文件编号：Q/WU FLHA

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

离子研磨仪 IM4000 PLUS
标准操作规程

2021 年　月　日发布　　年　月　日实施

物质科学公共实验平台 发布

修订页

修订日期	版本号	修订说明	修订	审核	批准
2021.4.1	V1.0	发布试行	杨祯		

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. 实验室仪器设备管理规范 2
   5.1. CP 使用制度 2
   5.2. 预约制度及培训考核制度 2
6. 实验内容 2
   6.1. 基本原理和系统组成 2
   6.2. 开机 4
   6.3. 平面抛光 4
   6.4. 截面抛光 7
   6.5. 关机 11
7. 相关/支撑性文件 12

1. 目的

建立离子研磨仪 IM4000 PLUS（以下简称“CP”）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 CP 的用户。

3. 职责

3.1. 用户：严格按本规程操作，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。

4. 实验室安全管理规范

4.1. 严格遵守性能测试实验室的各项安全规章制度及警示标识。

4.2. 实验室通道及消防紧急通道必须保持畅通，所有实验人员应了解消防器具与紧急逃生通道位置。

4.3. 严禁戴手套接触门把手。禁止随意丢弃实验废弃物。禁止将锐器、玻璃等丢弃在常规垃圾箱中。

4.4. 实验室应保持整洁，禁止携带食物饮品等与实验不相关物品进入实验室。严禁在实验室饮食与抽烟。严禁动物进入实验室。

4.5. 实验室内存放的药品、试剂、废液应标签、标识完整清晰。

4.6. 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；经过培训的用户，需使用预约系统，使用本人的账号进行登录使用。

4.7. 非常规实验测试须经设备管理员同意并指导方可进行。个人 U 盘、移动硬盘等易带入病毒的存储设备不得与仪器电脑连接。

4.8. 实验过程中如发现仪器设备及基础设施发生异常状况，需及时向该实验室技术员反馈。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。

4.9. 为保持实验室内环境温度及湿度，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。

4.10. 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员。

4.11. 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；造成仪器损坏，则有相关课题组承担责任。

内部文件，请勿随意转发、打印、复印

5. 实验室仪器设备管理规范

5.1. CP 使用制度

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。

CP 样品测试方案分为四类：

（1） 培训测试：用户提出培训申请，技术员安排培训。培训内容包括：仪器的原理、构造及各部分的功能；样品制样、仪器的标准操作流程、数据处理及测试注意事项等。用户在技术员指导下操作仪器并做数据处理；

（2）自主测试：用户在培训考核合格后在预约时间段内，独立完成样品的制备、测试、数据分析及数据上传等；

（3）送样测试：用户提供样品的准确信息及测试要求；技术员操作仪器进行测试并上传数据；

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”（以下简称大仪共享）进行预约，并按照要求登记预约信息。

5.2. 预约制度及培训考核制度

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，性能测试实验室制定了 CP 7*24 小时预约制度。

校内教师、学生均请按照平台培训流程提出培训申请，由技术员安排时间进行培训。培训考核合格后，给予培训者授权在相应级别所允许的可操作实验范围内独立使用仪器。如果在各级别因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。

（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；

（3） 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；

6. 实验内容

6.1. 基本原理和系统组成

日立IM4000 Plus离子研磨仪利用氩离子对样品即可以进行平面研磨（Flat Milling），也可以进行截面研磨（Cross Section Milling），是对样品进行无应力加工的理想工具，不会产生传统的切割或机械抛光带来的变形错位、机械应力或划痕污染等对样品的形貌

观察和结构分析带来的不利影响，为 SEM 观察样品的内部多层结构、结晶状态、异物解析、层厚测量等提供有效的前处理方法。同时通过制冷功能可以对受热易损伤的样品进行加工。

该仪器主要特点：1. 加工效率更高，截面约 500μm/h；2. 程序控制间歇式加工；3. 通过制冷功能可以对受热易损伤的样品进行加工。其中截面加工的示意图如下：样品和离子枪之间放置了遮挡板（Mask），样品的上端略突出遮挡板，离子束从遮挡板上方照射到样品上、沿着遮挡板的边缘，加工出平坦的截面。

