



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 110057851 B

(45)授权公告日 2020.05.19

(21)申请号 201910412355.4

审查员 沈晓霞

(22)申请日 2019.05.17

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 110057851 A

(43)申请公布日 2019.07.26

(73)专利权人 中国科学院地球化学研究所

地址 550081 贵州省贵阳市观山湖区林城西路99号

(72)发明人 李瑞 李阳 金宏 李雄耀

王世杰

(74)专利代理机构 成都天既明专利代理事务所

(特殊普通合伙) 51259

代理人 李蜜

(51)Int.Cl.

G01N 23/2202(2018.01)

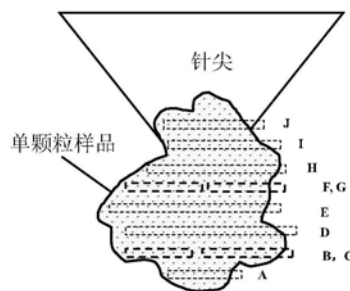
权利要求书1页 说明书8页 附图5页

(54)发明名称

一种原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法

(57)摘要

本发明属于行星科学和行星探测领域,提供了一种原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法,步骤如下:将单颗粒样品以部分悬空的方式粘接固定在针尖上,置于双束电镜的样品台上,安装好FIB载网,密闭样品腔并抽真空;在单颗粒样品表面沉积Pt层;从双束电镜的离子束的界面观察单颗粒样品,选取感兴趣区域,用FIB对单颗粒样品进行剥蚀切割加工,将感兴趣区域从单颗粒样品上切割下来得到切片,将切片与双束扫描电镜配置的纳米机械手粘接;将纳米机械手上的切片粘接在FIB载网上使切片与样品台垂直,切断切片与纳米机械手的连接,用FIB将切片减薄制成TEM薄片样品;重复切割与减薄的操作,将单颗粒样品制备成多个TEM薄片样品。



1. 一种原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法,其特征在于步骤如下:

(1) 将单颗粒样品以部分悬空的方式粘接固定在针尖上,所述针尖为原子力显微镜的配件,由底座和位于底座边缘的悬臂式针尖组成;

(2) 将固定了单颗粒样品的针尖置于双束电镜的样品腔中的样品台上,将聚焦离子束载网安装在与样品台垂直的卡槽内,密闭样品腔并对样品腔抽真空,之后利用双束电镜的扫描电子显微镜功能观察单颗粒样品的表面形态;

(3) 利用双束电镜的电子束在单颗粒样品的表面沉积一层Pt层;

(4) 将样品台转至与离子枪相互垂直的位置,从离子束的界面观察单颗粒样品,选取感兴趣区域,采用聚焦离子束对单颗粒样品进行剥蚀切割加工,将感兴趣区域从单颗粒样品上切割下来得到切片,剥蚀切割加工时,将位于感兴趣区域一侧的部分从单颗粒样品上切掉,将位于感兴趣区域另一侧的部分切割至与单颗粒样品的主体部分保留1~2微米厚的连接;将样品台转至与电子枪相互垂直的位置,将切片与双束扫描电镜配置的纳米机械手粘接,然后用聚焦离子束将切片与单颗粒样品主体部分的连接切断,使切片从单颗粒样品的主体部分脱落;

(5) 将纳米机械手上的切片粘接在聚焦离子束载网上使切片与样品台垂直,然后将切片与纳米机械手的连接切断,再利用双束电镜的聚焦离子束功能将聚焦离子束载网上的切片减薄制成厚度不超过100nm的TEM薄片样品;

(6) 重复步骤(4)~(5),将单颗粒样品制备成多个TEM薄片样品。

2. 根据权利要求1所述原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法,其特征在于,微米级单颗粒样品最宽处的尺寸范围在40~200微米之间。

3. 根据权利要求1或2所述原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法,其特征在于,采用聚焦离子束对单颗粒样品进行剥蚀切割加工时,剥蚀切割加工减掉挖空的部分的厚度为1~1.5微米,剥蚀切割加工减掉挖空的部分的深度与剥蚀切割加工所针对的单颗粒样品的断面的高度一致。

4. 根据权利要求1或2所述原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法,其特征在于,步骤(1)将单颗粒样品以部分悬空的方式粘接固定在针尖上的操作为:在针尖上添加紫外线固化胶,置于光学显微镜下,利用纳米机械手将微米级单颗粒样品的一部分置于针尖上的紫外线固化胶上、另一部分悬空,用紫外线照射使紫外线固化胶固化以完成单颗粒样品在针尖上的部分悬空粘接固定。

5. 根据权利要求1或2所述原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法,其特征在于,切片的最大宽度为8~15微米。

6. 根据权利要求5所述原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法,其特征在于,所述切片的厚度为1~1.5微米。

7. 根据权利要求1或2所述原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法,其特征在于,步骤(1)所述针尖由底座和位于底座边缘的三角形悬臂式针尖组成。

8. 根据权利要求1或2所述制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法,其特征在于,一个单颗粒样品至少可制备成N个TEM薄片样品,N为 $L \div 5$ 的整数部分,L为单颗粒样品的最大宽度,单位为微米。

