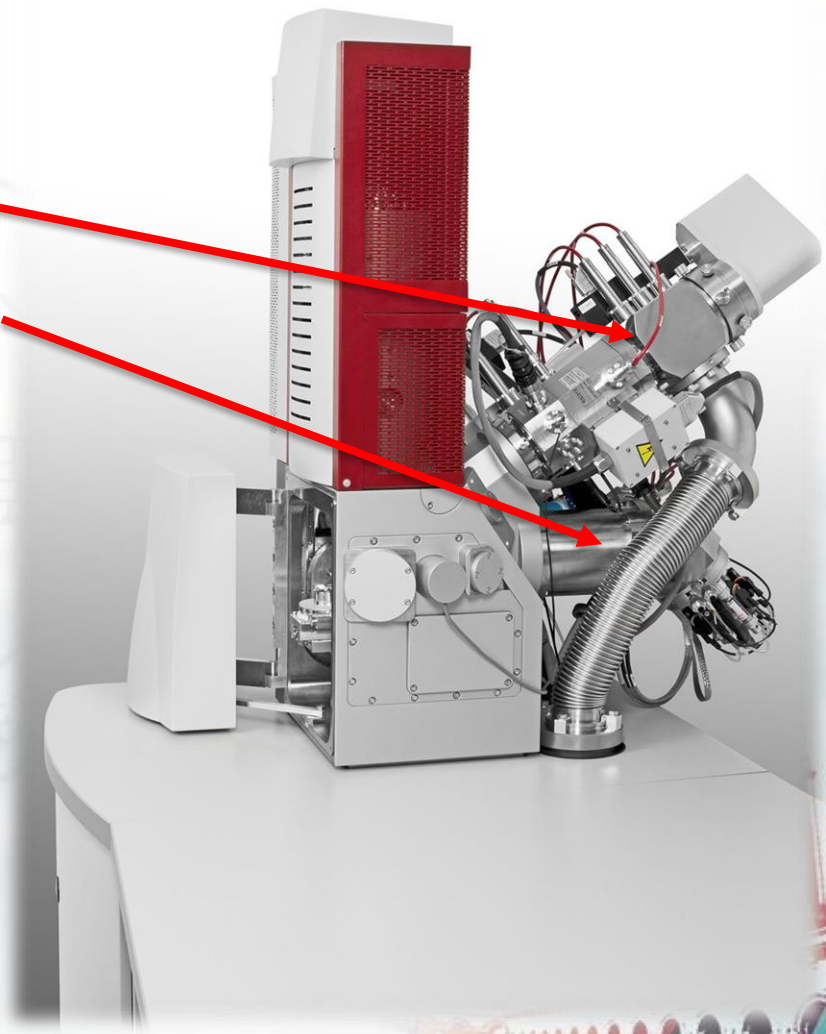
1.电子枪系统

2.离子枪系统

3.气体注入系统

4.样品腔室

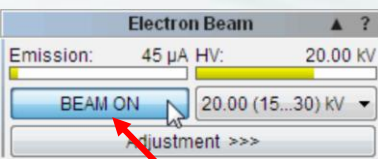
5.样品台



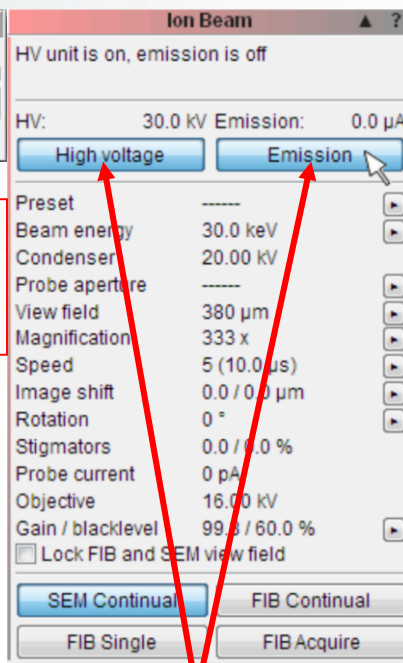


电镜危机处理步骤!!!

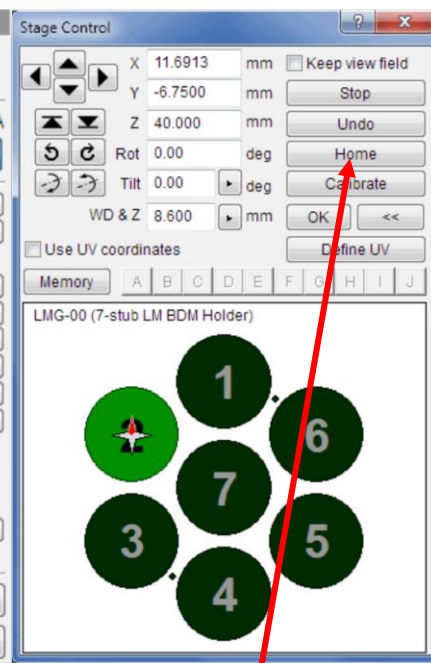
适用于任何由于错误操作引起的电镜故障



步骤一：
点击“**BEAM ON**”
立即关闭电子枪



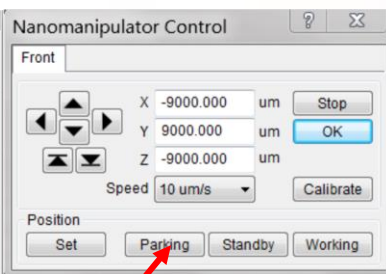
步骤二：
先点击“**Emission**”
再点击“**High voltage**”
立即关闭离子枪
如果没用到离子枪，此步骤忽略



步骤三：
先点击“**Home**”
将样品台归为，如果呈灰色不可选请直接联系管理员，切勿进行其他操作！



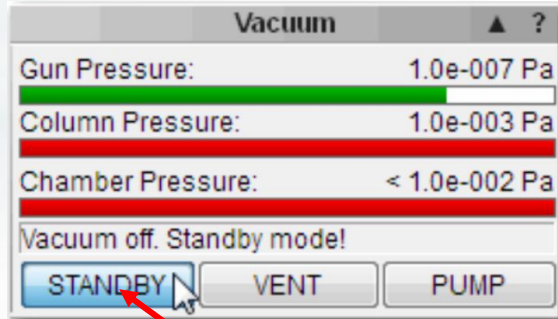
步骤三：
检查气体注入系统和纳米操纵器是否为归位状态若不是则分别点击“Home”和“Parking”，将其归位如果呈灰色不可选请直接联系管理员，切勿进行其他操作！



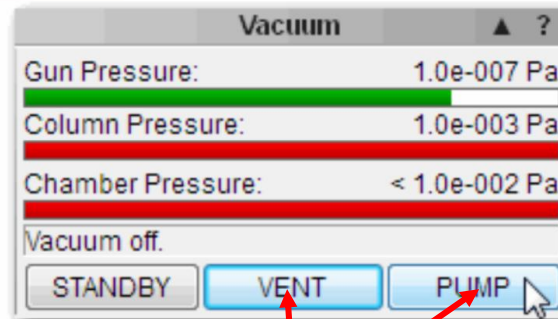


使用前电镜状态检查和开始准备

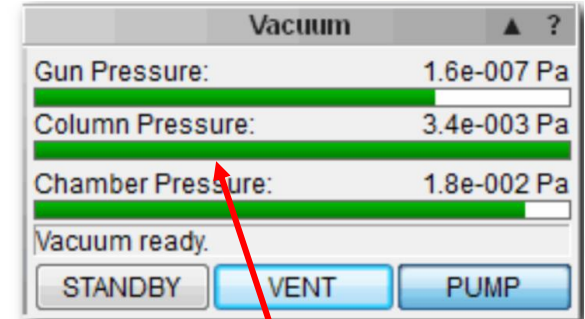
电镜控制电脑须24小时运行,如果关闭会造成电镜关机,并有可能造成电镜损坏.简单地重起电脑并不能重起电镜将电镜恢复到工作状态.为防止意外,除周老师和其他电镜负责老师外,任何人不可关闭或重起电镜控制电脑.