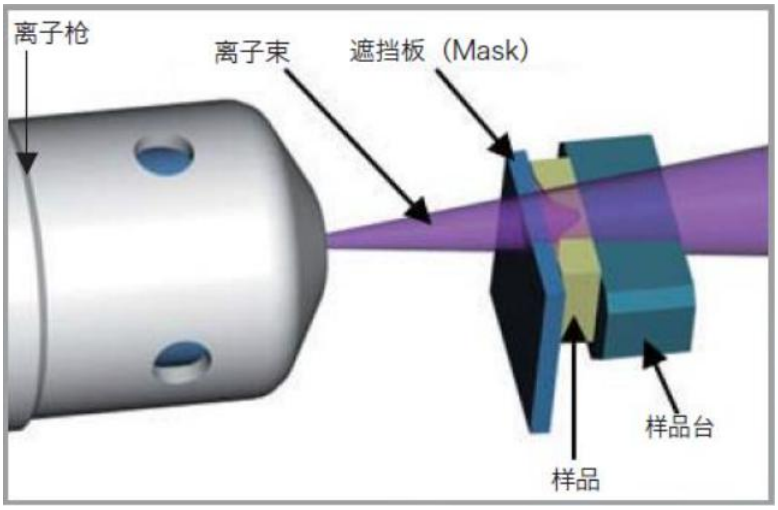


图 6-1

仪器组成

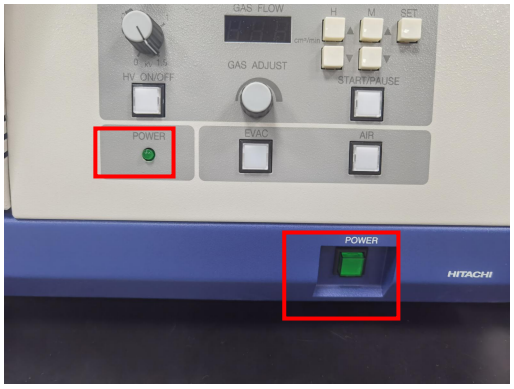
注意：在平面及截面加工样品安装已经操作过程中，请轻拿轻放样品台，严格按照 SOP 操作，严禁样品台磕碰，以及私自调节非调节位置。

6.2. 开机

1. 测试之前打开高纯氩气瓶，检查气压并维持在 0.03-0.05MPa；

2. 刷卡器刷卡上机后，打开主机后电源开关（如下图中红框所示位置），向上为 Power on；

3. 点击主机操作面板 POWER 健（如下图中红框所示位置），POWER 指示灯亮。



4. 仪器开机后处于 EVAC 状态，样品准备好后长按 AIR（2-3s 后该指示灯闪烁），腔室充气，充气完成后 AIR 灯常亮，之后打开仓门放样。

6.3. 平面抛光

平面可以加工的最大样品尺寸为φ50mm*25mm，操作按照安装样品、加工操作、取出样品顺序进行，具体要求如下：

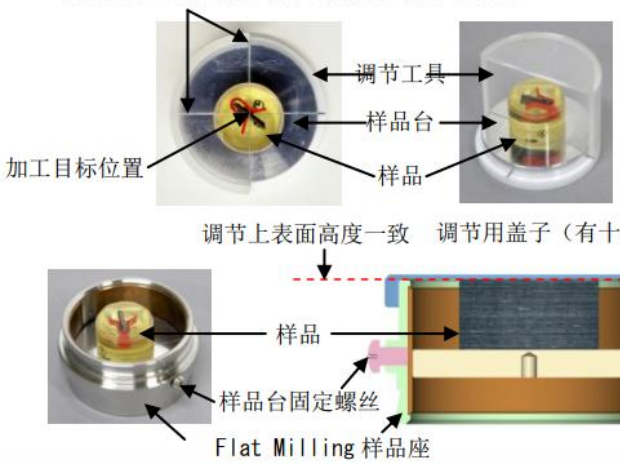
1. 样品安装

样品的准备

①将样品安装到 Flat Milling 的样品座上。⇒样品的制备请参考 Flat Milling 的前处理篇

请准备以下 7 样东西。

- 样品
- Flat Milling 的样品座
- 调节用盖子（有十字标记）
- 十字螺丝刀
- 样品台
- 样品加工位置调节工具
- 固定样品用的导电胶带等



(1) 用位置调节工具，参照左图所示固定样品。

(2) 轻轻放松样品台固定螺丝，将(1)中的样品台放入，调节使得样品的上表面和 Flat Milling 样品座的高度一致。。
⇒使用可有十字标记的调节盖子来调。

