

华南理工大学

# 制样培训

2016.7.5-6日

兑卫真

20160828

# 分析测试中心大楼



# 测试中心领导致辞





## "Gatan 电镜制样设备讲习班" 邀请函



老师，您好！

随着电子显微技术的不断发展和进步，相应的制样要求也越来越高，制样好坏直接决定了电镜观察的结果的准确性和真实性。因而在高纯材料研究、半导体失效分析等方面的样品制备也越来越受到重视。

为了让更多的用户能更好地了解透射电镜、扫描电镜等对于样品制备的原理与方法，新贵材料制备的技巧和应用，科捷国际贸易（上海）有限公司联合华南理工大学分析测试中心，于2016年7月5日-6日在华南理工大学分析测试中心举办"Gatan 电镜制样设备讲习班"，并结合华南理工现有制样设备进行现场演示。具体日程安排如下：

时间：2016年7月5-6日

地点：华南理工大学分析测试中心一楼制样室

2016年7月5日		
时间	安排事项	主讲人
08:30-09:00	会议注册及签到	
09:00-10:00	透射电镜制样技术介绍	上海科捷国际研究所 冯景伟
10:00-10:20	茶歇	

10:20-11:00	Gatan 新款离子减薄仪及等离子清洗仪介绍	科捷公司 张巍
11:00-12:00	离子束抛光技术及 Gatan 离子束抛光仪介绍	科捷公司 黄浩
12:00-14:00	午餐及午休	
14:30-15:30	离子束抛光仪实例演示	科捷公司 王颖正

15:30-17:30	离子束抛光制样技巧交流及经验分享	
18:00-	晚餐	

2016年7月6日

09:00-10:30	离子减薄仪及等离子清洗仪实例演示	上海科捷国际研究所 冯景伟
10:30-12:00	离子减薄仪及等离子清洗仪经验分享	

特此邀请您的参加！

注：与会代表食宿自理，联系人及联系方式：

科捷公司 黄浩：138-1743-4210 Michael@jdcsh.com

张巍：158-2125-7825 David@jdcsh.com

华南理工大学分析测试中心  
科捷国际贸易（上海）有限公司  
2016年6月22日

主要设备清单：



离子减薄仪

聚焦离子束切割抛光设备

等离子清洗仪

# 会议规模



# 培训内容



# 讲座内容

## 评价各个制样方法的优缺点

**萃取复型**—第二相析出的观察分析，没有背景干扰

**机械减薄**—元器件的定点分析（在FIB发明前）

**粉碎研磨**—简便，无法观察晶界和有解离样品的某些面

**电解双喷**—快速（金属），最后需要离子减薄 清洗样品

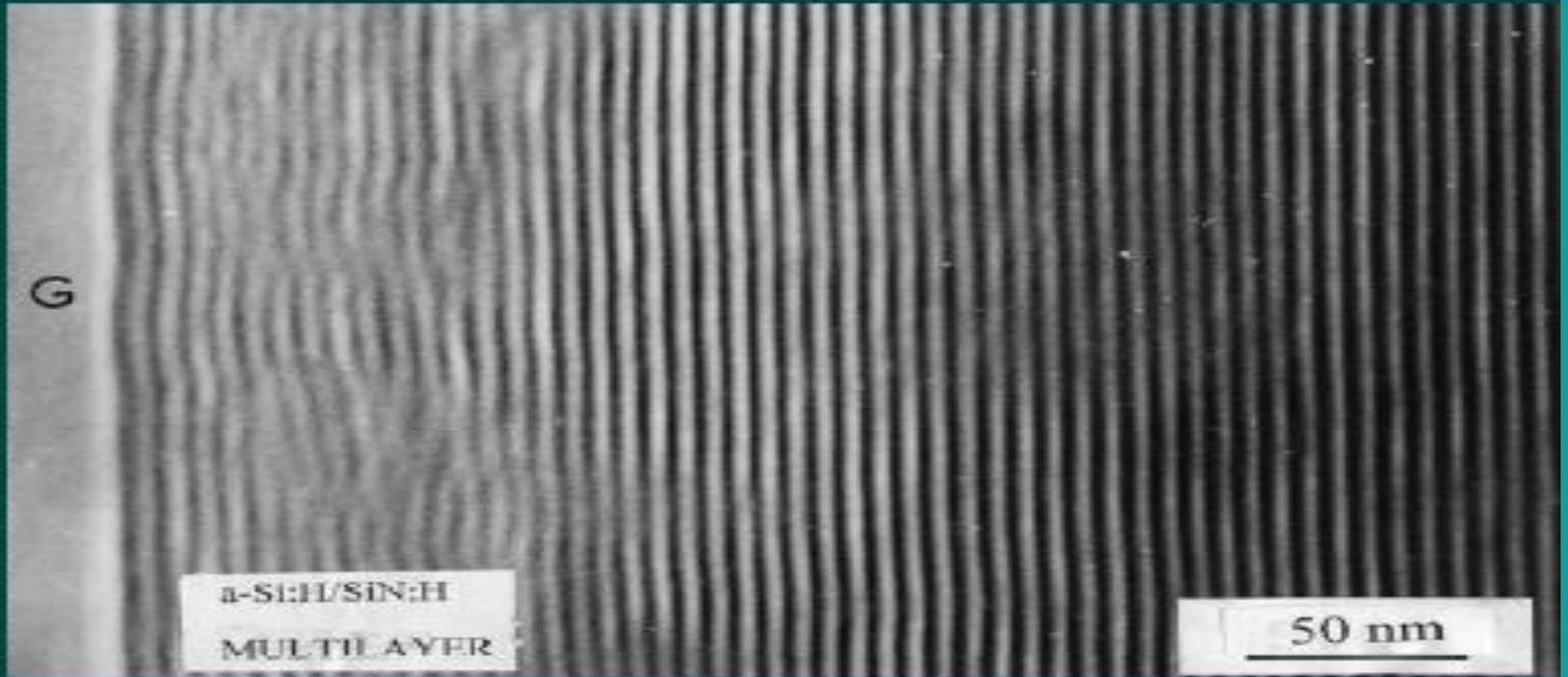
**聚焦离子束**—厚度均匀范围小，比离子减薄损伤大，不够薄

**离子减薄**—面积较大，厚度不够均匀。薄区是最适合高分辨观察

**超薄切片**—厚度均匀面积较大。生物样OK，材料样也可晶格像



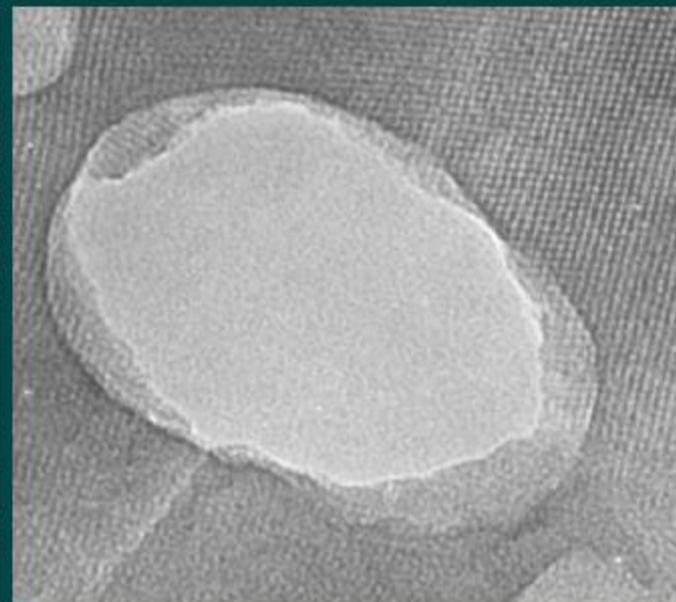
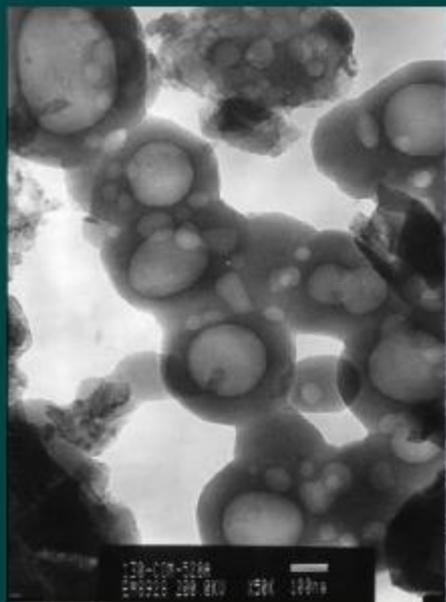
# 复合制样