使用前需检查电镜状态, 如果显示“Standby mode”则需先点击“STANDBY”取消待机模式。每天最后一个使用人走之前都必须抽好真空, 点击“STANDBY”使仪器进入待机状态!



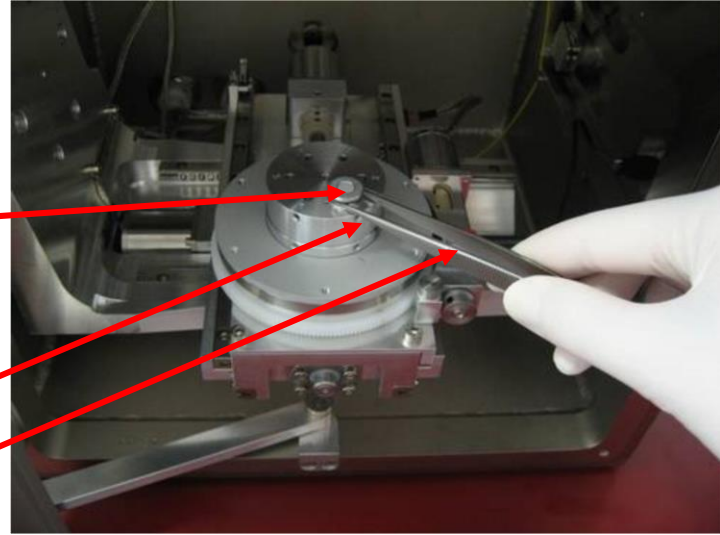
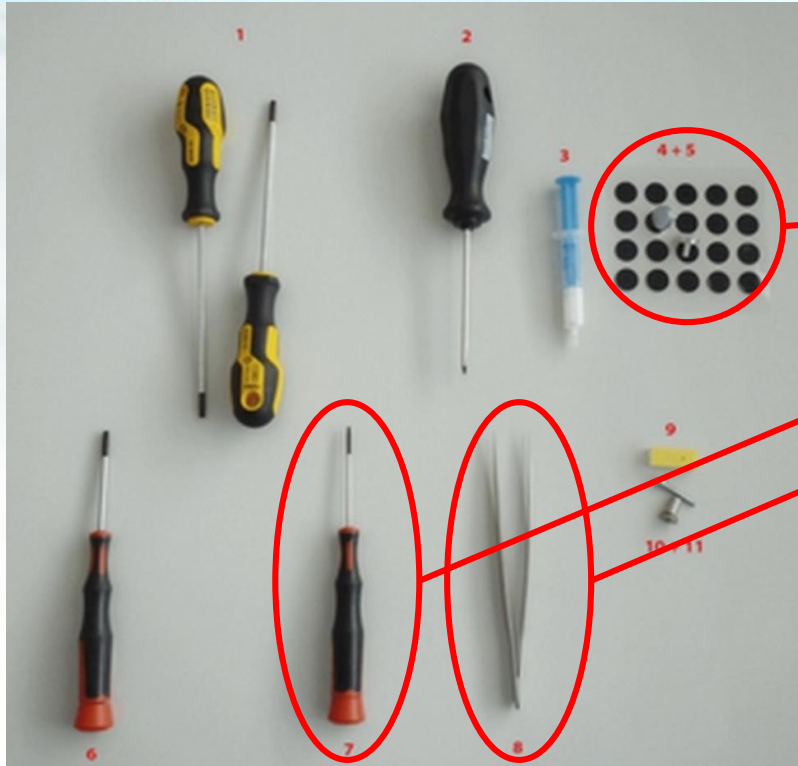
退出Standby mode后需点击“VENT”使仪器退出真空状态, 装载样品后点击“PUMP”等待仪器抽真空, 期间不要进行其他任何操作。每次测试结束后必须将样品腔关闭并抽真空以等待其他测试员操作, 如发现未抽真空放置情况则立即取消测试资格!



等待“Column Pressure”和“Chamber Pressure”的进度有红色转变为绿色才可以进行进一步操作。如果一直无法使仪器真空达到标准值, 则立即联系仪器管理员, 严禁私自处理!



装样工具



将样品利用导电胶粘在样品拖上，之后用镊子将样品拖放置在样品台上，并利用专用螺丝刀固定。**装载样品时必须戴手套操作！**

1. Hexagonal screwdriver, size 3.0 mm - general use, mainly various flange screws, the most common size used for screws.
2. Flat screwdriver, size 3.2 mm - general use.
3. Vacuum grease - used for sealing of the o-rings.
4. The basic specimen stubs.
5. Carbon conductive adhesive discs for bonding the sample to a stub.
6. Hexagonal screwdriver, size 2.5 mm - used for mounting / dismantling sample stage Z extensions (LS, LM chambers) and the stub holder (XM chamber).
7. Hexagonal screwdriver, size 1.5 mm - used for fixing the screws in the sample stage.
8. Flat tweezers - general use.
9. Aperture 75 μ m.
10. Low vacuum aperture holder.
11. Screw, size M3x25 - used for the removal of the low vacuum aperture holder.

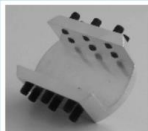


多种样品台

根据自身需求选择合适的样品托!



The **standard specimen holder diameter 12.5 mm, height 3 mm** - The most common holder suitable for any smaller specimens. The specimen is normally glued by glue or sticked on the double side sealing tape.



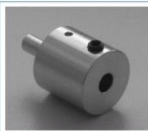
The **specimen holder HM-114-R** - The holder is suitable for flat samples up to the width of 16 mm.



The **specimen holder HM-116-R** - The holder is suitable for flat samples up to the width of 40 mm.



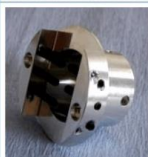
The **specimen holder ACB-16-00** - The holder is suitable for flat samples up to the width of 4 mm.



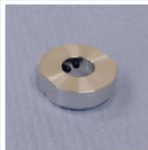
The **specimen holder GM-163-R** - diameter 12 mm, height 12 mm. The extension for small specimen holders to be able to work on very short working distances.