一种原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法

技术领域

[0001] 本发明属于行星科学和行星探测领域,涉及利用双束电镜制备TEM薄片的方法,更具体地,涉及一种原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法。

背景技术

[0002] 近十几年来,聚焦离子束-电子束(FIB/SEM)电镜(双束电镜)的纳米加工技术,作为透射电子显微镜(TEM)制样的重要工具,已广泛应用于材料、生物、地球化学、行星科学以及地质学等众多领域。相对于其他工艺,例如超薄切片机、离子抛光机等,双束电镜最大的优势在于可以做到原位制备TEM薄片样品。该技术受到了越来越多的行星科学、行星探测和地质学领域研究人员的广泛关注。

[0003] 相对于单相金属或半导体材料而言,地质类的样品普遍不导电、化学成分和物相组成十分复杂且分布不均、样品不同部位的性质存在较大差异等。对于地外样品而言,除了常见的陨石块状样品外,还有类似粉尘的样品,例如月壤、月尘。随着探月工程的推进,嫦娥五号将会采集少量的月球样品返回地球,由于工程技术的困难和钻采深度的限制,采回的样品极有可能以月球表面的月壤(微米级)粉末为主。因样品的稀缺,如何获取全面的粉末样品的物性信息,选择分析及制样技术尤为关键。

[0004] TEM是获取样品内部微观晶体结构的有效分析技术。对于块状或微米级的粉末样品,进行TEM分析时,需提前将样品制备成厚度在100nm以下的薄片样品。常规的FIB在制备薄片样品时,在确定感兴趣区域后,需要在感兴趣区域的上下两部分挖坑进行前处理,之后再行“U”型槽加工,最后才切断提取出切片,每一步操作之前都需要通过调整样品台的角度来调整聚焦离子束或者电子束与样品的角度,不但操作复杂,而且需要耗费较大体积的样品资源。常规的FIB制备截面规格大小为10*10*2微米(长*宽*厚)的薄片样品,即制备一个TEM切片,大致需要破坏体积大小为15*15*30微米(长*宽*厚)左右的样品。对于颗粒形状不规则且直径约为几十微米的稀缺地外粉末样品,FIB技术虽然可以用于制备TEM薄片样品,但却会浪费较多的样品资源,另一方面,粉末样品属于不导电样品,因体积小,在离子束加工过程中,极易被离子束轰击后飞掉,导致加工失败,损失样品。因此常规的FIB技术并不适合用于稀缺地外粉末样品的制样。

[0005] 近年来发展的FIB与超薄切片机联用的单颗粒制样技术,将单颗粒利用FIB配合纳米机械手从粉末样品中提取出来,固定在梯形台上,然后用树脂包埋,再用超薄切片机进行自动切片加工。该技术虽然能解决单颗粒的TEM制样问题,但它并不能做到真正意义上的原位提取,利用该技术只能将树脂包埋后的单颗粒制成一系列TEM切片,是一种盲切技术,无法预先对感兴趣的区域定位再进行针对性的切片加工,在TEM分析时,需要对大量的切片进行逐一测试,才能从大量的切片中筛选出感兴趣区域的信息,耗时耗力,增加分析成本。另外,超薄切片机上的玻璃刀在制样过程中,由于受应力影响,要求样品颗粒大小不能超过30微米,最好是不超过15微米,否则会导致颗粒整体脱落。所以,对于规格范围在几十微米到200微米左右的颗粒,特别是稀缺地外粉末样品,其TEM薄片样品的原位制备技术在现阶段

仍然处于空缺状态。

发明内容

[0006] 针对现有常规FIB技术制备TEM薄片存在的浪费样品资源、难以适用于微米级粉末状样品的不足,以及采用现有FIB与超薄切片机联用的单颗粒制样技术无法做到原位提取以及无法对尺寸较大的微米级样品进行制样的不足,本发明提供了一种原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法,以实现尺寸在几十微米到200微米左右的单颗粒样品TEM薄片的原位制备,特别适用于对稀缺地外微米级粉末样品进行TEM薄片的制备。

[0007] 本发明提供的原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法,将光学显微镜、纳米机械手和双束电镜联用进行制备,步骤如下:

[0008] (1) 将单颗粒样品以部分悬空的方式粘接固定在针尖上,所述针尖为原子力显微镜的配件,由底座和位于底座边缘的悬臂式针尖组成;

[0009] (2) 将固定了单颗粒样品的针尖置于双束电镜的样品腔中的样品台上,将聚焦离子束载网安装在与样品台垂直的卡槽内,密闭样品腔并对样品腔抽真空,之后利用双束电镜的扫描电子显微镜功能观察单颗粒样品的表面形态;

[0010] (3) 利用双束电镜的电子束在单颗粒样品的表面沉积一层Pt层;