(3) 轻轻拧紧样品台固定螺丝，将(1)固定住。

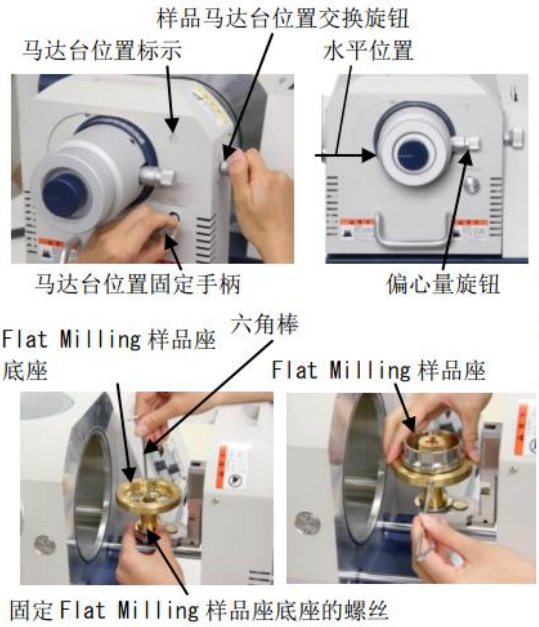
内部文件，请勿随意转发、打印、复印

将 Flat Milling 样品座放入样品仓内

按照以下步骤，将 Flat Milling 的样品座固定在样品仓底座上。

请准备以下 3 样东西。

・Flat Milling 样品座(上面已准备好的)　　・Flat Milling 样品座底座　　・六角棒



(1) 向外拉着马达台位置固定旋钮的状态下，旋转马达台位置交换旋钮。
⇒直到样品台位置标示显示『F』为止。

(2) 确认样品台的位置为水平位置（如左图所示），且偏心量为零（偏心量的旋钮刻度指向 0 mm）。

(3) 将 Flat Milling 样品座的底座装到马达台上。

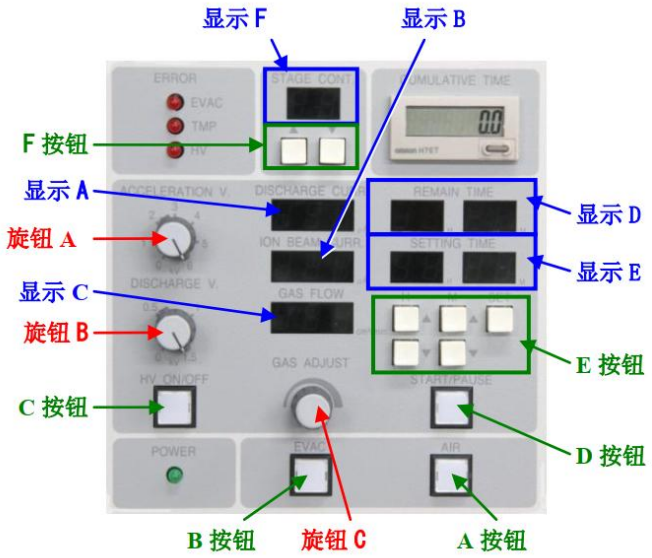
(4) 用六角棒将 Flat Milling 样品座底座中心的螺丝拧紧。

(5) 用手拧紧 Flat Milling 样品座底座侧面的固定螺丝

(6) 将 Flat Milling 样品座向下水平插入 Flat Milling 样品座底座中，再用六角棒将固定螺丝拧紧（2 个地方）。
⇒如果要用马达台摆动加工的时候，装 Flat Milling 样品座的时候需要考虑到离子束的照射方向（请参考 Flat Milling 前处理篇）。

2. 加工操作

主机操作面板如下图：



A 旋钮：ACCELERATION VOLTAGE
B 旋钮：DISCHARGE VOLTAGE
C 旋钮：GAS ADJUST
A 按钮：AIR
B 按钮：EVAC
C 按钮：HV ON／OFF
D 按钮：START／PAUSE
E 按钮：SETTING TIME
F 按钮：STAGE CONTROL
显示 A：DISCHARGE CURRENT
显示 B：ION BEAM CURRENT
显示 C：GAS FLOW
显示 D：REMAIN TIME
显示 E：SETTING TIME
显示 F：STAGE CONTROL