The **specimen holder TE00038R** - The holder is designed for standard samples of 30 mm diameter.



The **specimen holder GM-153-R** - The replacement of standard seven position specimen holder (the seven position holder must be removed) it is designed for rod shaped samples of diameter up to 26 mm.



The **specimen holder GM-154-R** - CAMSCAN 12.5 mm specimen holder adapter.





软件控制

打开“几何转变”对话框，改变电子束扫描路径

打开“预设参数”对话框，改变电子枪预设参数 (**禁用**)

打开“分析和测量”对话框，在Scanning状态下对图像进行分析和测量

新建扫描窗口



打开样品台控制界面

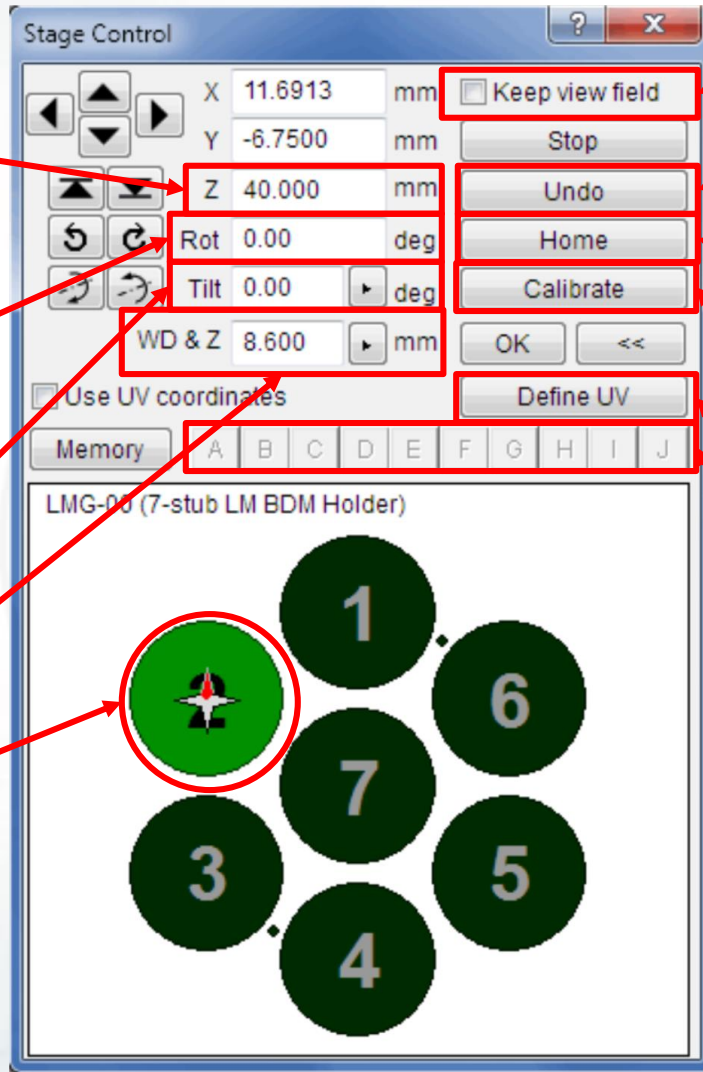
消除纵向磁场，在点击前确保放大倍数和样品台的位置已校准

进入简洁SEM操作界面 (**禁用**)

打开图片测量工具，包括距离，角度等

打开样品腔红外摄像头

SEM工作模式 电镜工作状态校准



手动输入样品台Z值，改变其与电子枪极靴之间的距离，离极靴越近时步长越小，以防撞到极靴

将样品台在水平面内转动相应角度，可手动输入

将样品台在竖直方向倾转相应角度，可手动输入

禁止手动更改

点击与样品对应的标号，以找到目标样品

SEM模式下禁止勾选

撤销上一步操作

样品台归位

样品台校正

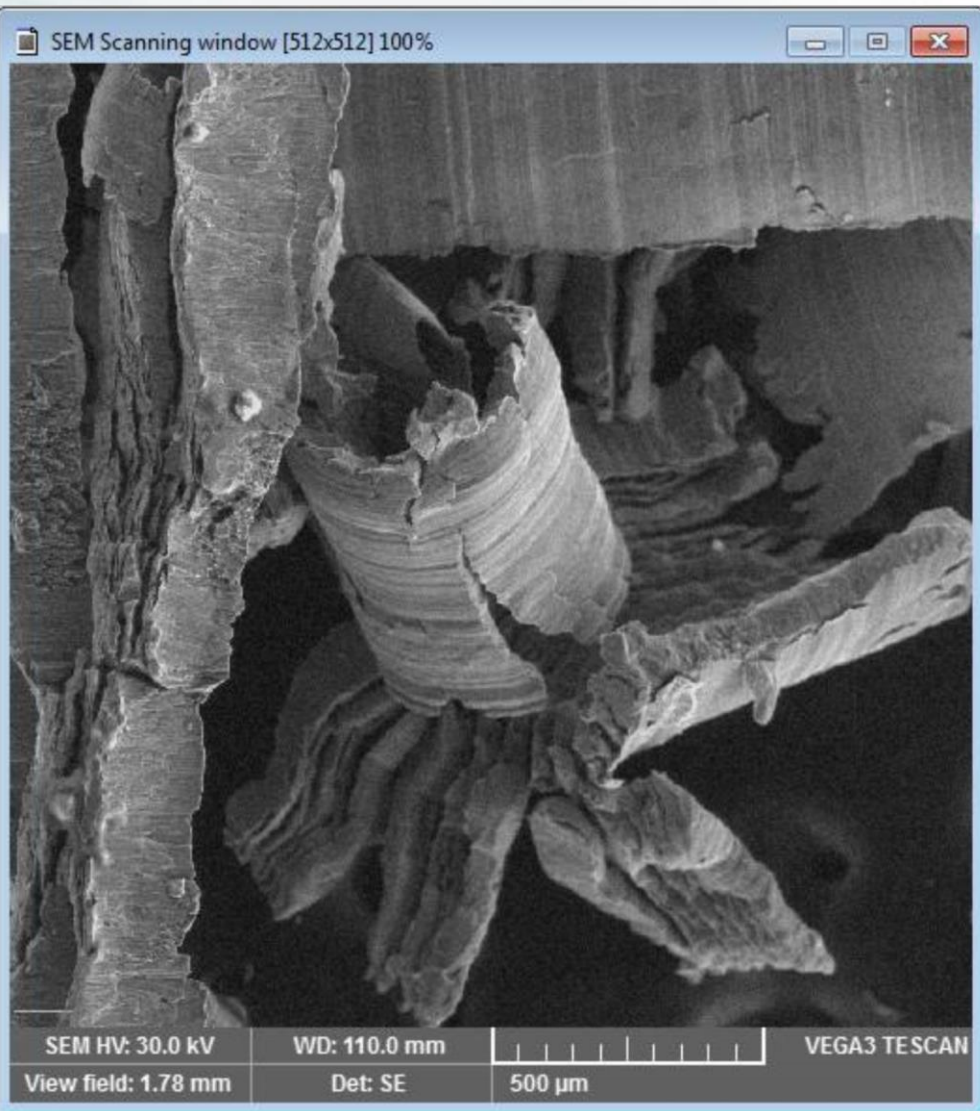
根据样品设置相对坐标

位置记录功能





SEM工作模式 电镜工作状态校准



- MODE → 选择扫描模式
- SPEED → 改变扫描速度
- MAG → 改变放大倍数
- WFO → 调节聚焦
- STG → 调节像散
- 亮度/对比度 → 调节亮度/对比度
- Auto → 自动调节亮度/对比度
- 电子束对中 → 手动电子束对中
- Acquire Image → Acquire Image