[0011] (4) 将样品台转至与离子枪相互垂直的位置,从离子束的界面观察单颗粒样品,选取感兴趣区域,采用聚焦离子束对单颗粒样品进行剥蚀切割加工,将感兴趣区域从单颗粒样品上切割下来得到切片,剥蚀切割加工时,将位于感兴趣区域一侧的部分从单颗粒样品上切掉,将位于感兴趣区域另一侧的部分切割至与单颗粒样品的主体部分保留1~2微米厚的连接;将样品台转至与电子枪相互垂直的位置,将切片与双束扫描电镜配置的纳米机械手粘接,然后用聚焦离子束将切片与单颗粒样品主体部分的连接切断,使切片从单颗粒样品的主体部分脱落;

[0012] (5) 将纳米机械手上的切片粘接在聚焦离子束载网上使切片与样品台垂直,然后将切片与纳米机械手的连接切断,再利用双束电镜的聚焦离子束功能将聚焦离子束载网上的切片减薄制成厚度不超过100nm的TEM薄片样品;

[0013] (6) 重复步骤(4)~(5),将单颗粒样品制备成多个TEM薄片样品。

[0014] 上述原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法中,所述微米级单颗粒样品为规则或不规则的颗粒,微米级单颗粒样品最宽处的尺寸范围在40~200微米之间。

[0015] 上述原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法中,步骤(1)将单颗粒样品以部分悬空的方式粘接固定在针尖上的操作为:在针尖上添加紫外线固化胶,置于光学显微镜下,利用纳米机械手将微米级单颗粒样品的一部分置于针尖上的紫外线固化胶上、另一部分悬空,用紫外线照射使紫外线固化胶固化以完成单颗粒样品在针尖上的部分悬空粘接固定。

[0016] 上述原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法中,采用聚焦离子束对单颗粒样品进行剥蚀切割加工,是将感兴趣区域与单颗粒样品主体部分的连接通过聚焦离子束剥蚀切割加工减掉挖空,以将感兴趣区域从单颗粒样品上切割下来得到切片,采用聚焦离子束对单颗粒样品进行剥蚀切割加工时,剥蚀切割加工减掉挖空的部分的厚度优选为1~1.5微米,剥蚀切割加工减掉挖空的部分的深度与剥蚀切割加工所针对的单颗粒样品的

断面的高度一致。具体进行剥蚀切割加工时,可以让聚焦离子束排布成线状,对感兴趣区域的两侧或者是两侧以及两端分别进行从上至下的剥蚀切割,直至穿透单颗粒样品底部;也可以让聚焦离子束排布成矩形,对感兴趣区域的周边同时进行从上至下的剥蚀切割,直至穿透单颗粒样品底部。

[0017] 上述原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法中,采用聚焦离子束对单颗粒样品进行剥蚀切割加工时,通常是先将位于感兴趣区域一侧且靠近单颗粒样品悬空的一端端部的部分从单颗粒样品上切掉,再将位于感兴趣区域另一侧且靠近与针尖粘接的部位的部分切割至与单颗粒样品的主体部分保留1~2微米厚的连接。按照本发明的剥蚀切割加工方式,步骤(4)在将样品台转至与离子枪相互垂直的位置感兴趣区域的两侧进行剥蚀切割加工后,将样品台转至与电子枪垂直的位置,用纳米机械手对切片进行提取操作即可。而常规FIB制样需要将样品台倾斜52度对感兴趣区域的上下两部分进行挖坑、然后将样品台倾斜7度进行“U”型槽加工、再将样品台转至0度进行切片提取的操作而言,操作明显更简单,而且不必对感兴趣区域的上下两部分进行挖坑操作,制备一个同样规格的TEM薄片,对样品的浪费明显更少。

[0018] 上述原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法,可将一个单颗粒样品制备成至少N个TEM薄片样品,N为 $L \div 5$ 的整数部分,L为单颗粒样品的最大宽度,单位为微米。相对于现有常规FIB制样技术而言,对于同一尺寸的单颗粒样品而言,本发明所述方法能够制备得到明显更多的TEM薄片样品,进而在TEM分析时获得更多的信息,这对于在有限样品的基础上充分了解稀缺地外样品的信息是具有重要意义的。

[0019] 上述原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法中,为了避免切片加工过程以及后续减薄操作时样品出现破损,切片的最大宽度为8~15微米。在实际切割加工时,可以先将感兴趣区域从单颗粒样品主体上切割下来得到一个较大的切片,再将该切片分割为宽度为8~15微米的多个切片;也可以分多次切割,从单颗粒样品主体的感兴趣区域的同一断面上直接切割出多个宽度为8~15微米的切片。通常,切片的厚度为1~1.5微米。

[0020] 上述原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法中,所述针尖由底座和位于底座边缘的悬臂式针尖组成,通常悬臂式针尖与底座之间具有一定角度,悬臂式针尖具有一定的弹性。例如,所述针尖由底座和位于底座边缘的三角形悬臂式针尖组成。具体采用的针尖的尺寸,特别是悬臂式针尖部分的尺寸,根据单颗粒样品的尺寸进行选择,将单颗粒样品尽量粘接在针尖部分的尖端,针尖部分的尺寸最好是小于单颗粒样品的尺寸。本发明的技术方案将单颗粒样品粘接在针尖上使其部分悬空,这样在利用聚焦离子束切割加工制备切片时,可以保证切片的截面深度与实际颗粒的高度一致,从而可得到样品更完整的结构信息,且悬空加工不会带来基底反溅射污染的问题。