**a-Si:H/SiN<sub>1-x</sub>:H 多层薄膜横面  
TEM照片**

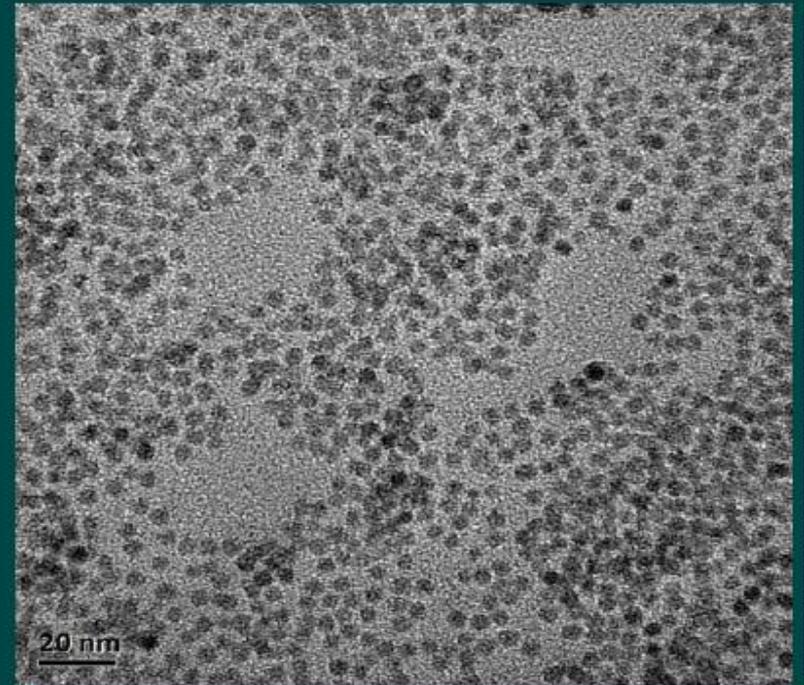
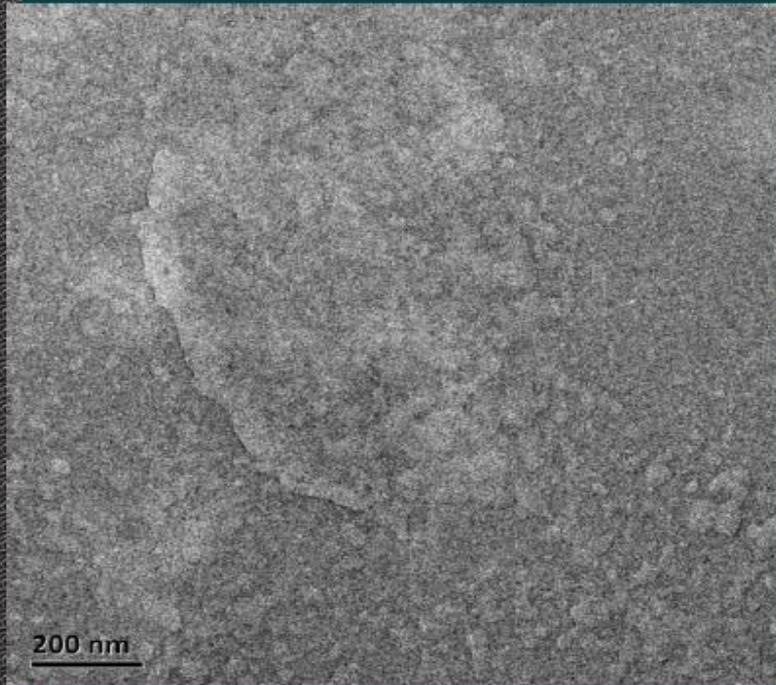
# 超薄切片

证明有序介孔中空球



# 复合制样

碳量子点的观察--蒸汽法去除有机物

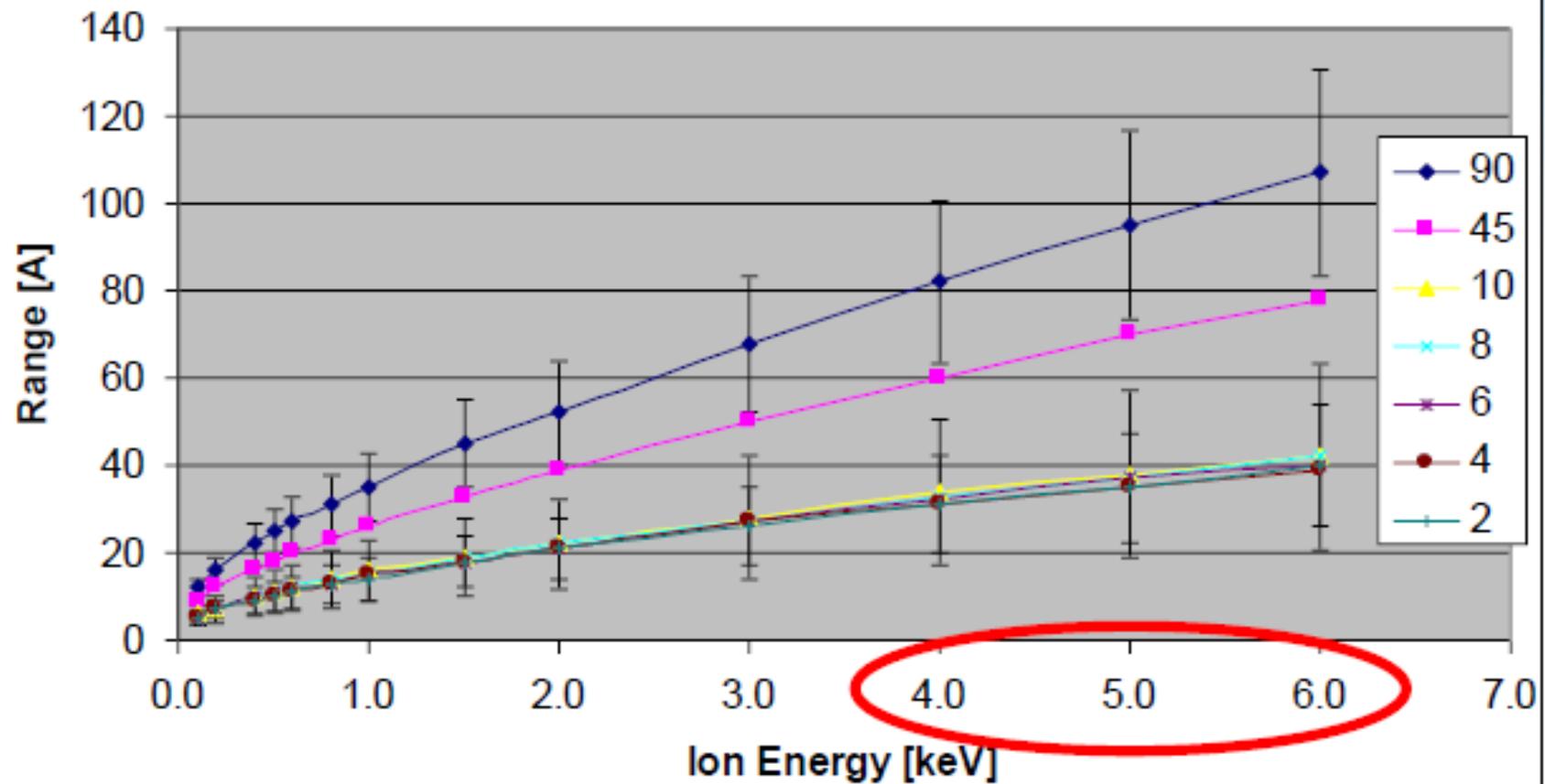


# 仪器应用技巧

## 离子减薄仪的使用

- ◇ 电离电压的选择
- ◇ 束流与样品的夹角选择
- ◇ 减薄速率对样品的影响
- ◇ 选用冷阱的作用
- ◇ 低能枪的使用
- ◇ ION BEAM MODULATOR