Info Panel		
Continual	Single	Acquire
Scan Mode:	RESOLUTION	
HV:	30.00 kV	
Magnification:	40.00 kx	
View field:	3.611 μm	
Speed:	1 (0.10 μs/pxl)	
WD:	5.000 mm	
Depth of Focus:	1.07 μm	
Stigmator:	0.1 % / 0.2 %	
Shift:	0.0 μm / -0.0 μm	
Rotation:	0.00 deg	
Beam Intensity:	9.00	
Absorb. Curr:	180 pA	
Spot Size:	2.4 nm	

各项参数显示面板





FIB工作模式 电镜工作状态校准

Ion Beam ▲ ?

High voltage is on, emission is off

HV: 5.0 kV Emission: 0.0 μ A

Preset ----- ▶

Beam energy 5.0 keV ▶

Condenser 4.17 kV ▶

Probe aperture 1 (10 μ m) ▶

View field 380 μ m ▶

Magnification 499 x ▶

Speed 1 (100 ns) ▶

Image shift 0.00 / 0.00 μ m ▶

Rotation 0° ▶

Stigmators 0.0 / 0.0 %

Probe current 0 pA

Objective 2.67 kV

Gain / blacklevel 91.2 / 46.9 % ▶

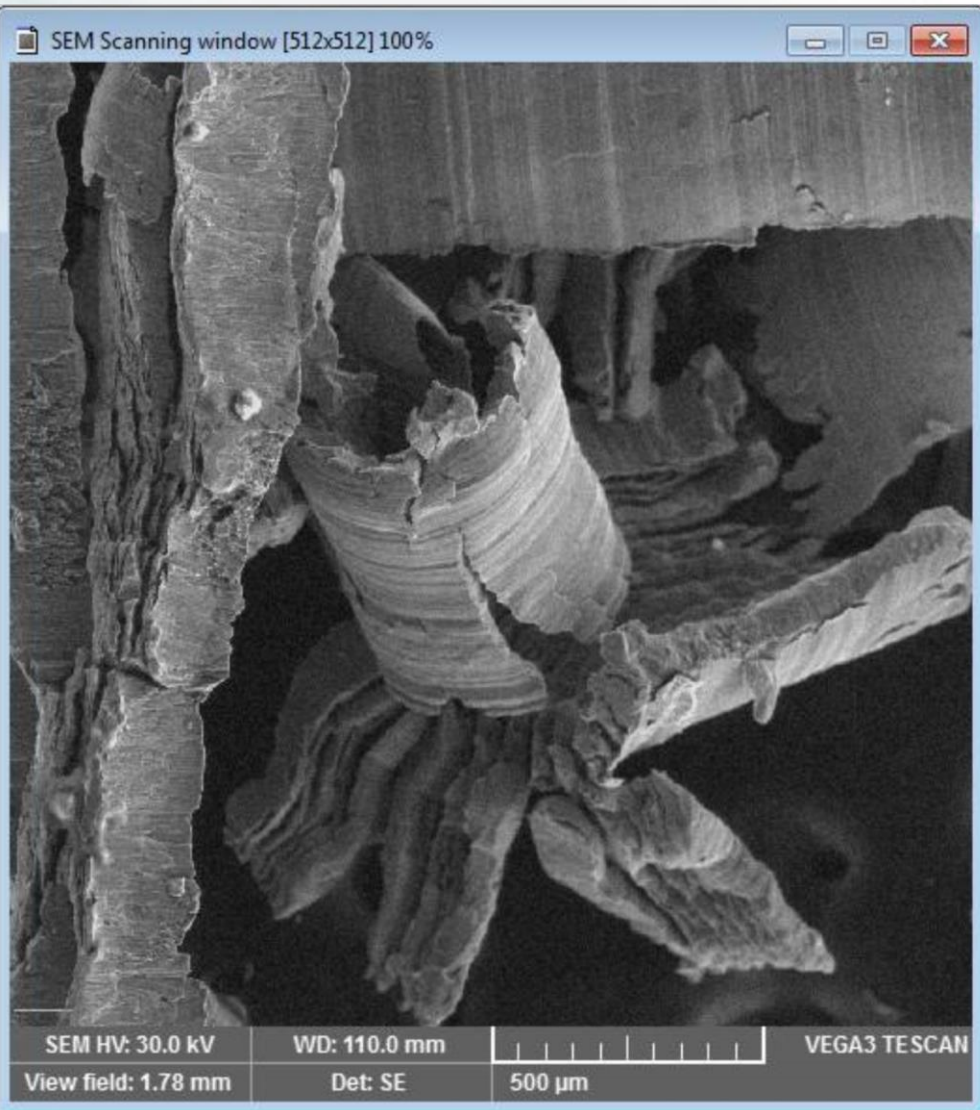
Lock FIB and SEM view field

严禁直接点击“Emission”，先点击“High voltage”，待系统稳定后再点击“Emission”

Function name	Displayed value
Preset	Name of the actual preset
Beam energy	The actual energy of the ion beam
Condenser	Voltage on condenser electrodes
Probe aperture	The index and diameter of the current probe aperture diameter of the ion beam.
Magnification	The actual magnification of the image (the ratio of the scanning window width to the real width of the scanning area on the sample surface).
Speed	The index of the current scanning speed, the value in brackets shows current time per pixel
Image shift	The actual values of the electronic image shift
Rotation	The actual values of electronic rotation of the image
Stigmators	The actual astigmatic correction values
Probe current	The beam current measured in the bottom part of the column - after the beam has passed the condenser and apertures. The value is valid only if the ion beam is blanked (the scanning is stopped). The measured current is equivalent to the real beam current impinging on the specimen during ion beam scanning.
Objective	Displays the current voltage on the objective electrodes
Gain Blacklevel	/ Displays the actual values of the detector gain and offset



FIB工作模式 电镜工作状态校准



- 改变扫描速度
- 改变放大倍数
- 调节聚焦
- 调节像散
- 调节亮度/对比度
- 自动调节亮度/对比度
- 手动离子束对中
- Acquire Image
- 打开Draw Beam窗口