[0021] 上述原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法的步骤(3)中,采用双束电镜的电子束在单颗粒样品的表面沉积Pt层时,优选的Pt层厚度为1~2微米。在单颗粒样品表面沉积Pt层,一方面可以保护单颗粒样品表面信息不被破坏,另一方面可以解决单颗粒样品不导电的问题。

[0022] 上述原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法的步骤(4)中,将切片与双束电镜配置的纳米机械手粘接时,最好是将切片的边缘某处与纳米机械手粘接。

[0023] 上述原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法中,双束电镜的样品台具

有旋转和倾斜功能,能实现样品角度的自动调整。

[0024] 与现有技术相比,本发明具有以下有益效果:

[0025] 1. 本发明提供了一种原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法,该方法将光学显微镜、纳米机械手和双束电镜联用制备TEM薄片样品,适用于对尺寸范围在40~200微米之间的规则或不规则单颗粒样品进行TEM薄片制样,可以最大化的保存微米级单颗粒样品的完整结构信息,可以原位连续切割,能克服传统FIB制样工艺存在的造成的相对大的面积损伤、浪费样品资源,难以适用于微米级粉末状样品的问题,特别是现有FIB制样技术无法适用于珍贵稀有的地外微米级粉末样品的问题,同时能克服现有FIB与超薄切片机组用的单颗粒制样技术无法做到原位提取以及无法对尺寸较大的微米级样品进行制样的问题,尤其适用于对稀缺地外微米级粉末样品进行TEM薄片的制备,可以有效的应用于行星科学和行星探测的基础研究领域。弥补了现有技术对于稀缺地外粉末样品TEM薄片样品的原位制备技术处于空缺状态的不足。

[0026] 2. 本发明提供的原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法,利用光学显微镜和纳米机械手将粉末样品粘连到紫外线固化胶上,通过紫外线照射即可实现微米级粉末样品的固定,该固定方式的成本低廉,一方面可以增加FIB制样的成功率,另一方面粘接微米级粉末样品时不需要在双束电镜中操作,可节约电镜耗材(例如离子源、Pt源等)成本。

[0027] 3. 本发明提供的原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法,将微米级单颗粒样品固定在针尖这一原子力显微镜的配件上,单颗粒样品的部分粘接在针尖上,其余部分悬空,部分悬空这一固定方式的好处在于,利用FIB技术对单颗粒样品进行切割时,单颗粒的大部分区域是处于悬空状态的,这可以使得切片的截面深度与单颗粒的实际高度一致,从而可得到样品更完整的结构信息,且悬空FIB加工不会带来现有FIB制样技术存在的基底反溅射的污染。

[0028] 4. 本发明提供的原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法采用的配合针尖将单颗粒样品部分悬空,直接对感兴趣区域的两侧进行剥蚀切割加工的方式,相对于常规FIB制样时将样品台倾斜52度对感兴趣区域的上下两部分进行挖坑、然后将样品台倾斜7度进行“U”型槽加工、再将样品台转至0度进行切片提取的操作而言,操作明显更简单,而且不必对感兴趣区域的上下两部分进行挖坑操作,制备一个同样规格的TEM薄片,对样品的浪费明显更少。本发明提供的方法可将一个单颗粒样品制备成至少N个TEM薄片样品,N为 $L \div 5$ 的整数部分,L为单颗粒样品的最大宽度,单位为微米。对于同一尺寸的单颗粒样品而言,本发明的方法能够制备得到比常规FIB制样方法明显更多的TEM薄片样品,在TEM分析时获得更多的样品信息,这对于在有限样品的基础上充分了解稀缺地外样品的信息具有重要的意义。

附图说明

[0029] 图1是本发明采用的针尖示意图,其中(a)图是俯视图,(b)图是侧视图;

[0030] 图2是利用光学显微镜和纳米机械手在针尖上粘接单颗粒样品的过程示意图,其中(a)图是在针尖上添加紫外线固化胶的示意图,(b)图是利用纳米机械手将单颗粒样品粘接到针尖上的示意图;

[0031] 图1~2中,1—底座、2—针尖、3—紫外线固化胶、4—单颗粒样品、5—纳米机械手。

[0032] 图3是实施例中在光学显微镜下用纳米机械手将单颗粒样品粘接到含紫外线固化胶针尖上的照片。

[0033] 图4是实施例中利用双束电镜的FIB功能从小粒径单颗粒样品上剥蚀切割制备切片及TEM薄片样品的图片。

[0034] 图5是利用双束电镜的FIB功能从单颗粒样品上剥蚀切割制备多个切片的示意图,图中虚线示意的区域为感兴趣区域,即为预留切片区域,字母A~J代表剥蚀切割后各个切片的编号。