## Average Ion Range into Silicon at various angles (Ar)



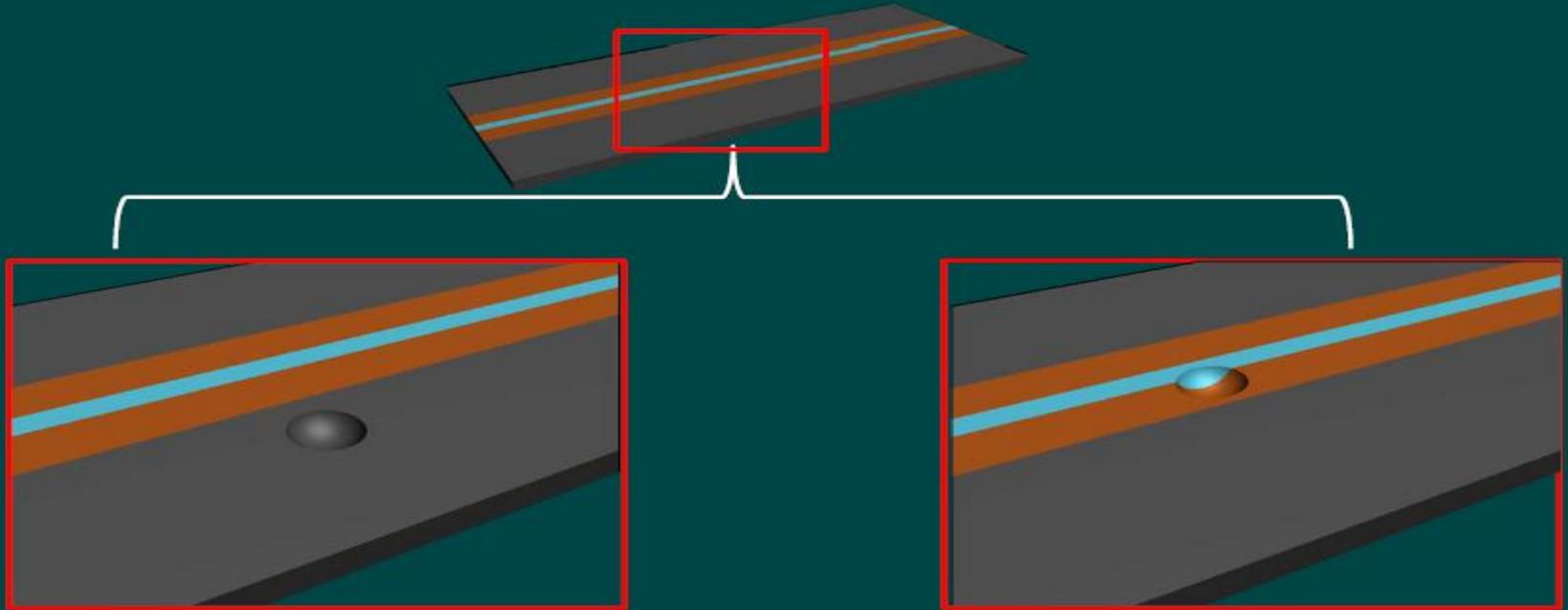
# 仪器应用技巧

## 钉薄仪的作用以及巧妙的使用

- ◆ 可以减少离子减薄的时间
- ◆ 对于易碎的样品（样品很难磨薄）
- ◆ 薄膜样品,在界面观察研究中（膜的硬度与衬底有较大差异）配合离子减薄中的标配（ION BEAM MODULATOR）

# 仪器应用技巧

薄膜样品（膜的硬度与衬底有较大差异），解决方案

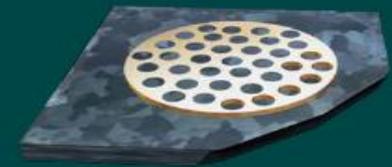
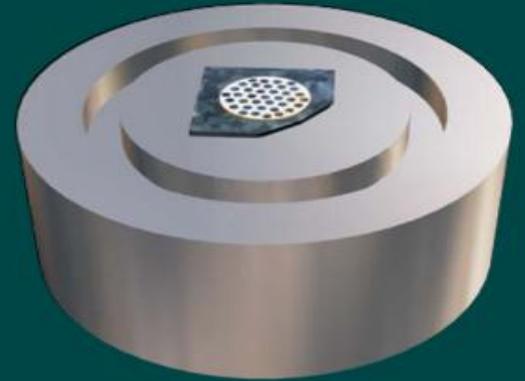
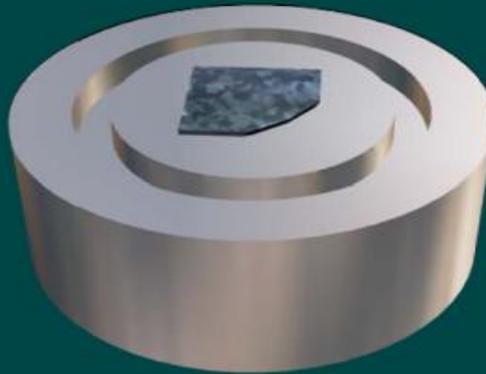
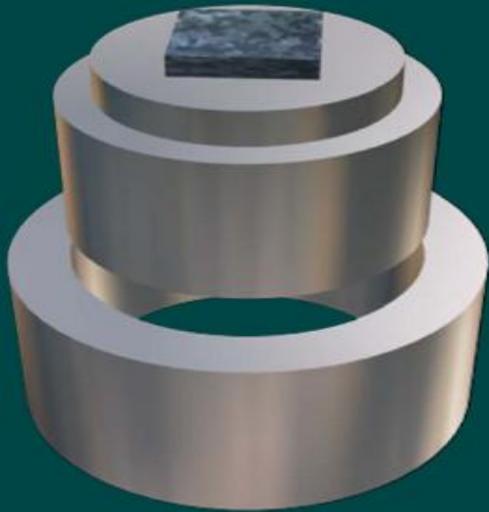


膜的硬度比衬底软，钉薄位子选择

膜的硬度比衬底硬，钉薄位子选择

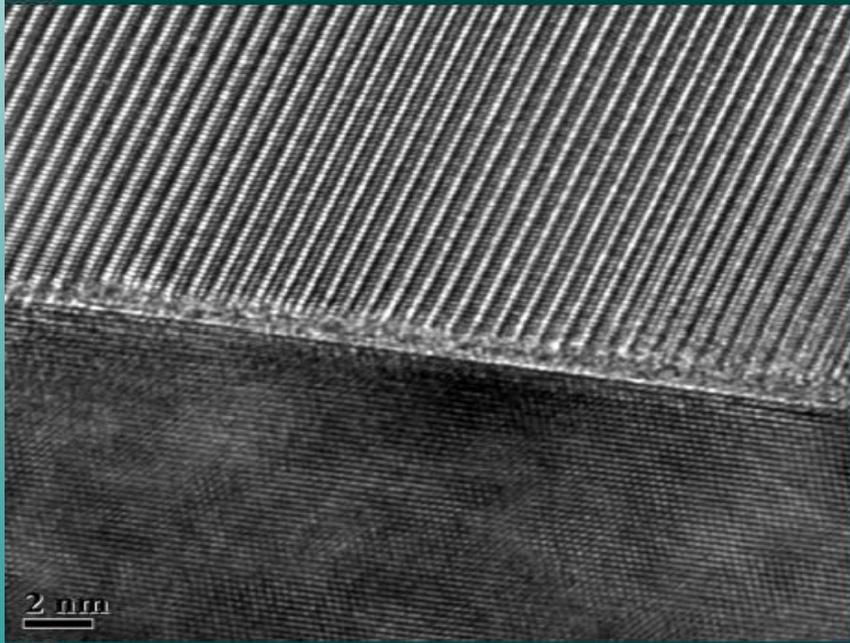
# 仪器应用技巧

易碎样品怎么做离子减薄前的磨片准备

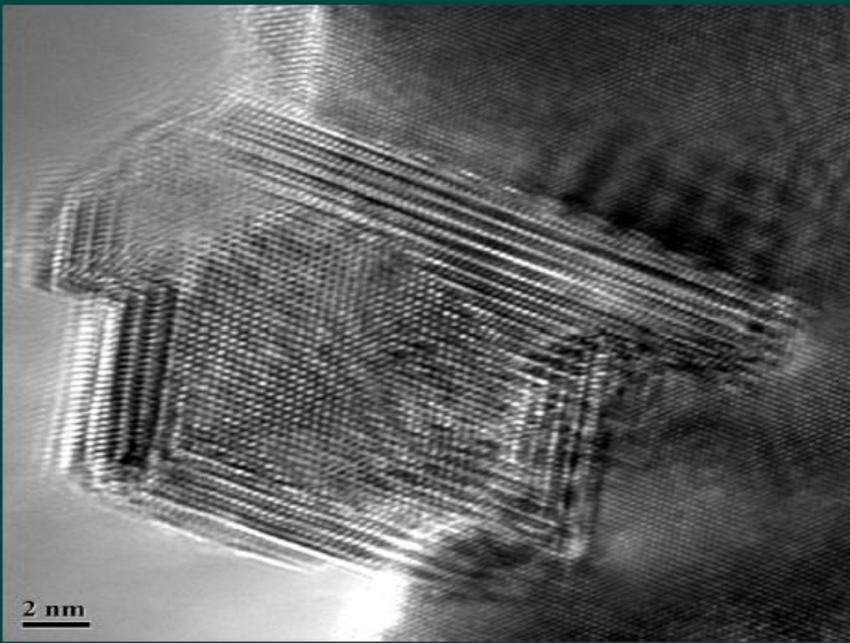


# 仪器应用技巧

## 界面高分辨晶格像



Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-TiN



铜合金

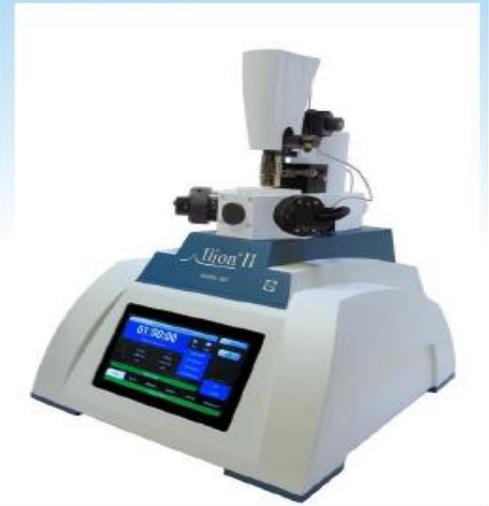
(离子减薄样品)