(1) 关闭样品仓，按下按钮 B 抽真空至指示灯常亮；

(2) 旋转旋钮 B， 设置放电电压为 1.5 kV；

(3) 旋转按钮 A， 设置加速电压为所需要的数值；

内部文件，请勿随意转发、打印、复印

(4) 按下按钮 C， 并调节旋钮 C，直到 Gas Flow 显示为 0.07～0.1 cm^3 / min（顺时针调节）。⇒等待面板 B 的数值稳定 5 min 左右；

(5) 设定离子束的照射角度（请参考 Flat Milling 推荐加工条件）；

(6) 设定偏心量（请参考 Flat Milling 推荐加工条件）；

(7) 按钮 E 设置加工时间，设置的加工时间会出现在显示 E 处，按下按钮 E 中的『SET』 按钮，设置的加工时间会出现在显示 D 中。在平面加工中显示 E 分别显示时间为分钟和秒；

(8) 按钮 F 设置所希望的马达台参数（显示 F），（请参考 Flat Milling 推荐加工条件）

(9) 按下按钮 D，开始加工样品。（为了防止观察窗口的玻璃被污染，请把挡板关上）；

(10) 加工完毕后，显示 A、 B、 C 熄灭、 显示 D 上闪烁显示“00H00M”。接下来，取出样品。

3. Flat Milling 推荐加工条件

条件①（旋转加工、参考图 1）

- 离子束照射角度　：30°
- 偏心量*1　：2 mm
- Stage Control　：F2
- 加速电压　：4 kV*2
- Ar Gas Flow　：0.07～0.1 cm^3／min
- 加工时间　：3 min～

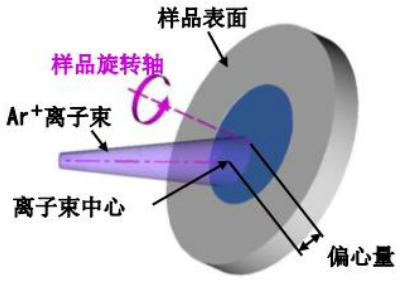
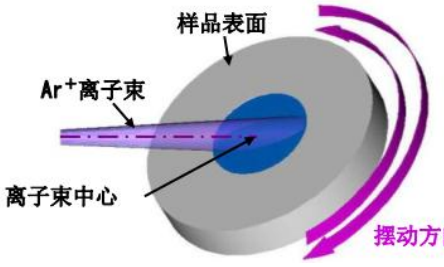


图 1　旋转加工

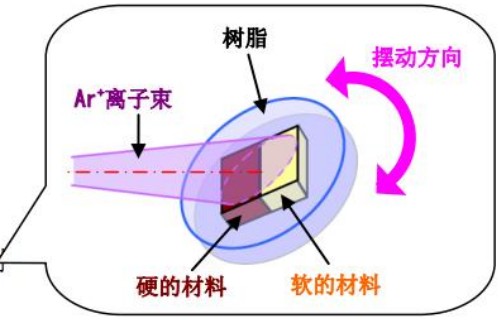
条件②（旋转加工、参考图 1）

- 离子束照射角度　：80°
- 偏心量*1　：0 mm
- Stage Control　：F2
- 加速电压　：4 kV*2
- Ar Gas Flow　：0.07～0.1 cm^3／min



条件③（摆动加工、参考图 2）

- 离子束照射角度　：80° 以上
- 偏心量*1　：0 mm
- Stage Control　：F3（±60°）または F5（±90°）
- 加速电压　：4 kV*2
- Ar Gas Flow　：0.07～0.1 cm^3／min
- 离子束照射方向　：使得离子束从硬的材料向软的材料方向照射
- 加工时间　：3 min～



备注：对于软的材料，请选择低的加速电压（2～3 kV）。对于硬的材料，请选择高的加速电压（5～6 kV）。

内部文件，请勿随意转发、打印、复印

根据需求进行条件选择，一般希望去除研磨的划痕或残渣，希望看清层结构或组织结构选择条件①；希望最表面加工的更加平滑，能够观察结晶对比度或做 EBSD 分析，选择条件②或者条件③；希望多层结构样品的截面能比表平滑，少落差，能够观察结晶对比度或做 EBSD 分析，选择条件③。