[0035] 图6是实施例中利用双束电镜的FIB功能从单颗粒样品的不同位置进行剥蚀切割制备切片的图片。

[0036] 图7是实施例中利用双束电镜的FIB功能从大粒径单颗粒样品上制备切片及TEM薄片样品的图片。

具体实施方式

[0037] 下面结合附图通过实施例对本发明提供的原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品的方法作进一步说明。有必要指出,以下实施例只用于对本发明作进一步说明,不能理解为对本发明保护范围的限制,所属领域技术人员根据上述发明内容,对本发明做出一些非本质的改进和调整进行具体实施,仍属于发明保护的范畴。

[0038] 下述各实施例中使用的双束电镜由FEI公司生产,型号为Scios;纳米机械手由Sutter公司生产,型号为MP-225;光学显微镜由Mshot公司生产,型号为:MP41;针尖由Bruker公司生产,型号为MLCT-010。

[0039] 实施例1

[0040] 本实施例中,将光学显微镜、纳米机械手和双束电镜联用,原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品,步骤如下:

[0041] (1)如图2所示,在针尖上手动添加少许紫外线固化胶,置于光学显微镜下,利用纳米机械手将最大宽度约为50微米的不规则单颗粒样品的一端置于含紫外线固化胶的针尖上、另一端悬空,用紫外线照射使紫外线固化胶固化以完成单颗粒样品在针尖上的部分悬空粘接固定。在光学显微镜下用纳米机械手将单颗粒样品粘接到含紫外线固化胶针尖上的照片如图3所示。所述针尖为原子力显微镜的配件,由底座和位于底座边缘的三角形悬臂式针尖组成,悬臂式针尖与底座之间具有一定角度,悬臂式针尖具有一定的弹性,如图1所示。

[0042] (2)将固定了单颗粒样品的针尖置于双束电镜的样品腔中的样品台上,将聚焦离子束专用半圆型载网安装在与样品台垂直的卡槽内,密闭样品腔并对样品腔抽真空,之后利用双束电镜的扫描电子显微镜功能观察单颗粒样品的表面形态,如图4的(a)图所示。

[0043] (3)利用双束电镜的电子束在单颗粒样品的表面沉积一层厚度约为1微米厚的Pt层。沉积Pt层一方面可以保护单颗粒样品表面信息不被破坏,另一方面可以解决单颗粒样品不导电的问题。

[0044] (4)将样品台转至与离子枪相互垂直的位置,也就是将样品台倾斜52度,从离子束的界面可以观察到单颗粒样品,选取感兴趣区域,采用聚焦离子束对单颗粒样品进行从上至下的剥蚀切割加工,即通过剥蚀切割加工减掉挖空感兴趣区域与单颗粒样品主体部分的连接,将感兴趣区域从单颗粒样品上切割下来得到厚度约为1微米的切片,剥蚀切割加工

时,将位于感兴趣区域一侧且远离与针尖粘接部位的部分(靠近悬空端端部的部分)从单颗粒样品上切掉,将位于感兴趣区域一侧且靠近与针尖粘接部位的部分切割至与单颗粒样品的主体部分保留1~2微米厚的连接,如图4的(b)图所示,以避免切片直接从单颗粒样品主体上脱落。

[0045] 将样品台转至与电子枪相互垂直的位置,也就是将样品台转至0度,将切片上部的某一边缘处与双束电镜配置的纳米机械手粘接,如图4的(c)图所示。用聚焦离子束将切片与单颗粒样品主体部分的连接切断,使切片从单颗粒样品的主体部分脱落,如图4的(d)图所示。得到的切片的厚度约为1微米,切片的最大宽度在8~15微米范围内。

[0046] 该步骤采用聚焦离子束对单颗粒样品进行剥蚀切割加工时,剥蚀切割加工减掉挖空的部分的厚度为1~1.5微米。

[0047] (5)将纳米机械手上的切片粘接在聚焦离子束专用半圆型载网上使切片与样品台垂直,然后将切片与纳米机械手的连接切断,如图4的(e)图所示。再利用双束电镜的聚焦离子束功能将聚焦离子束载网上的切片减薄制成厚度不超过100nm的TEM薄片样品,如图4的(f)图所示。

[0048] (6)重复步骤(4)~(5),将单颗粒样品制备成10个厚度不超过100nm的TEM薄片样品,示意图如图5所示。

[0049] 实施例2

[0050] 本实施例中,将光学显微镜、纳米机械手和双束电镜联用,原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品,步骤如下:

[0051] (1)在针尖上手动添加少许紫外线固化胶,置于光学显微镜下,利用纳米机械手将最大宽度约为40微米的不规则单颗粒样品的一端置于含紫外线固化胶的针尖上、另一端悬空,用紫外线照射使紫外线固化胶固化以完成单颗粒样品在针尖上的部分悬空粘接固定。所述针尖为原子力显微镜的配件,由底座和位于底座边缘的三角形悬臂式针尖组成,悬臂式针尖与底座之间具有一定角度,悬臂式针尖具有一定的弹性,如图1所示。

[0052] (2)将固定了单颗粒样品的针尖置于双束电镜的样品腔中的样品台上,将聚焦离子束专用半圆型载网安装在与样品台垂直的卡槽内,密闭样品腔并对样品腔抽真空,之后利用双束电镜的扫描电子显微镜功能观察单颗粒样品的表面形态。