# 新仪器技术及应用

## 697 Ilion II

**Cross Section and Planar Ion Beam  
Milling System**

低温聚焦离子束切割抛光系统



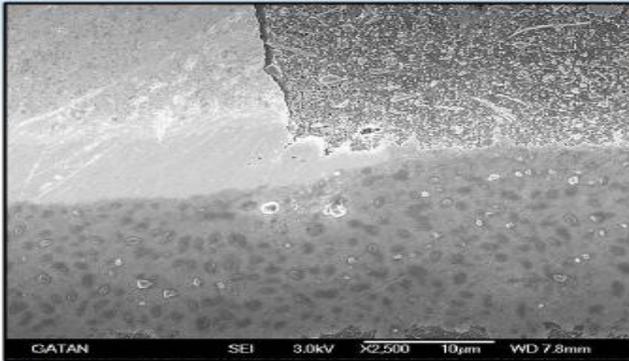
# 新仪器技术及应用

## 机械研磨抛光

VS

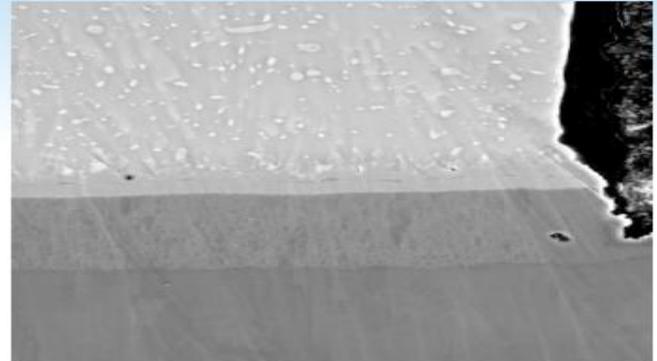
## 离子束抛光

- 有限的硬，固体样品
  - 硬度较大金属材料
  - 硅和玻璃
  - 半导体（铝/宽/高k电介质）
  - 矿物质（干）
- 操作者需要有周期性改变抛光液粒径



焊锡界面 机械抛光结果

- 适合各类样品
  - 软硬金属材料皆可
  - 同一样品含软硬不同材料
  - 多孔材料
  - 湿或油性样品：油页岩
  - 有机物
- 使用时不需操作者盯着