Flating Milling 马达台参数如下表：

MODE	速度	选装角度/摆动角度
F0	OFF	
F1	1 r/min	360°
F2	25 r/min	
F3	1.5 周期/min	±60°
F4	15 周期/min	
F5	1 周期/min	±90°
F69	10 周期/min	

4. 取出样品

(1) 恢复离子束照射角度为 0°；

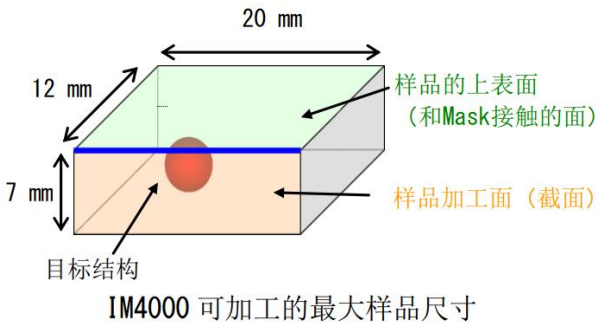
(2) 长按按钮 A（1 秒以上），向样品仓内放气，打开样品仓；

(3) 用六角棒轻轻松开螺丝，取出 Flat Milling 样品座；

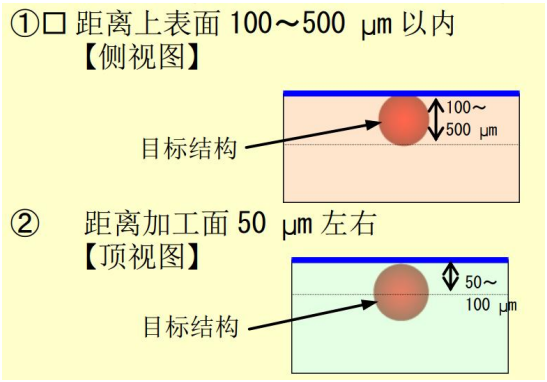
(4) 用十字螺丝刀轻轻松开样品座上的固定螺丝，取出装有样品的样品台⇒取下样品台，可以直接到日立 SEM 上观察。操作结束，之后请按照 **6.5** 进行关机操作。

6.4. 截面抛光

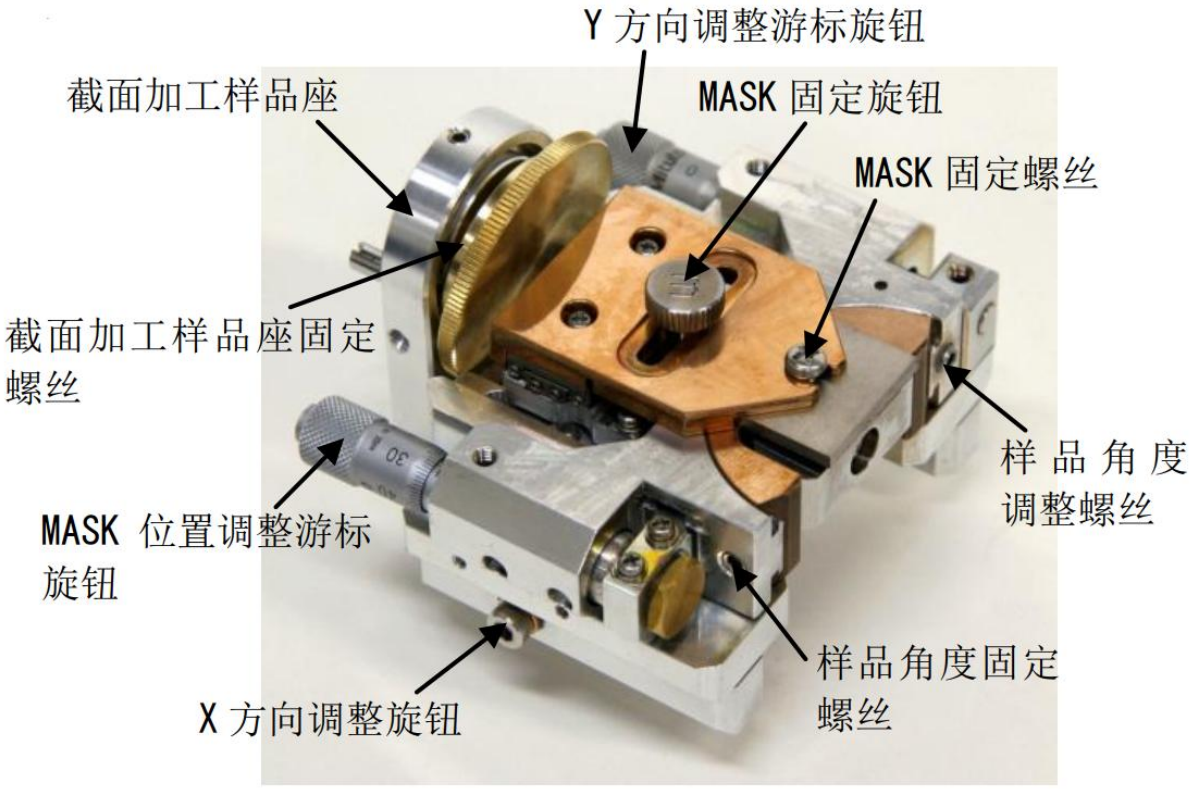
截面抛光对于样品要求如下：1. 调整使目标结构位置处于整个样品的顶端；2. 下图显示了可以加工的最大样品尺寸；3. 要求样品的上表面是光滑的；4. 样品加工面是垂直于上表面，由离子束加工出来的截面；5. 使得目标结构靠近上前端，距离上表面 100～500 μm 以内，距离加工面 50 μm 左右，尤其是经过树脂包埋后目标区域要靠近截面上顶端，如下图所示。