[0053] (3)利用双束电镜的电子束在单颗粒样品的表面沉积一层厚度约为1微米厚的Pt层。沉积Pt层一方面可以保护单颗粒样品表面信息不被破坏,另一方面可以解决单颗粒样品不导电的问题。

[0054] (4)将样品台转至与离子枪相互垂直的位置,也就是将样品台倾斜52度,从离子束的界面可以观察到单颗粒样品,由于该单颗粒样品的尖端出现了分叉,分叉形成了大小两支,根据离子束界面的观察结果,从大小两支上各选择一个感兴趣的区域。

[0055] 剥蚀切割单颗粒样品大支上的感兴趣区域制备切片:采用聚焦离子束对单颗粒样品的大支进行从上至下的垂直切割加工,即通过剥蚀切割加工减掉挖空感兴趣区域与单颗粒样品主体部分的连接,将感兴趣区域从单颗粒样品上切割下来得到厚度约为1微米的切片,剥蚀切割加工时,将位于感兴趣区域一侧且远离与针尖粘接部位的部分(靠近大支悬空端端部的部分)从单颗粒样品上切掉,将位于感兴趣区域一侧且靠近与针尖粘接部位的部分切割至与单颗粒样品的主体部分保留1~2微米厚的连接,以避免切片直接从单颗粒样品

主体上脱落。

[0056] 将样品台转至与电子枪相互垂直的位置,也就是将样品台转至0度,将切片上部的某一边缘处与双束电镜配置的纳米机械手粘接。然后用聚焦离子束将切片与单颗粒样品主体部分的连接切断,使切片从单颗粒样品的主体部分脱落,如图6的(a)图所示。得到的切片的厚度约为1微米,切片的最大宽度在8~15微米范围内。

[0057] 该步骤采用聚焦离子束对单颗粒样品进行剥蚀切割加工时,剥蚀切割加工减掉挖空的部分的厚度为1~1.5微米。

[0058] (5)将纳米机械手上的切片粘接在聚焦离子束专用半圆型载网上使切片与样品台垂直,然后将切片与纳米机械手的连接切断。再利用双束电镜的聚焦离子束功能将聚焦离子束载网上的切片减薄制成厚度不超过100nm的TEM薄片样品。

[0059] (6)重复步骤(4)~(5)的操作剥蚀切割单颗粒样品小支上的感兴趣区域制备切片:

[0060] 采用聚焦离子束对单颗粒样品的小支进行从上至下的垂直切割加工,即通过剥蚀切割加工减掉挖空感兴趣区域与单颗粒样品主体部分的连接,将感兴趣区域从单颗粒样品上切割下来得到厚度约为1微米的切片,剥蚀切割加工时,将位于感兴趣区域一侧且远离与针尖粘接部分的部分(靠近小支悬空端端部的部分)从单颗粒样品上切掉,如图6的(b)图所示,将位于感兴趣区域一侧且靠近与针尖粘接部分的部分切割至与单颗粒样品的主体部分保留1~2微米厚的连接,以避免切片直接从单颗粒样品主体上脱落。

[0061] 将样品台转至与电子枪相互垂直的位置,也就是将样品台转至0度,将切片上部的某一边缘处与双束电镜配置的纳米机械手粘接。然后用聚焦离子束将切片与单颗粒样品主体部分的连接切断,使切片从单颗粒样品的主体部分脱落。得到的切片的厚度约为1微米,切片的最大宽度在8~15微米范围内。

[0062] 该步骤采用聚焦离子束对单颗粒样品进行剥蚀切割加工时,剥蚀切割加工减掉挖空的部分的厚度为1~1.5微米。

[0063] 将纳米机械手上的切片粘接在聚焦离子束专用半圆型载网上使切片与样品台垂直,然后将切片与纳米机械手的连接切断。再利用双束电镜的聚焦离子束功能将聚焦离子束载网上的切片减薄制成厚度不超过100nm的TEM薄片样品。

[0064] 实施例3

[0065] 本实施例中,将光学显微镜、纳米机械手和双束电镜联用,原位制备微米级的单颗粒多个TEM薄片样品,步骤如下:

[0066] (1)如图2所示,在针尖上手动添加少许紫外线固化胶,置于光学显微镜下,利用纳米机械手将最大宽度约为144微米的不规则单颗粒样品的一部分置于含紫外线固化胶的针尖上、另一部分悬空,用紫外线照射使紫外线固化胶固化以完成单颗粒样品在针尖上的部分悬空粘接固定。所述针尖为原子力显微镜的配件,由底座和位于底座边缘的三角形悬臂式针尖组成,悬臂式针尖与底座之间具有一定角度,悬臂式针尖具有一定的弹性,如图1所示。

[0067] (2)将固定了单颗粒样品的针尖置于双束电镜的样品腔中的样品台上,将聚焦离子束专用半圆型载网安装在与样品台垂直的卡槽内,密闭样品腔并对样品腔抽真空,之后利用双束电镜的扫描电子显微镜功能观察单颗粒样品的表面形态,如图7的(a)图所示。