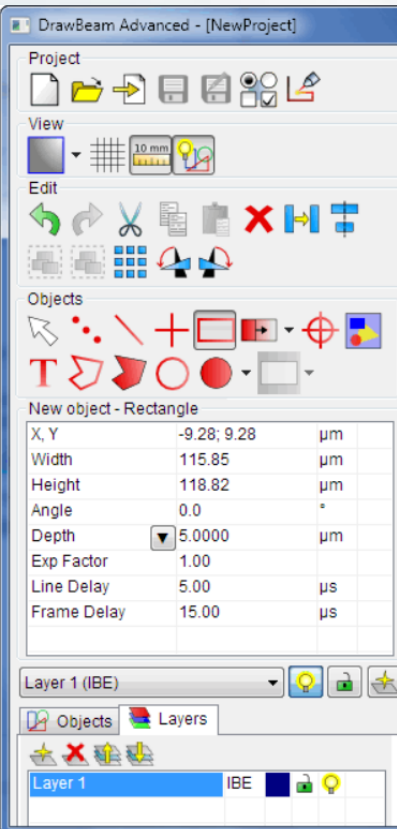
FIB工作模式 电镜工作状态校准

使用离子束的注意事项:

- 1.样品台的工作角度为 $0^{\circ}\sim 58^{\circ}$ 之间的任意角度,不得超过限制!样品与离子束垂直时的角度为 55° 。
- 2.样品台的工作距离为 $9\text{mm}\pm 0.05\text{mm}$,在调整样品台位置或者角度之后都需要检查!
- 3.每次使用完气体沉积系统和纳米操纵器之后都必须归位,尤其是气体沉积系统,严禁插入后移动样品台!
- 4.不得私自更改Preset中的预设值!



Draw Beam界面功能介绍



Object Panel		Object Edit Panel	
	Select and edit objects		Show/hide background image. To do so, select and click (left mouse button) into image window of your interest.
	Create a point object		Show/hide grid (If grid is enabled, the snapping is active.)
	Create a line object		Create a drift correction mark
	Create a cross object		Show/hide all objects in the project
	Create an outline rectangle		Undo
	Create a filled rectangle		Redo
	Create a polishing rectangle		Cut
	Create a stairs rectangle		Copy selected objects
	Create a reference point object		Paste selected objects
	Load a bitmap or another format object		Delete selected objects
	Insert text		Clone selected objects
	Create an outline polygon		Align selected objects
	Create a filled polygon		Group selected objects (Objects can be grouped only within one layer.)
	Create an outline circle		Break a group of objects
	Create a filled circle		Create mesh of selected object
	Create a circle annulus		Rotate selected object counter-clockwise by 90 degrees
	Create a polishing circle		Rotate selected object clockwise by 90 degrees
	Create a stairs circle		Create a void rectangle
	Create a void circle		Create a void polygon





Gas Injection System界面功能介绍



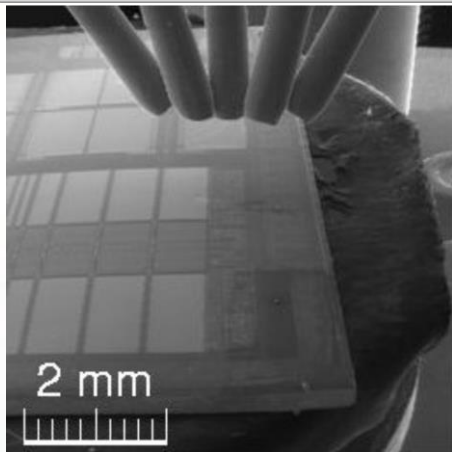
Heating or Cooling - click this button to start heating or cooling of the reservoir, capillary and the nozzle (depends on the precursor type). When the temperatures reach the values required for operation, the bar graphs above become green and the Valve button is enabled. Click this button again to finish using the precursor and turn the heating off.

Outgas - click this button to start the outgas procedure manually. This procedure must be performed, when the reservoir has not been used for long period of time or when the system has been vented. If the reservoir is properly degassed, the outgas procedure should not increase the pressure in the chamber - in such a case we can interrupt the outgas procedure by pressing the button again.

Note: For some precursors e.g. W, the outgas procedure is forced during turning off the heating - to eliminate nozzle clogging.

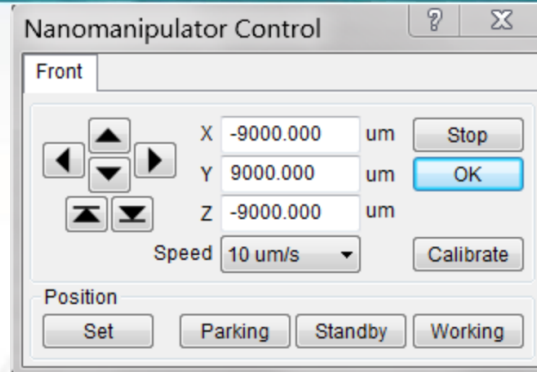
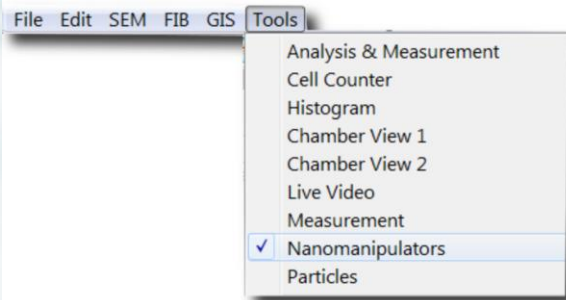
Valve - click this button to open and close the precursor's valve. It is only allowed to open the valve when the temperatures of the reservoir, capillary and the nozzle are on the values required for operation. By opening the valve, you start the actual flow of the gas through the capillary and nozzle to the microscope chamber.

点击“Outgas”之前必须关闭电子枪和离子枪!





Nanomanipulator界面功能介绍



For the most typical 3D nanomanipulator, there are three axis of movement (XYZ). The orientation of the axis is set to be the same as the **specimen stage** i.e. +X moves to the right, +Y moves up, +Z moves down.

- By holding the **arrow** button, manipulator moves with the selected speed
- **X,Y,Z** shows the current manipulator position in absolute coordinates in μm (position from the calibration mark)
- Speed defines the speed of the movement for the manual movement. SCAN1 and SCAN2 speed indicates the mode where the manipulator moves by changing the length of piezo elements only, with no jumping and vibrations, but with movement range limited to $\sim 1 \mu\text{m}$ only. When entering the absolute coordinate or selecting the saved position it will move at the maximum speed.
- The **Calibrate** button starts the automated calibration procedure.
- There are three basic **Positions** selectable.
 - **Parking position** is set to be a safe position for any stage movement without a risk of collision. This position is set during the installation and can not be changed by the user. In this position also the position sensors are switched off, so there should be no interference to EDX, EBSD, CL or other detectors.
 - **Working position** is defined by the user and **is stored for each user separately**.
 - **Standby Position** is defined relatively to the working position (by default $200 \mu\text{m}$ above the working position).

The movement from parking to working position (or back) is always done through the Standby position.