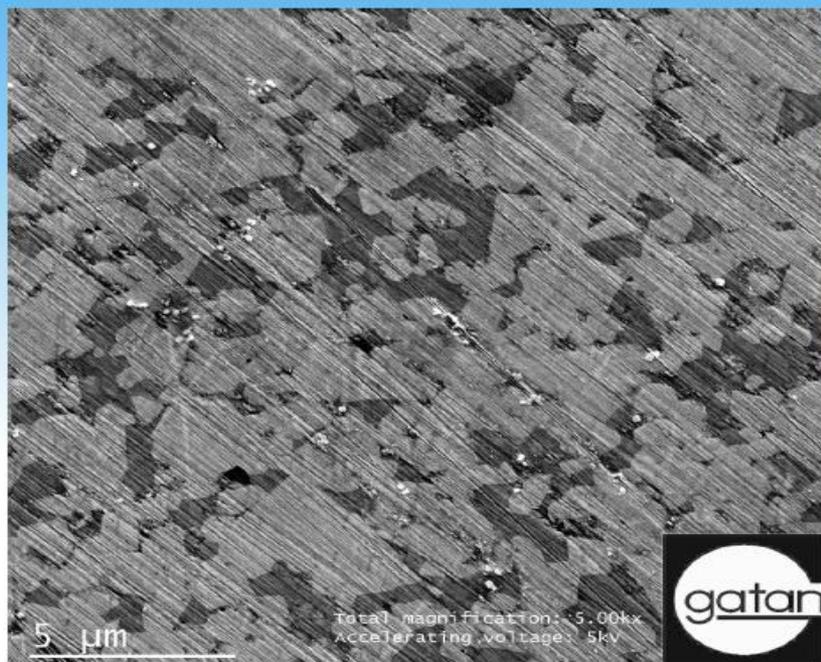
焊锡界面 离子束加工结果

# 新仪器技术及应用

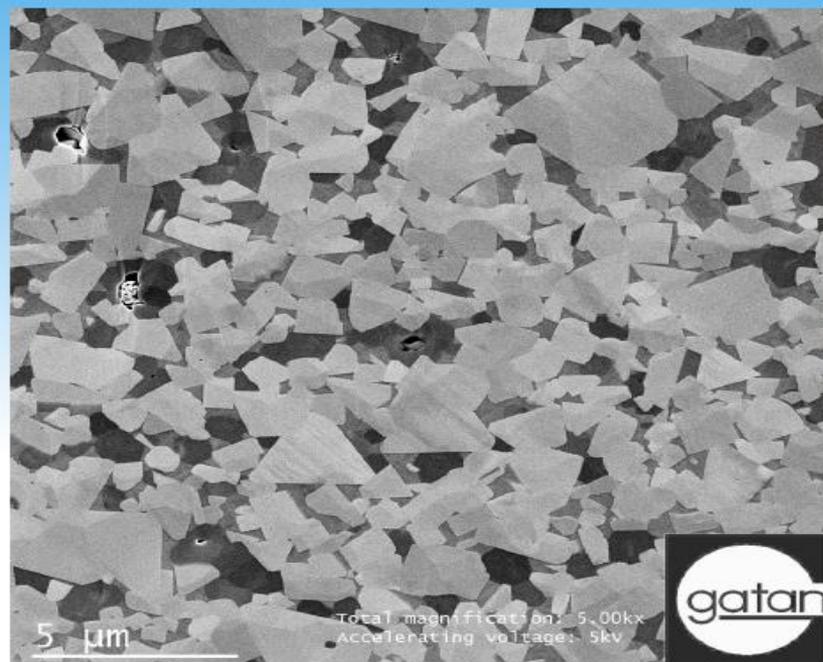
机械研磨抛光

VS

离子束抛光



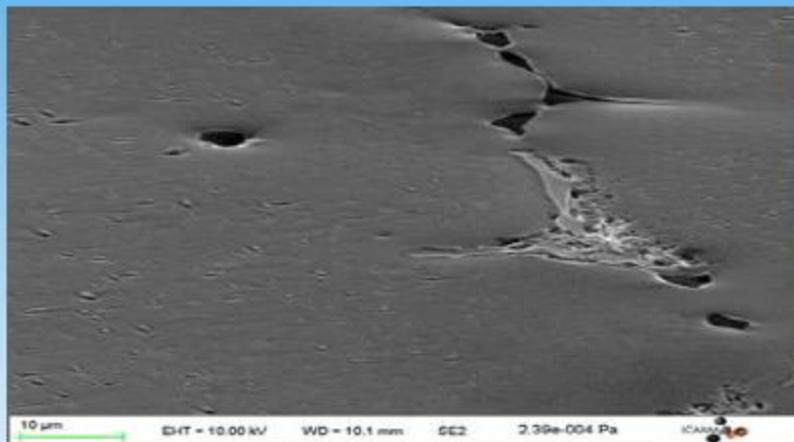
Mechanical Polished to 3 micron diamond



Planar Polish In Iliion

# 电解抛光 vs. 离子束抛光

电解抛光



PECS II  
Step 1: 60  
min, 5 kV, 5°  
Step 2: 8 h, 1  
kV, 3°



# 新仪器技术及应用

## Recipe Home Page

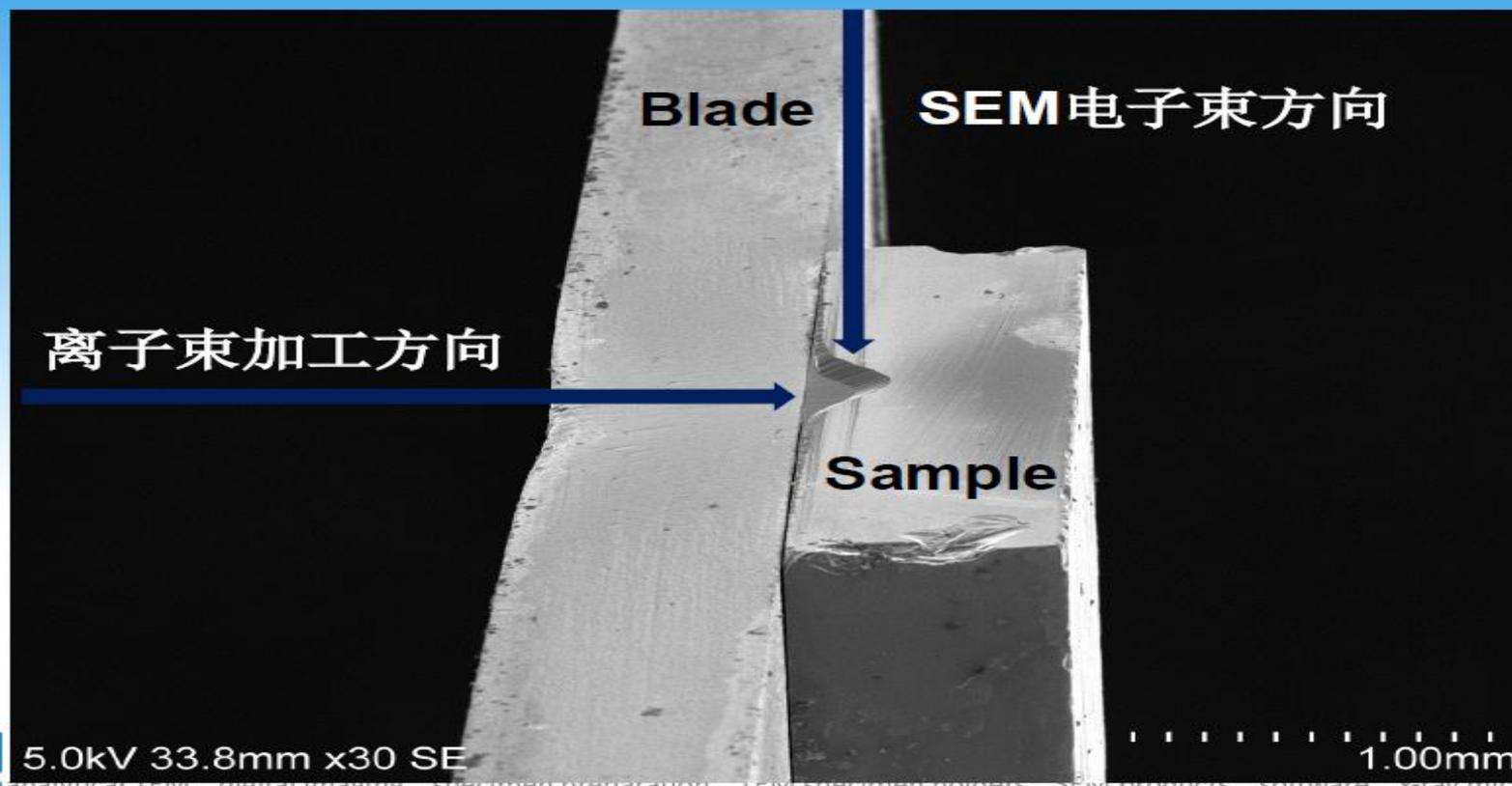
The screenshot displays the 'Recipe Home Page' interface. The main section is titled 'Custom Recipe' and features a large digital timer showing '00:39:54'. Below the timer, it indicates 'Time Remaining in Step 1 (of 4)'. To the right of the timer are 'Pause' and 'Cancel' buttons. Below the timer, there is a list of recipes with their respective parameters:

Recipe Name	Parameters
Las Positas	3600s at 4keV, 600s at 2keV, 600s at 0.5keV
Diablo	3600s at 4keV, 600s at 1keV, 600s at 0.3keV
Custom Recipe	2400s at 4keV, 100s at 1keV, 600s at 0.3keV, 60...