IM4000 可加工的最大样品尺寸



截面样品台如下图，请注意下图所示中“螺丝”“旋钮”“游标旋钮”之外的部位请不要拆卸。**样品台结构精细，使用过程中要轻拿轻放，勿超过使用量程，严禁磕碰!!!**



1. 样品安装

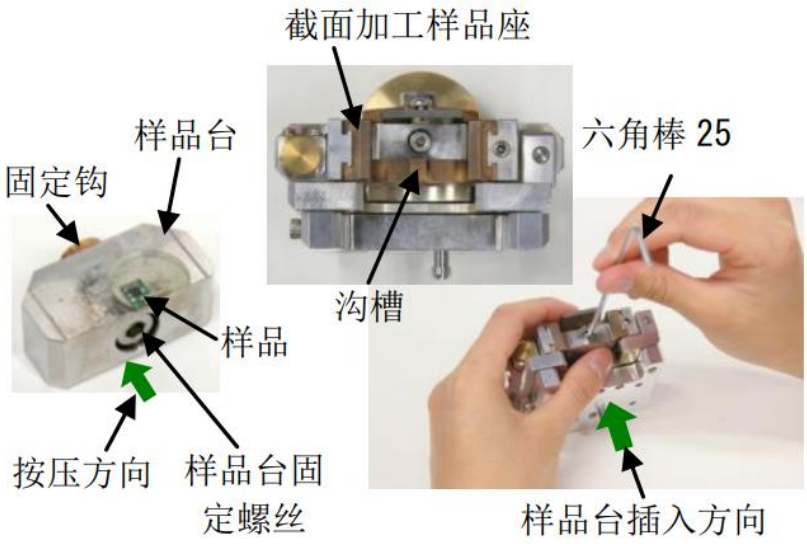
首先使用粘结剂（导电胶、热蜡等）将样品紧密贴紧于样品台上，不留缝隙。然后依照如下步骤将样品台安装在截面底座上，并于光镜下调整 Mask 及目标位置。