[0068] (3) 利用双束电镜的电子束在单颗粒样品的表面沉积一层厚度约为1微米后的Pt层。沉积Pt层一方面可以保护单颗粒样品表面信息不被破坏,另一方面可以解决单颗粒样品不导电的问题。

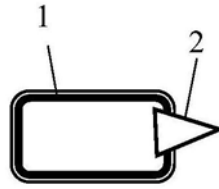
[0069] (4) 将样品台转至与离子枪相互垂直的位置,也就是将样品台倾斜52度,从离子束的界面可以观察到单颗粒样品,选取感兴趣区域,采用聚焦离子束对单颗粒样品进行从上至下的剥蚀切割加工,即通过剥蚀切割加工减掉挖空感兴趣区域与单颗粒样品主体部分的连接,将感兴趣区域从单颗粒样品上切割下来得到厚度约为1微米的切片,剥蚀切割加工时,将位于感兴趣区域一侧且靠近悬空端的一端端部的部分从单颗粒样品上切掉,将位于感兴趣区域一侧且靠近与针尖粘接部位的部分切割至与单颗粒样品的主体部分保留1~2微米厚的连接,以避免切片直接从单颗粒样品主体上脱落。

[0070] 将样品台转至与电子枪相互垂直的位置,也就是将样品台转至0度,将切片上部的某一边缘处与双束电镜配置的纳米机械手粘接,然后用聚焦离子束将切片与单颗粒样品主体部分的连接切断,使切片从单颗粒样品的主体部分脱落,如图7的(b)图和(c)图所示。得到的切片的厚度约为1微米,切片的最大宽度在8~15微米范围内。

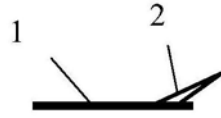
[0071] 该步骤采用聚焦离子束对单颗粒样品进行剥蚀切割加工时,剥蚀切割加工减掉挖空的部分的厚度为1~1.5微米。

[0072] (5) 将纳米机械手上的切片粘接在聚焦离子束专用半圆型载网上使切片与样品台垂直,然后将切片与纳米机械手的连接切断。再利用双束电镜的聚焦离子束功能将聚焦离子束载网上的切片减薄制成厚度不超过100nm的TEM薄片样品。

[0073] (6) 重复步骤(4)~(5),对单颗粒样品的一部分进行了剥蚀切割加工制备切片,制备得到了20个厚度不超过100nm的TEM薄片样品,部分TEM薄片的示意图如图7的(d)图所示,图7的(d)图中采用椭圆圈圈出的部分即为粘接在聚焦离子束专用半圆型载网上的部分TEM薄片样品。

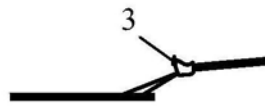


(a)

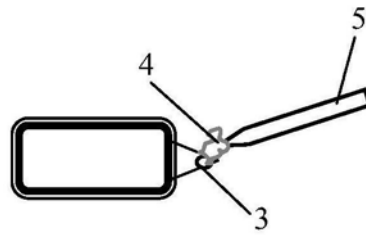


(b)

图1



(a)



(b)