每次更换针尖后，都必须点击“Calibrate”，在校正完成后，将针尖的工作距离“Working”设定在8.5mm！如需更换针尖请联系管理员，严禁私自更换！





实验结束

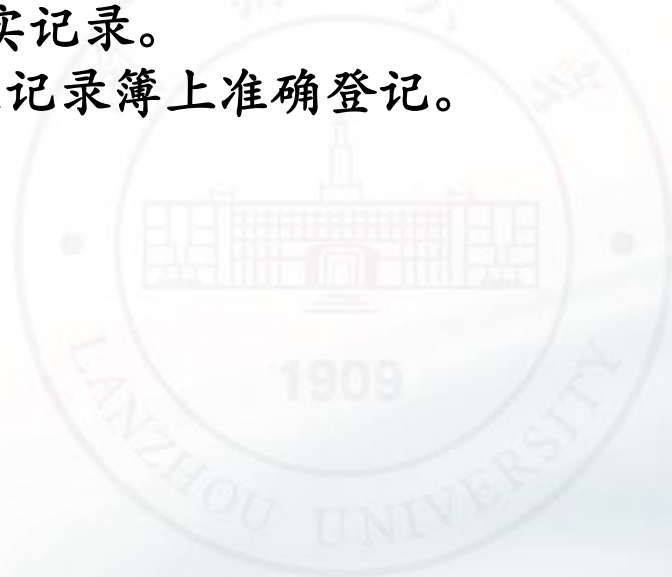
- 1.使用离子束的情况下请先关闭离子束，先点击“Emission”，等发射电流降为 $0\mu\text{A}$ 后，再点击“High voltage”关闭高压！
- 2.在样品台控制面板点击“Home”将样品台归位！
- 3.检查气体沉积系统和纳米操纵器是否归位，并在气体沉积系统的控制界面中点击“Heating”，使系统降温！
- 4.在SEM控制面板中点击“Beam on”关闭电子束！
- 5.点击“Vent”，待放气完成后打开样品腔，取出样品！
- 6.关闭样品腔，点击“Pump”，待真空达到要求后可以离开，如果确认当天无人使用，可以点击“Standby”使系统进入待机状态！



FIB操作说明

注意事项

- 1 通过考核的人员方能操作**FIB**。
- 2 操作过程中出现意外必须及时通知电镜管理员，出现的故障以及针尖磨损状况要如实记录。
- 3 操作结束后需在记录簿上准确登记。





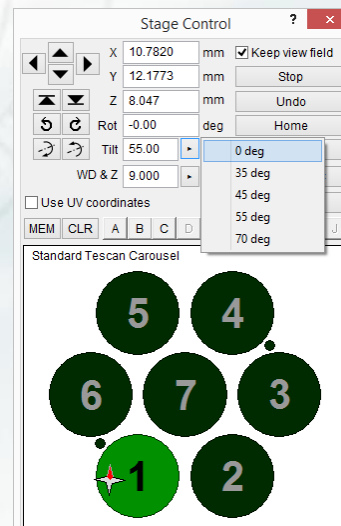
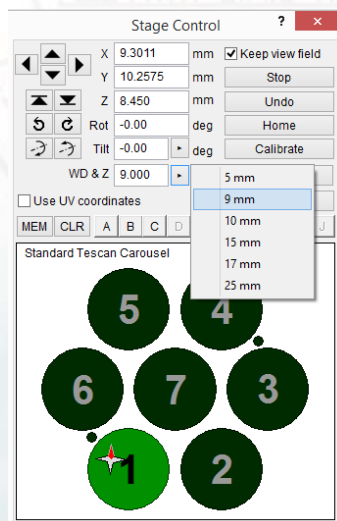
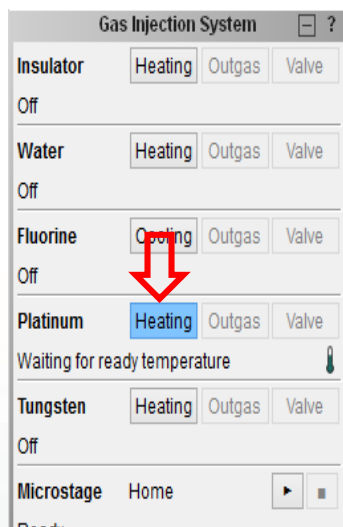
FIB操作说明

- 1 点击Platinum栏中的Heating，对铂进行加热。加热结束后点击Outgas，待用。
- 2 点击BEAM ON，打开电子枪。
- 3 调整样品台位置。

在数值高度Z一栏手动输入30，待样品台升上去后，找到合适的样品区域，调节光路（聚焦，合轴，像散）。

在WD&Z一栏选择9mm，继续上升样品台。（注：此操作前必须聚焦清楚，否则样品台会撞到极靴，并且应保证接下来任何操作WD&Z都是9mm）

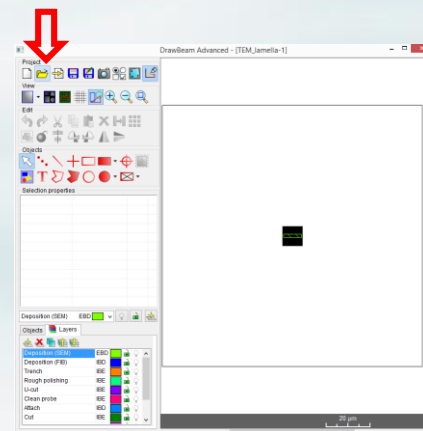
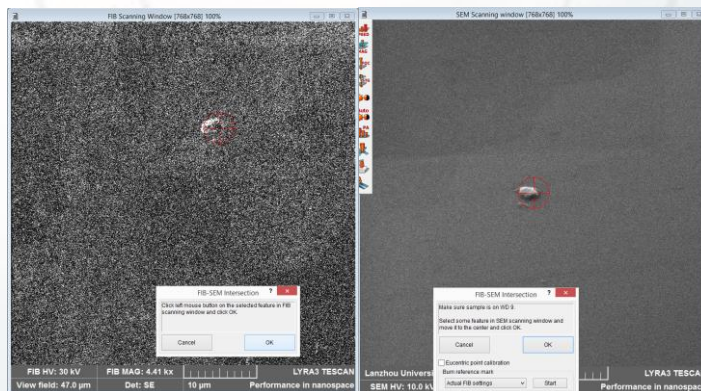
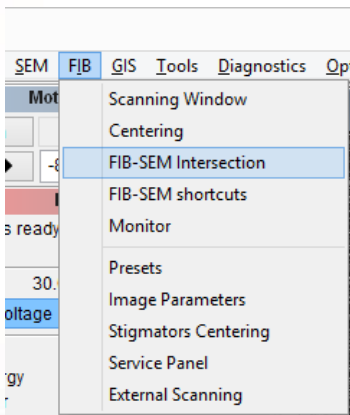
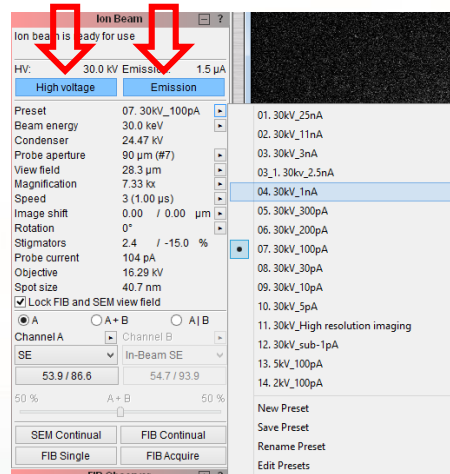
在Tilt中选择55，将样品台倾转55°。