Below the list are buttons for 'Edit Recipe', 'Copy Recipe', 'Delete Recipe', and 'USB'. A green bar at the bottom of the main section reads 'Running recipe "Custom Recipe".'. To the right, the 'Stage' section shows a 'Slide to Raise' control with a red arrow pointing up, indicating the stage is 'Lowered' at '0°'. Below this, it shows '3.0 RPM'. At the bottom of the screen, there is a navigation bar with tabs for 'Milling', 'Recipes', 'Alignment', 'Camera', 'Settings', and 'Maintenance'. A yellow bar at the very bottom indicates 'System is busy.'.

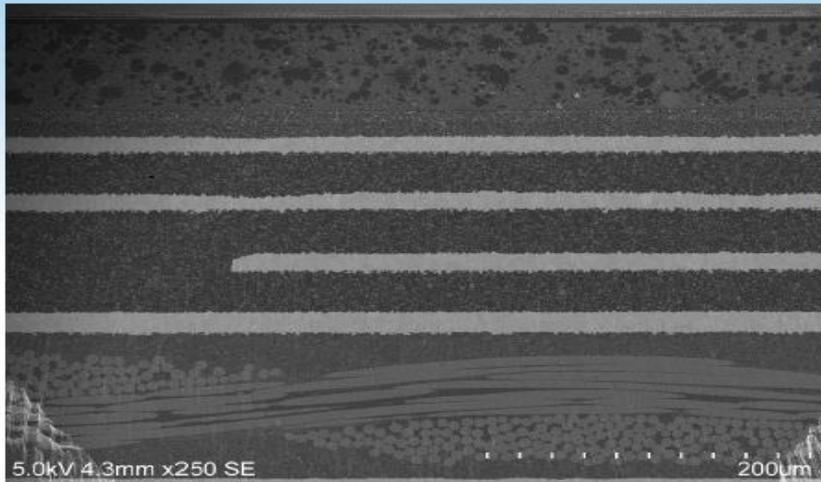
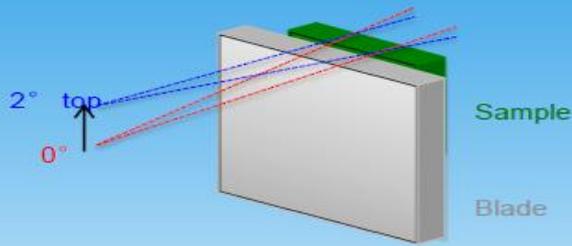
# 新仪器技术及应用

## 三维视图

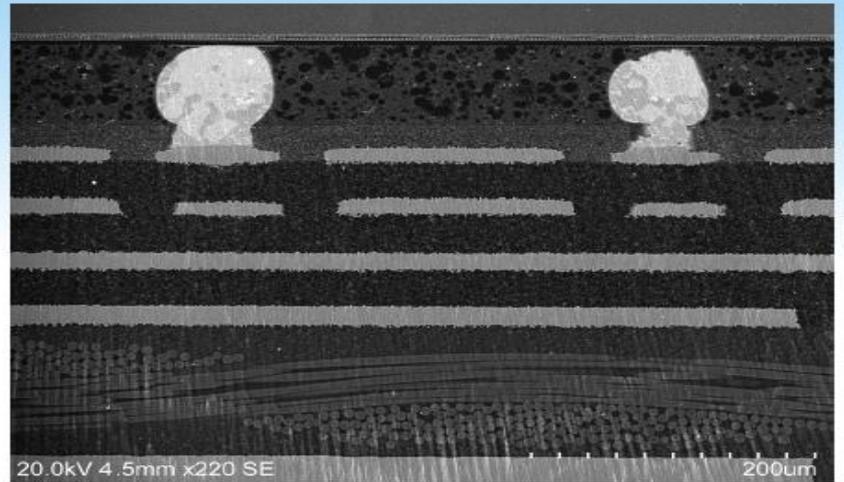


# 新仪器技术及应用

Ability to Tilt Guns to Locate Feature Below the Surface Sample



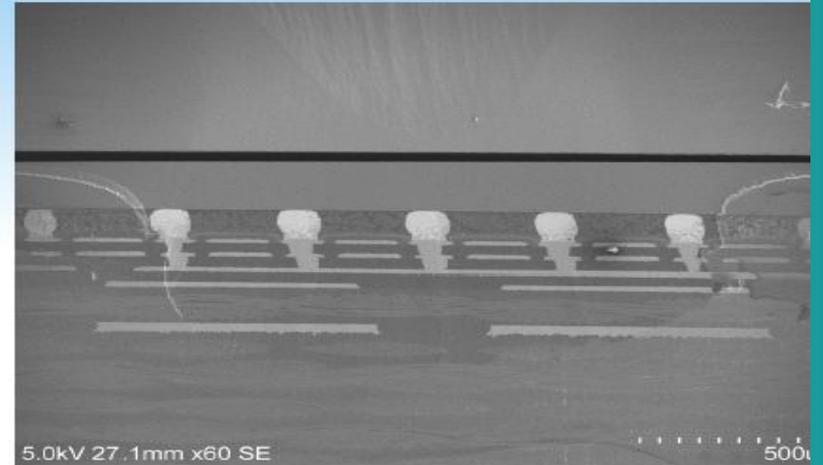
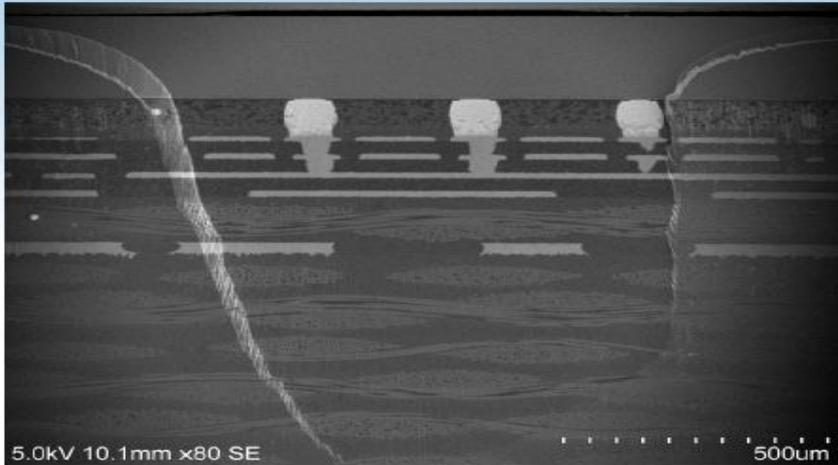
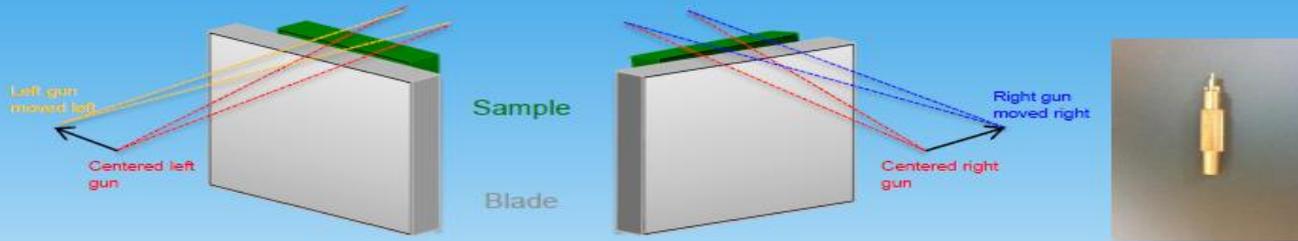
**1<sup>st</sup> Polish, gun at 0°**



