



技术之案例分享

Nano-SIMS 块状样品前处理流程

Nano-SIMS，即纳米离子探针技术，是具备较高的质量分辨、灵敏度和分析精度的微区分析技术，能够在纳米级尺度上提供元素和同位素的定量信息。这项技术被广泛应用于地球科学、材料科学、生物科学和环境科学等多个领域。

为了获得准确、可靠的高质量分析数据，纳米离子探针对样品有严格要求：

- 1) 样品应尽可能平整，块状样品应进行精细抛光；
- 2) 样品的尺寸需符合 Nano-SIMS 分析舱的要求，通常可使用的样品座可容纳不同尺寸的样品，如 10mm（推荐）、12.7mm、25.4mm 等，厚度应控制在 4mm 以内；
- 3) 样品应具有良好的导电性，对于导电性不强的样品，应镀上一层薄薄的导电层（如 Au、C、Pd 等）以去除多余的电荷；
- 4) 样品不应含有任何挥发性物质，以确保在高真空条件下进行分析。

本文就直径约 10mm 以内不规则的岩石样品，提供了 Nano-SIMS 前处理的流程，以供参考。



图 1.岩石样品原始形貌

1、镶嵌

为使岩石样品得到充分的保护，并且达到 Nano-SIMS 分析舱要求的尺寸，可采用冷镶的方式，将岩石样品整体镶成 25.4mm 直径大小，为提高效率，将 3 个样品镶在一起，建议镶嵌的最终厚度不超过 10mm，如下图所示。



图 2.镶嵌后的样品示意图

2、磨抛

将岩石样品被侧面进行精细抛光，研磨与抛光采用的是标乐的手自一体磨抛机EcoMet30，参数如下表所示。

表1.机械磨抛参数

步骤	制备表面	研磨剂/粒度	底盘 转速（rpm）	动力头 转速（rpm）	相对 转向	载荷 （N）	时间（min）
1	SiC耐水砂纸	P600	200	/	/	/	磨平
2	SiC耐水砂纸	P1200	200	/	/	/	1
3	VerduTex抛光布	9μm金刚石 悬浮液	150	60	同向	15	2
4	VerduTex抛光布	3μm金刚石 悬浮液	150	60	同向	15	2
5	ChemoMet抛光布	0.05μm Al ₂ O ₃ 悬浮液	150	60	异向	15	2

岩石样品较脆，第2步开始，每一步仅需去除上一步的破碎即可，时间不宜设定得过长，尤其是抛光步骤，避免因使用了弹性的抛光布而导致过大的浮凸。

磨抛后平整的局部图示如下：



图 3.研磨抛光后的样品局部示意图

3、氦离子束抛光

多孔的岩石样品经过机械研磨、抛光后有磨料残留，会干扰后续Nano-SIMS进行化学成分分析。因此需要先使用超声清洗仪进行清洗，去除大部分的残留，再使用离子研磨仪进行氦离子束抛光，将表层的残留彻底清除，抛光参数如下：

表2.氦离子束抛光参数

水平移动mm	倾斜角度	旋转角度	加速电压kV	抛光时间min
11.5	3°	360°	5	10
			4.5	15
			3.5	10

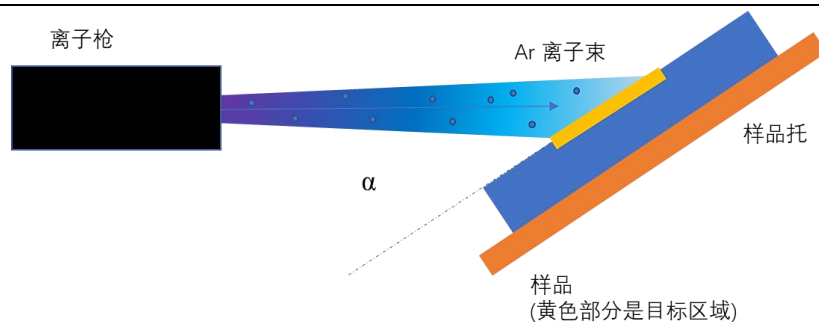


图4.氩离子束抛光示意图

该氩离子束为散焦型，束斑大，结合样品能够旋转并左右摆动运动特性，可以使得样品直径25mm范围内的区域都能抛光清洁到。

4、研磨

Nano-SIMS 分析舱要求样品厚度小于 4mm，因此再次使用磨抛机研磨样品底部，将样品厚度减薄，减薄后如下图：



图5.减薄后的岩石样品

备注：

- 1) 样品本身不含有任何挥发性物质，经过以上处理后的样品，喷镀一层导电膜后，即可进行 Nano-SIMS 分析。
- 2) 以上研磨与抛光参数、氩离子束抛光参数仅供参考，可根据具体材料情况进行调整。

5、所用仪器：

标乐手自一体研磨机 EcoMet30：



广州领拓实验室



徕卡三离子束切割抛光仪：