FIB操作说明

- 依次点击High voltage、Emission，打开离子枪电压和电流。电压电流分别设置为30KV、100pA。
- 电子束离子束共聚焦。在FIB菜单栏中选择FIB-SEM intersection。依次在SEM和FIB窗口点击同一个位置并确定。（若找不到合适位置，应缩小放大倍数找，且以后操作可随时进行共聚焦，以确保在SEM和FIB窗口能同时找到同一区域）。
- 打开pengy文件夹下最后一个程序TEM-lamella-1，并点击左下角的Layers。





FIB操作说明

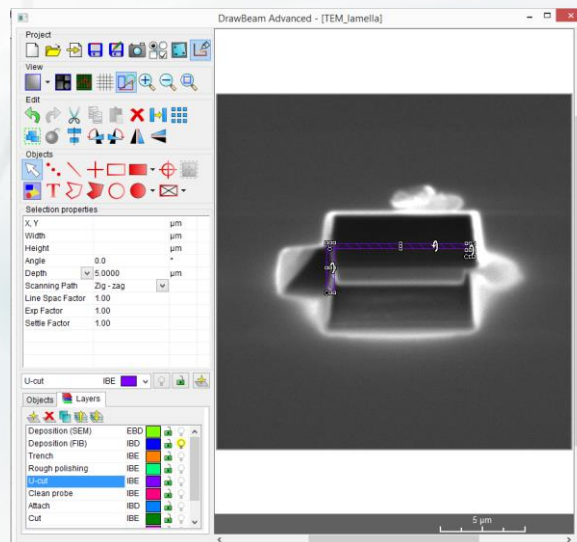
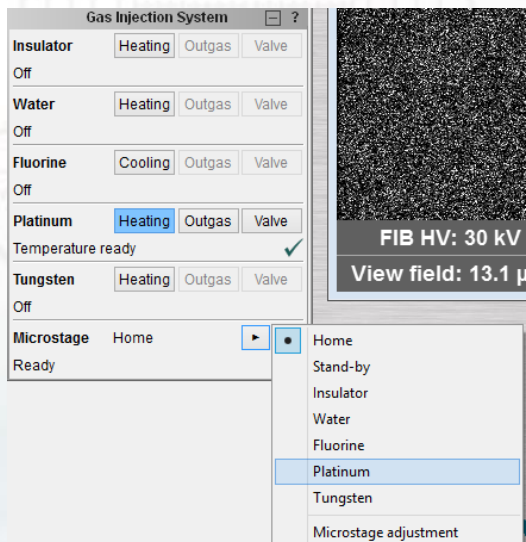
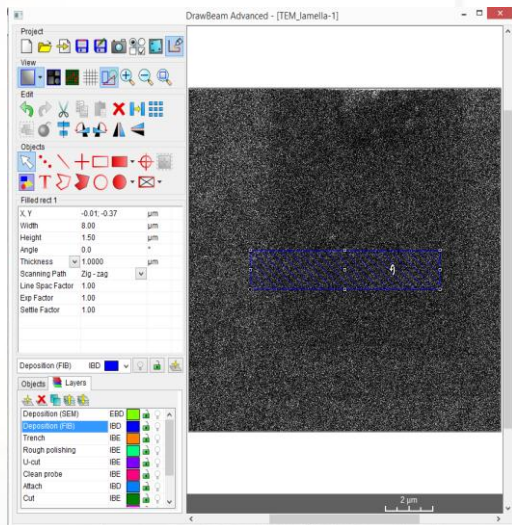
7 沉积铂。选择Deposition(FIB),此时会出现一个沉积图案,调整图案位置,进行参数设置。(长宽厚度依次为10um,2um,1um)

在Microstage一栏中选择Platinum,插入铂后,在DrawBeam Proess窗口下依次点击A图案以及下方的小计算机图案,后开始镀铂。结束后,选择Home,退出铂。

8 刨坑。将离子枪电压和电流改为30KV、1nA。选择Trench,调整图案位置,设置参数(深度为5um),点击开始。

9 抛光。选择Rough polishing,调整图案位置,设置参数(深度为5um),点击开始。

10 Cut。在Tilt中选择0°,转正样品台。找到自己的样品,点击U-Cut,调整图案位置,设置参数(深度为5um),点击开始。结束后将样品台转到55°

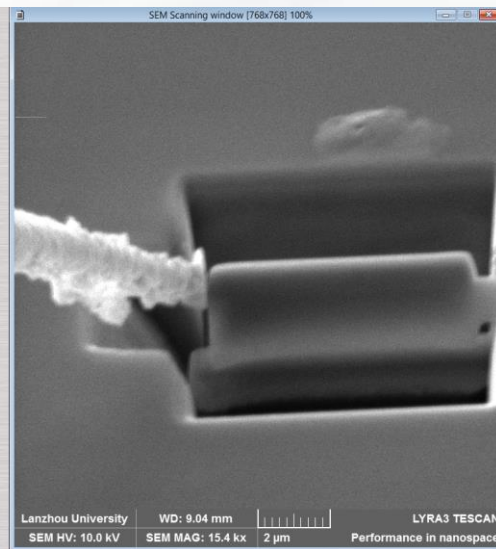
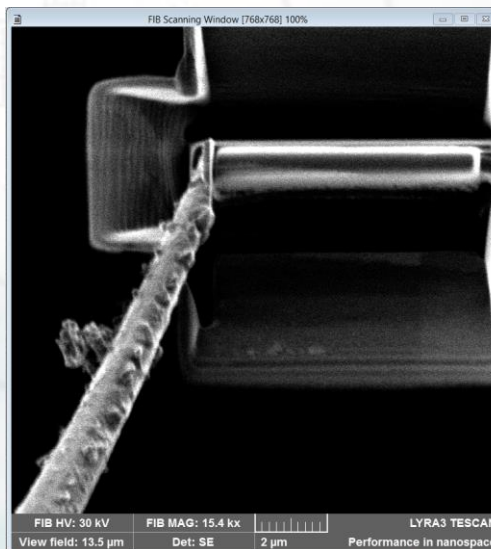
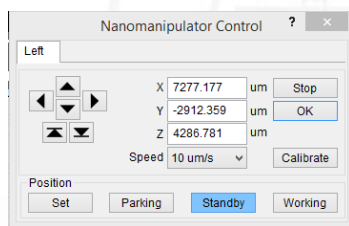
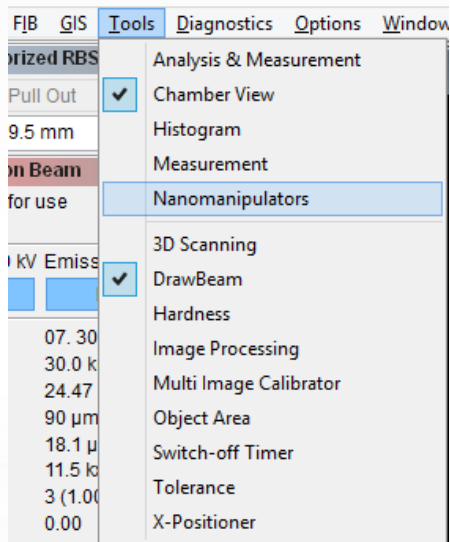