**Re-Insert Sample, Re-Polish at 2 Degrees Tilt of Gun**

# 新仪器技术及应用

Ability to align Guns to cover a larger surface area



**1<sup>st</sup> Polish, gun centered**

**Re-Insert Sample, Re-Polish with guns moved away from the center**



analytical TEM digital imaging specimen preparation TEM speci

analytical TEM digital imaging specimen preparation TEM speci

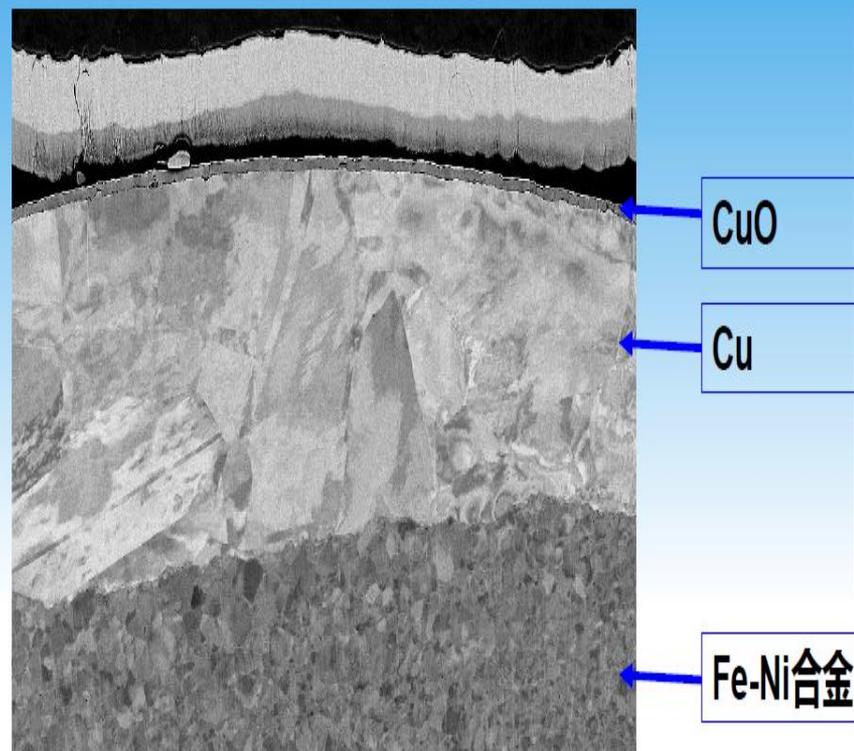


# 新仪器技术及应用

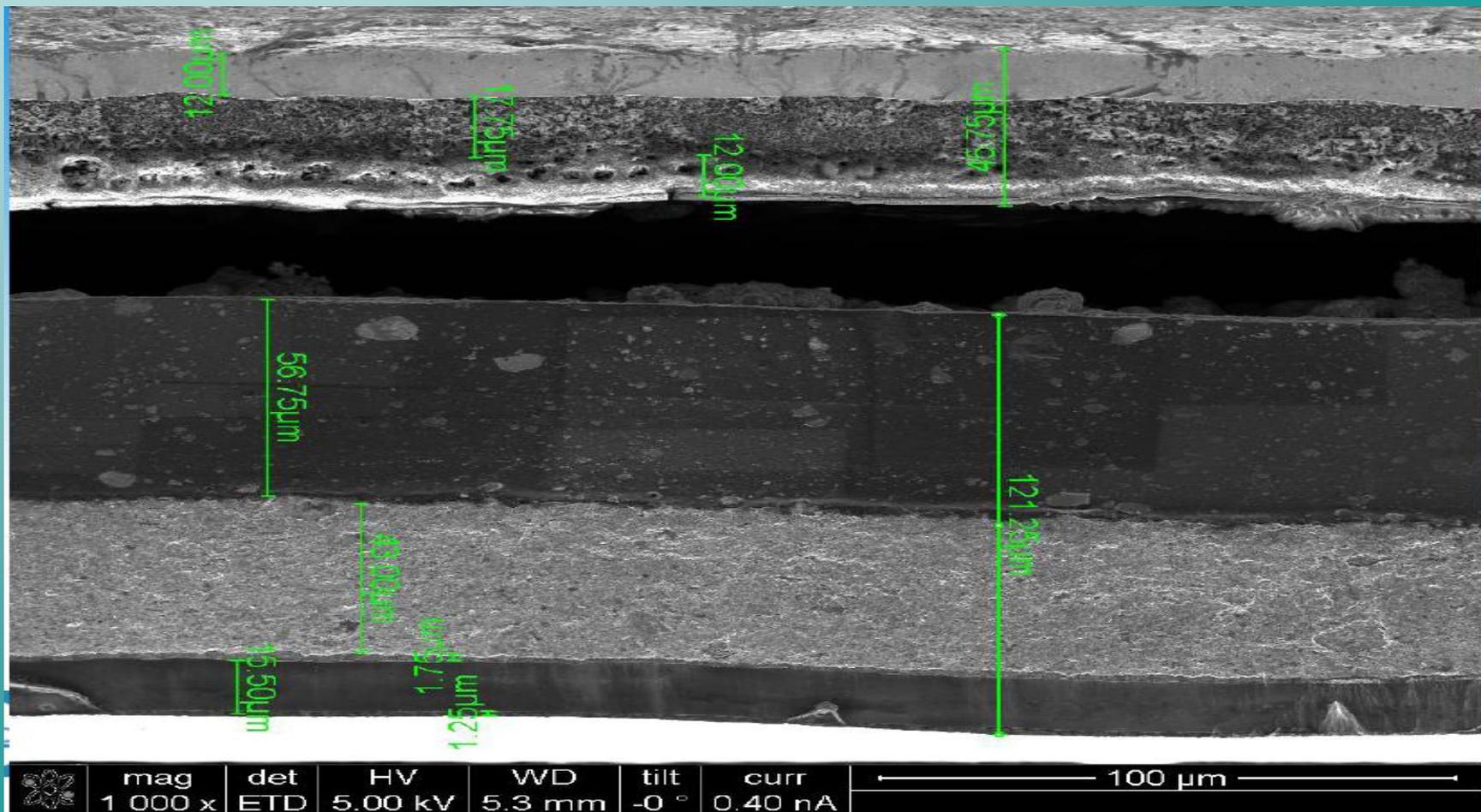
Fe-Ni-Cu-CuO 细线



Fe-Ni-Cu-CuO 细线

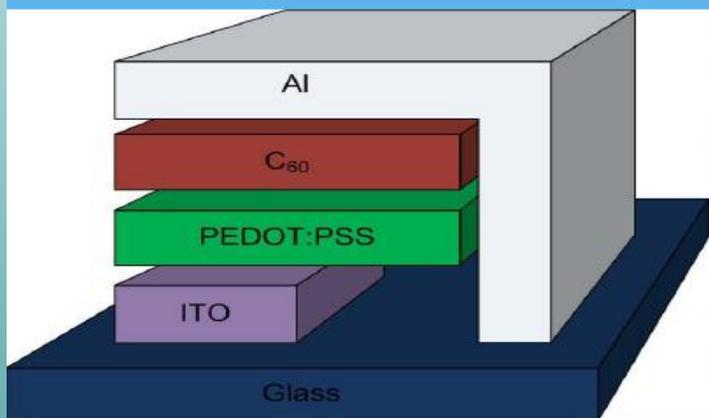


# 新仪器技术及应用

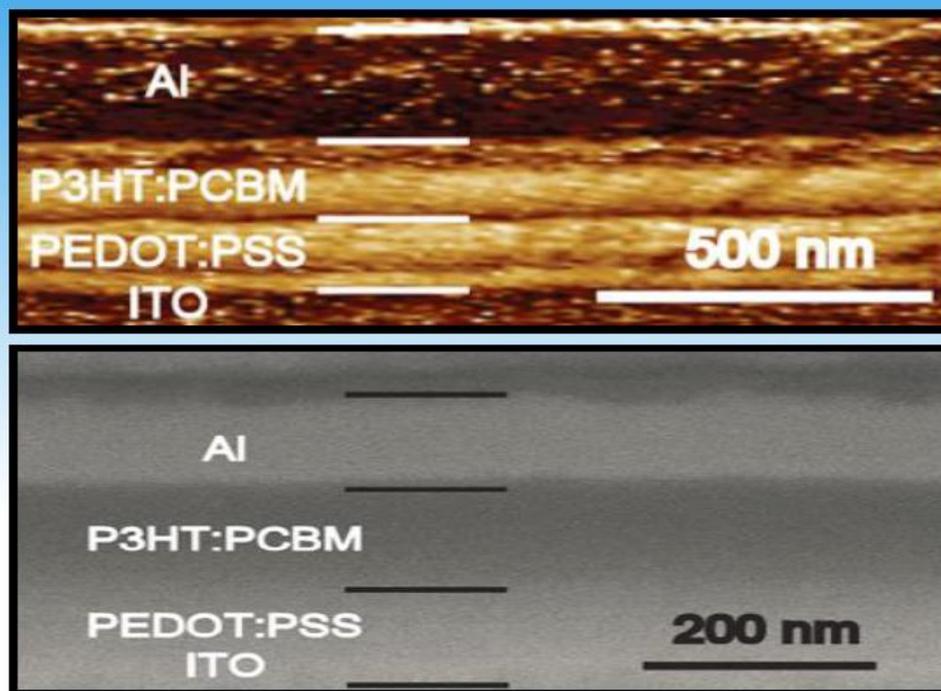


# 未解之谜

For AFM



光电探测器

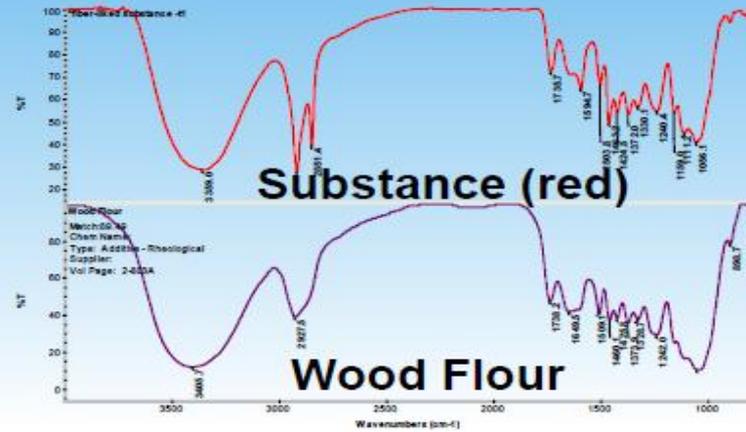


# 未解之谜

For FT-IR



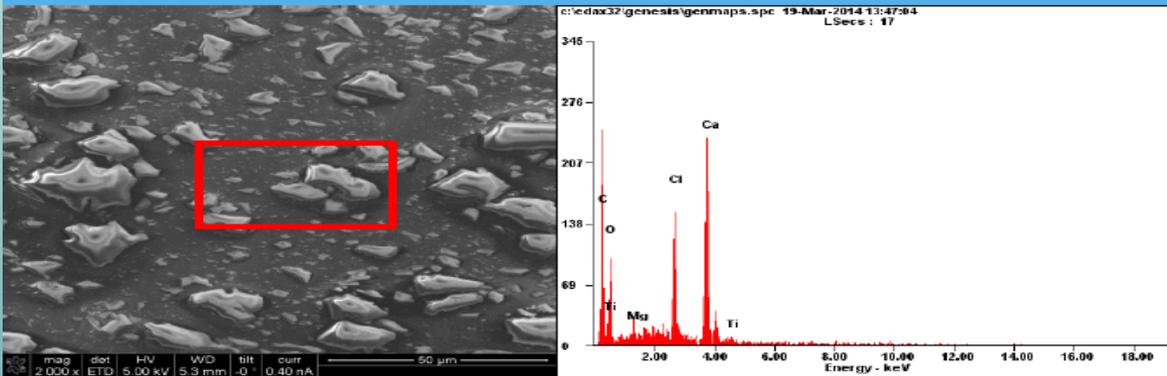
SEM images



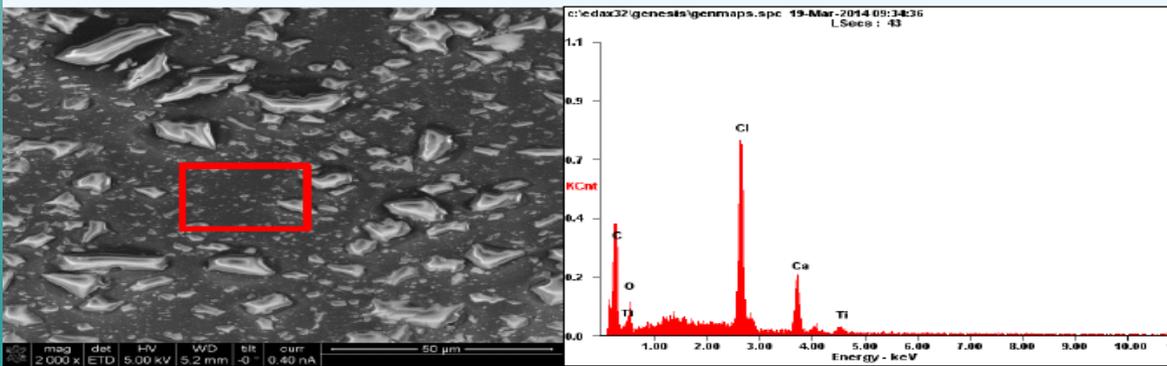
FTIR results

# 未解之谜

For XPS



No abnormal elements!