(1) 拧紧 MASK 固定旋钮。

(2) 用六角棒按压样品台固定螺丝，使固定钩从样品台另一端伸出，并放入截面样品座的沟槽中，最后将其滑入到 MASK 旁，将固定螺丝拧紧。

(3) 使用光学显微镜对样品与 MASK 的结合密实度进行确认

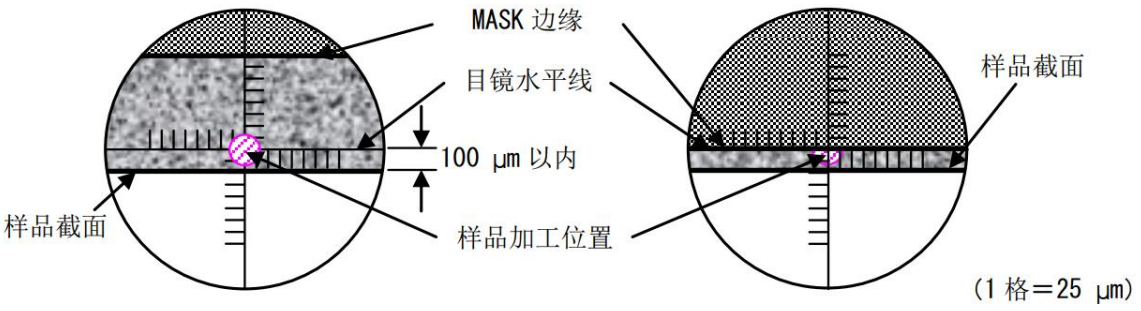
内部文件，请勿随意转发、打印、复印



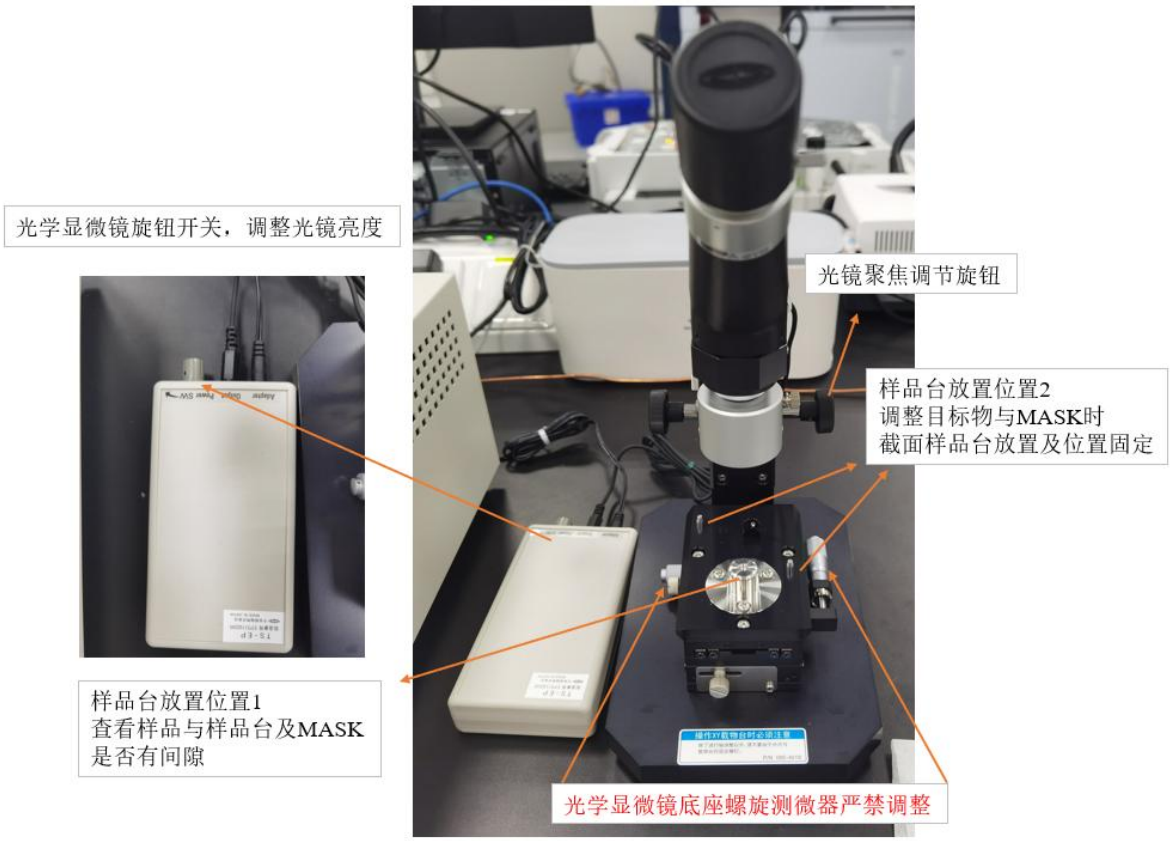
(4) 把截面加工样品座固定在光学显微镜底座上，旋动光学显微镜的高度调整旋钮，使聚焦在样品上。用截面加工样品座上的 X 方向游标旋钮、 Y 方向游标旋钮将加工位置调到光学显微镜的中心十字处；