FIB操作说明

11 下针尖。点击Tools菜单栏中的Nanomanipulators,出现如下窗口,依次点击Standby、Working,使针尖到达工作位置。进一步下针尖,点击, (此过需要实时通过SEM和FIB窗口观看针尖位置),并慢慢减缓针尖下降速度,以防针尖撞到样品。使针尖最后接触上沉积有铂层的样品左端。

12 沉积铂,连接针尖和样品。将离子枪电压和电流改为30KV、100pA。选择Atch,调整图案位置,设置参数(厚度为0.5um),在Microstage一栏中选择Platinum,插入铂,点击开始。结束后,选择Home,退出铂。



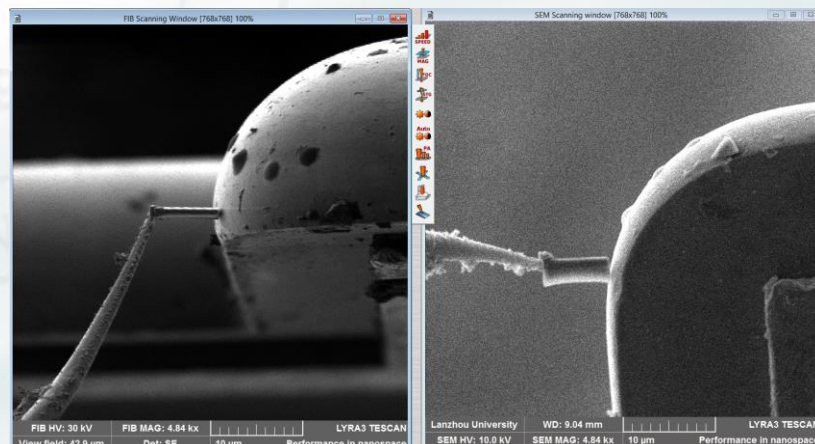
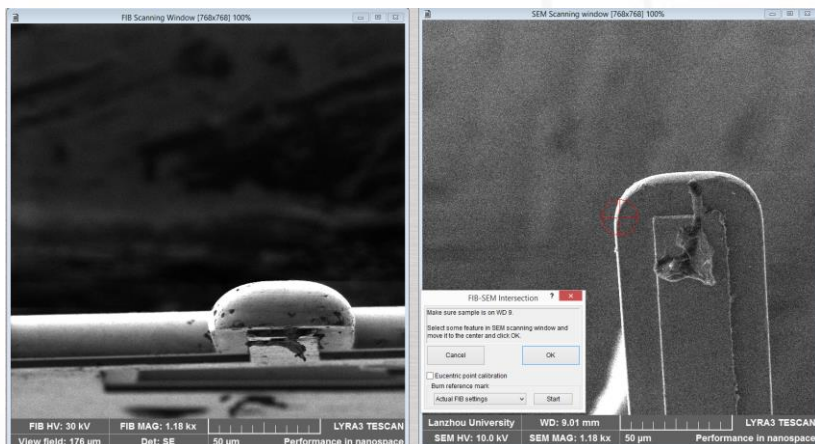


FIB操作说明

12 取针尖。将离子枪电压和电流改为**30KV、1nA**。选择**Cut**，调整图案位置，设置参数（深度为**5um**），点击开始。当样品完全切下来并连接到针尖上时，依次点击**Nanomanipulator Control**窗口中的**Working、Standby**，使针尖上升到一个安全位置。

13 将样品粘到Grid上。找到**Grid**，并共聚焦。下针尖，使样品完全接触上**Grid**，（此过程和上述下针尖过程一样），后将离子枪电压和电流改为**30KV、100pA**。选择**Attch**，调整图案位置，设置参数（厚度为**0.5um**），在**Microstage**一栏中选择**Platinum**，插入铂，点击开始，使样品粘在**Grid**上。结束后，选择**Home**，退出铂。

14 退针尖。将离子枪电压和电流改为**30KV、1nA**。选择**Cut**，调整图案位置，设置参数（深度为**3um**），点击开始，使针尖与样品脱离。结束后，依次点击**Nanomanipulator Control**窗口中的**Working、Standby、Parking**收回针尖。





FIB操作说明

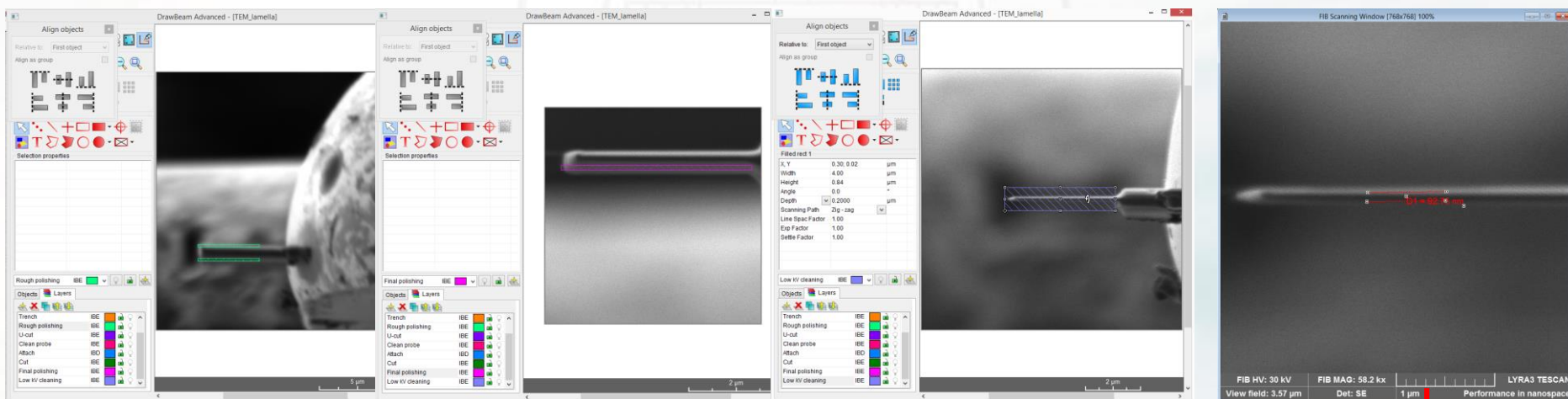
15 最终减薄。

选择**Final Polishing**。调整图案位置，设置参数（深度为5um），点击开始。结束后，分别在Tilt为53°和57°时进一步减薄样品。使样品薄于200nm。

选择**Low KV cleaning**。将离子枪电压和电流改为5KV、100pA，并分别在Tilt为51°和59°时低电压清洗样品，使最终的样品厚度低于100nm。

切样结束后，依次关闭电子枪以及离子枪电流、电压。点击**Home**，使样品台归位。点击**Heating**，结束铂的加热。

16 取样，整理操作台，保持整洁。



Final Polishing

Low KV cleaning

最终样品