software x-ray microscopy





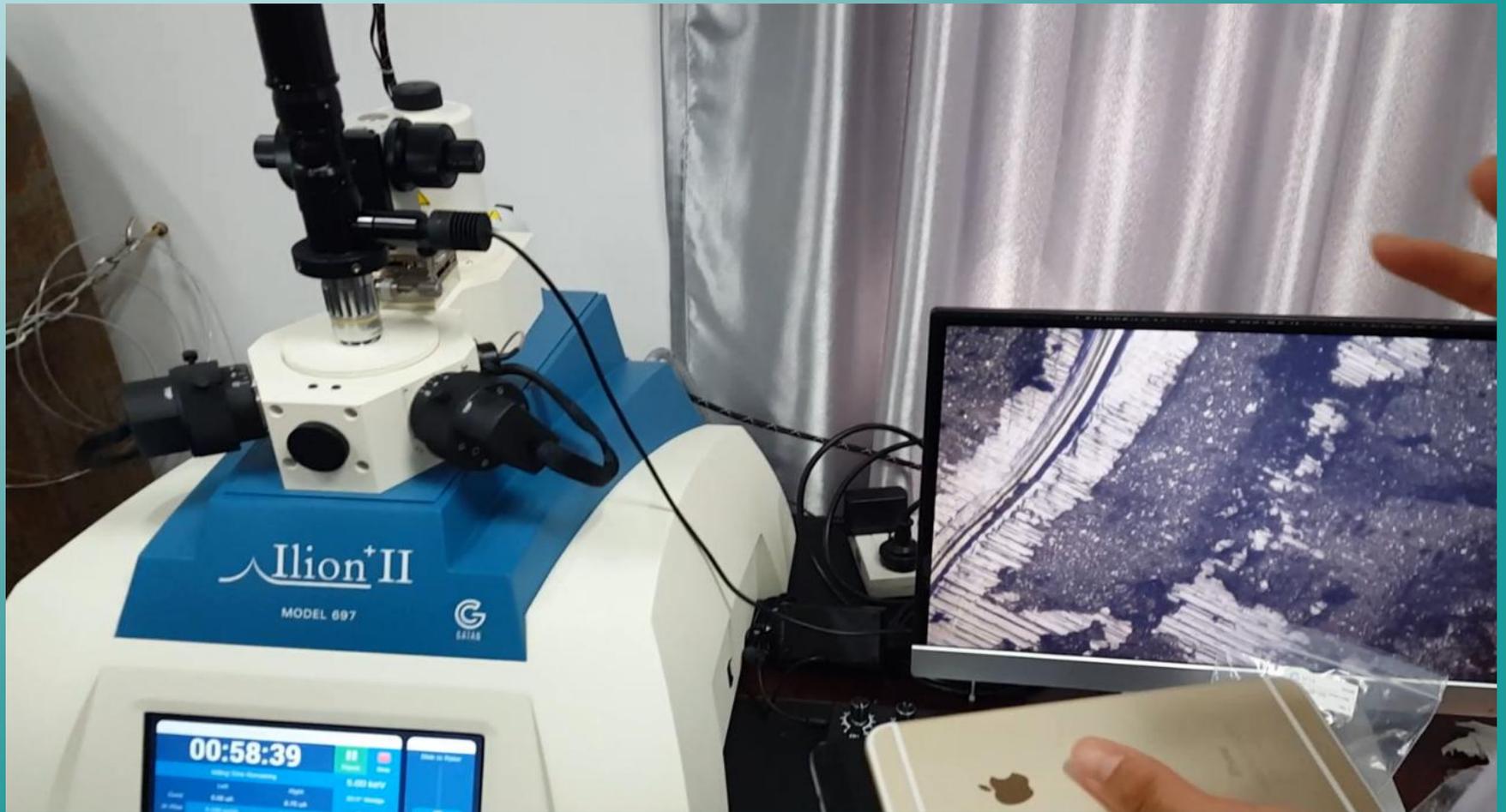
# 现场培训



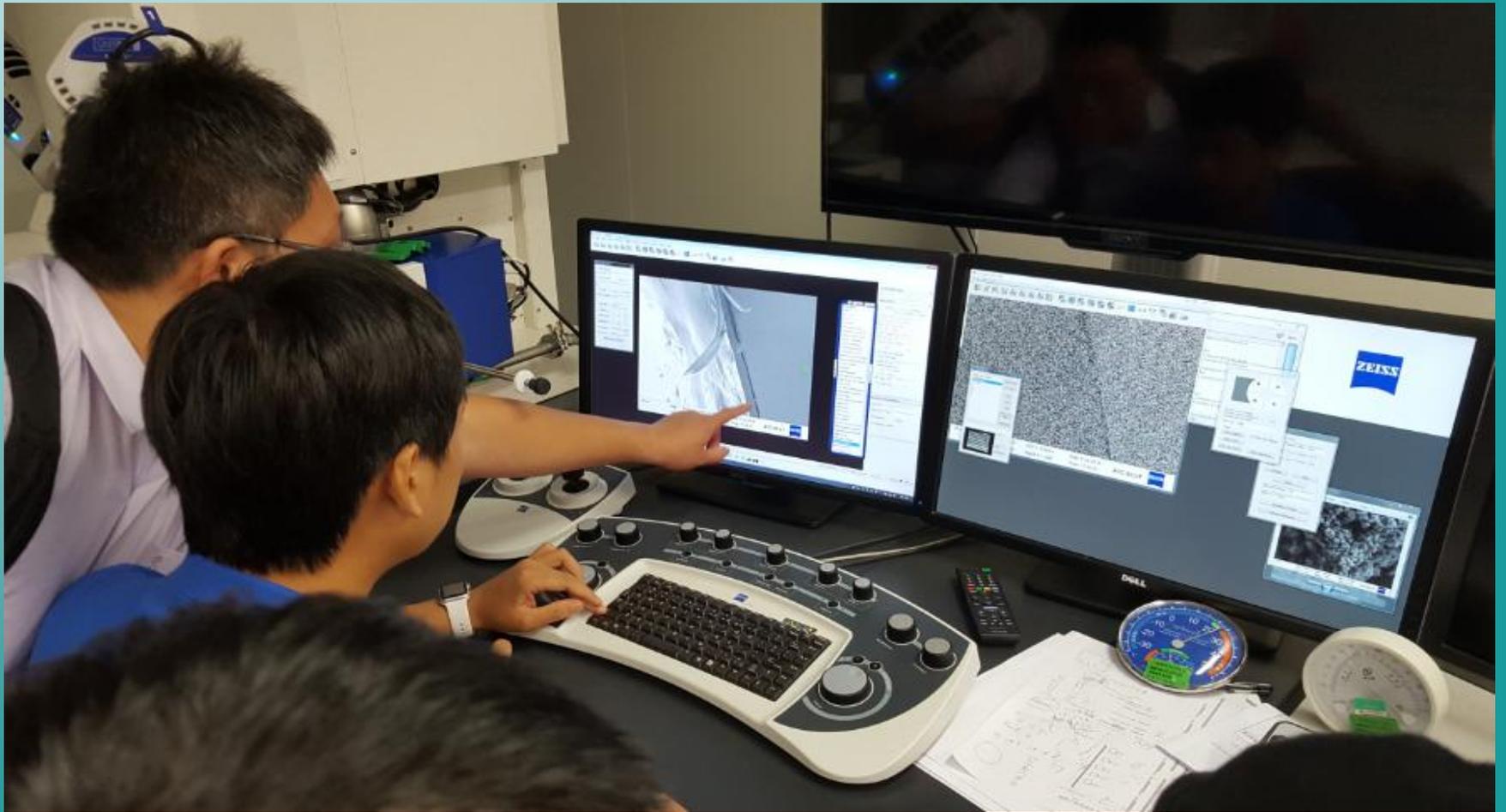
# 现场培训



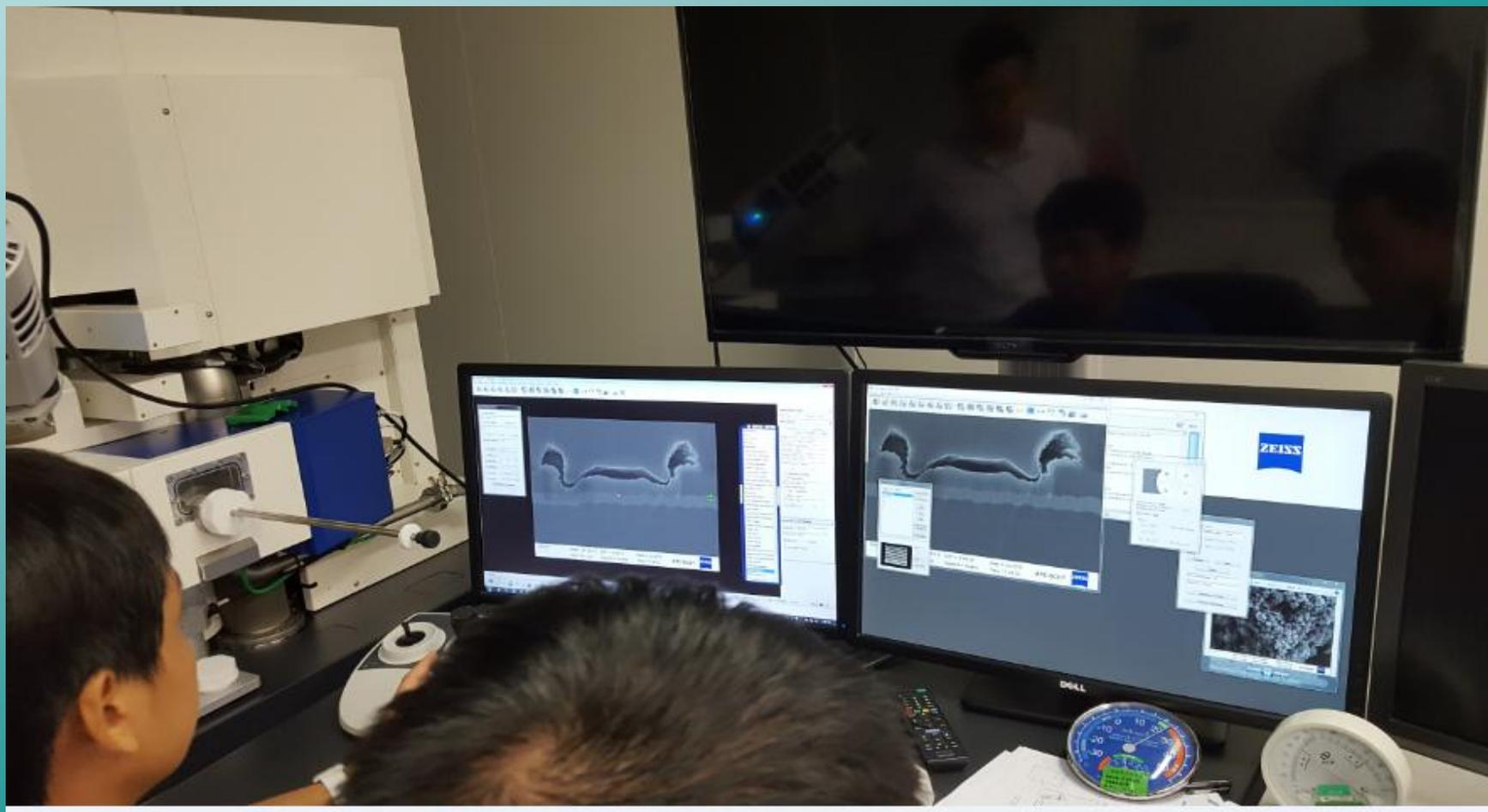
# 现场培训



# 培训现场



# 培训现场



# 实验室参观（制样设备）



# 实验室参观（制样设备）



# 实验室参观（制样设备）



# 实验室参观（制样设备）



# 实验室参观（制样设备）



谢谢观赏