(5) 旋动 MASK 位置调整游标旋钮，使 MASK 边缘与目镜中水平线重合⇒MASK 边缘与目镜中水平线不平行的时候，松开目镜固定螺丝，将水平线与 MASK 边缘调至平行后再次将目镜固定螺丝拧紧⇒MASK 边缘与样品边缘不平行的时候，用六角棒将样品角度固定螺栓松开，对样品角度调整后，再次将其拧紧；

(6) 松开 MASK 固定旋钮，使其能自由滑动，将样品加工位置调整至未使用过的 MASK 边缘，并将 MASK 固定旋钮拧紧。



光学显微镜使用过程中严禁调整光学显微镜底座中的螺旋测微器，光镜结构及使用要求请见下图：



2. 加工操作

(1) 按 AIR 按钮持续 1 秒进行放气后，拉起马达台位置固定手柄的同时，将马达台位置切换旋钮向左旋转到头⇒马达台前的马达台位置指示处变为 C (表示截面抛光模式)⇒确认马达台未处于偏心状态（偏心量旋钮为 0 mm）；

(2) 把截面加工样品座设置在马达台上，并手动旋紧固定；

(3) 关闭样品仓，按 EVAC 按钮；

(4) 旋动 B 旋钮，把电压设为 1.5 kV；

(5) 旋动 A 旋钮，设置加工电压；（参考 6.3.3 加工条件）

(6) 把 C 按钮调至 ON，通过调整 C 旋钮（顺时针） 使显示 B 上的值变为最大，氩气流量即 C 的值为 0.07～0.1 cm^3/min，大概等待 5 min 显示 B 的值稳定；

(7) 通过调整按钮 E 设置加工预设时间，并表示在显示 E 上。按下按钮 SET，预设加工时间成为加工时间并显示在显示 D 上。在截面加工中显示 E 分别显示时间为小时和分钟；

(8) 按下 F 按钮，选择截面加工模式。（推荐条件请参考 6.3.3 加工条件）

(9) 按下 START/PAUSE 按钮，加工开始（加工中可以将防止观察窗污染的遮挡板手柄调至 CLOSE）。

内部文件，请勿随意转发、打印、复印

(10) 加工结束后， 显示 A、 B、 C 熄灭， 显示 D 显示“00H00M”并闪烁，代表加工完成。

3. 截面加工参数

条件 2 适用于电子束易损伤样品。

	条件 1	条件 2
加速电压	6	3
放电电压	1.5	
Stage Control	C3	C4
Gas Flow (cm^3/min)	0.07-0.1	
加工时间 (h)	自定义	

截面加工模式

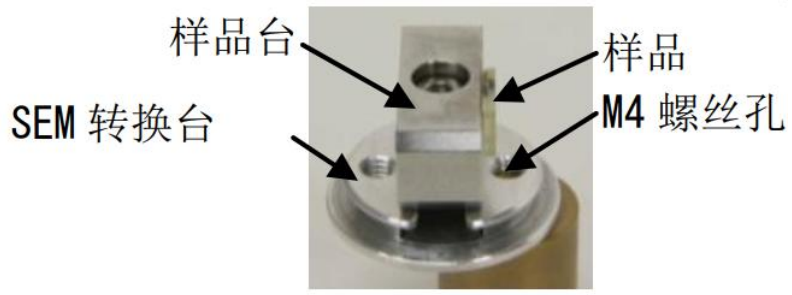
MODE	速度	摆动角度
C0	OFF	
C1	6 周期/min	±15°
C2	60 周期/min	
C3	3 周期/min	±30°
C4	30 周期/min	
C5	2.3 周期/min	±40°
C9	23 周期/min	

4. 取出样品

(1) 按下 AIR 按钮 1 秒，样品仓放气后，取出截面加工样品座。

(2) 使用六角棒把样品从样品座上取下。

(3) 取下的样品台，将其设置在日立 SEM 转换台上，可直接放到电镜中观察（参照下图）。至此，操作结束。



6.5. 关机

(1) 点击按钮 B（EVAC）样品仓抽真空，直至指示灯常亮；

(2) 点击 POWER，以及主机后空开，关闭主机。之后刷卡下机。

7. 相关/支撑性文件

7.1. Q/WU FLHR001 文件编写规范；

7.2. IM4000 平面前处理、IM4000 平面操作文件、IM4000 简易使用手册（断面研磨操作篇）、IM4000 简易操作手册（截面研磨前处理篇）。

内部文件，请勿随意转发、打印、复印

内部文件，请勿随意转发、打印、复印