图2

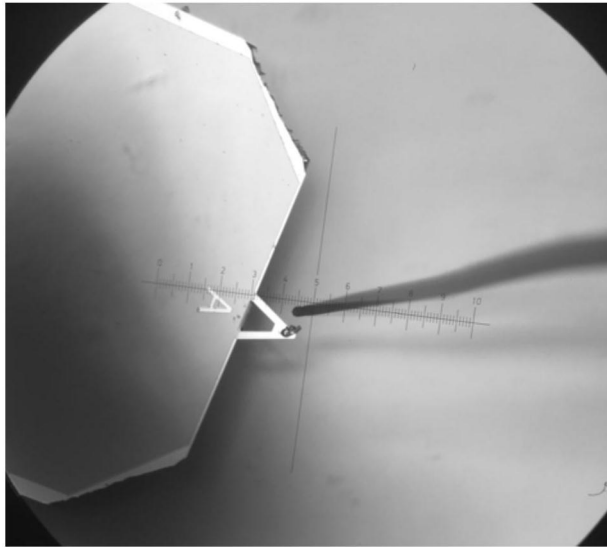


图3

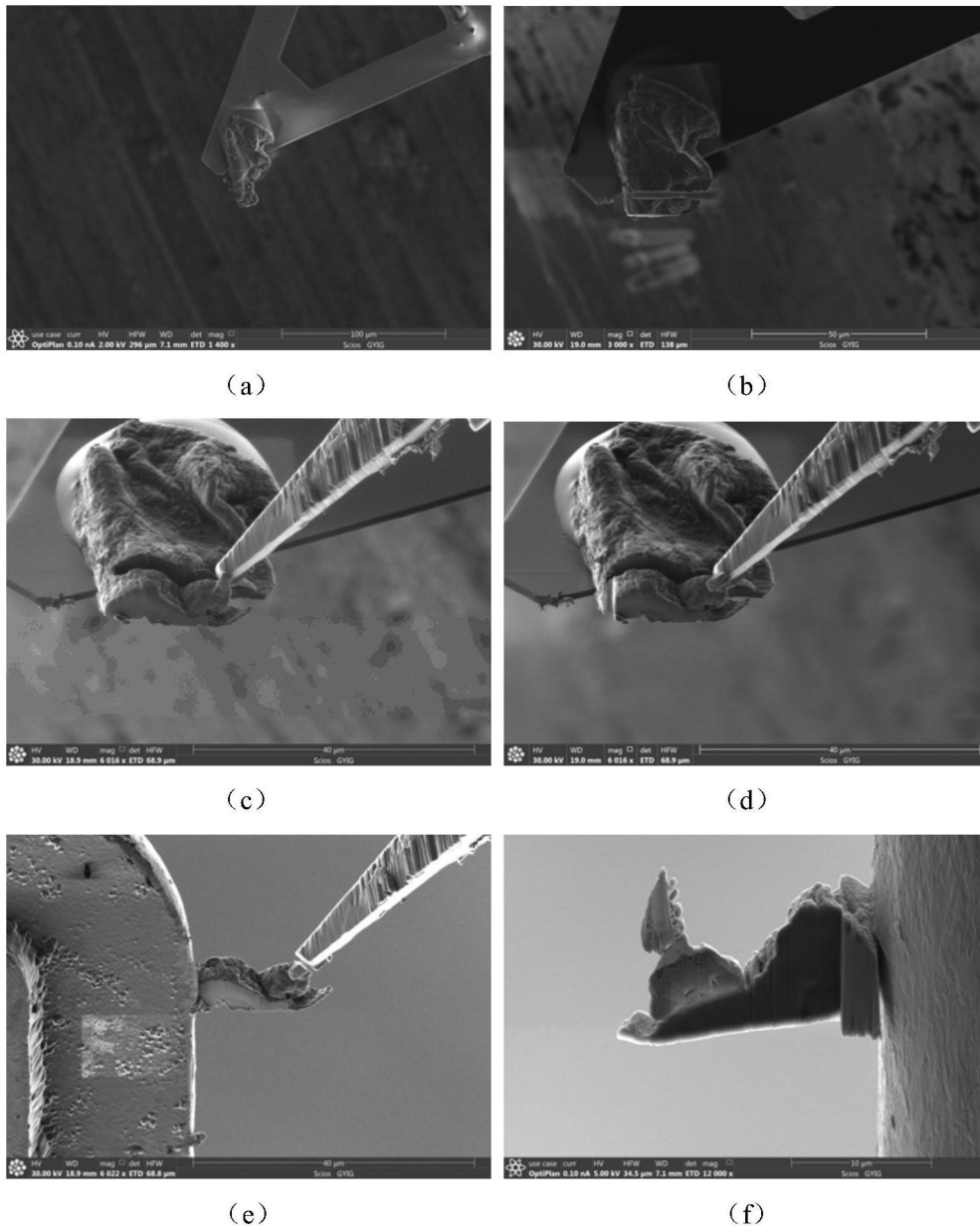


图4

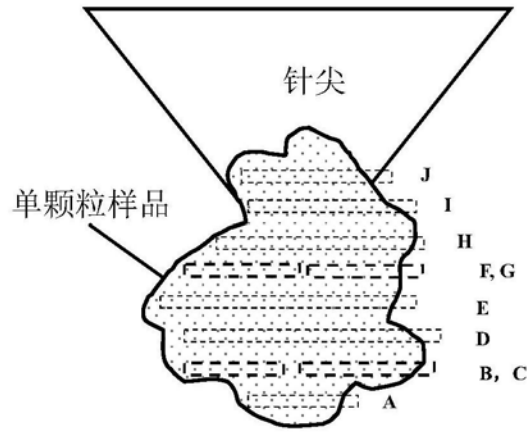


图5

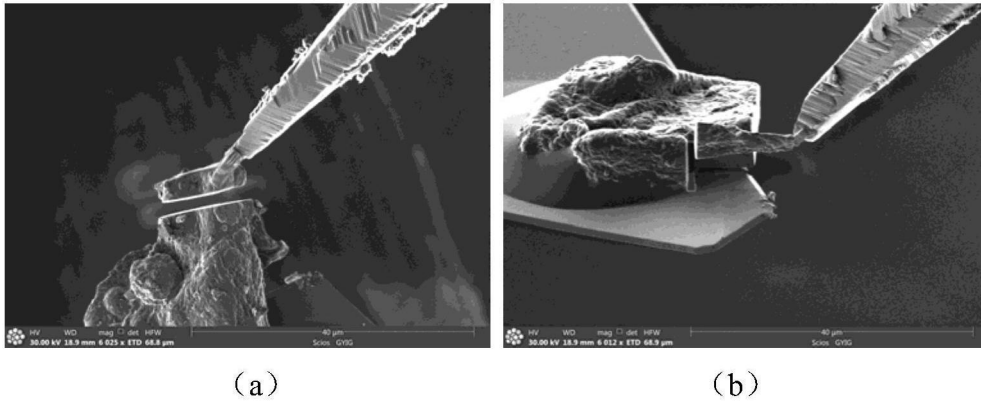


图6

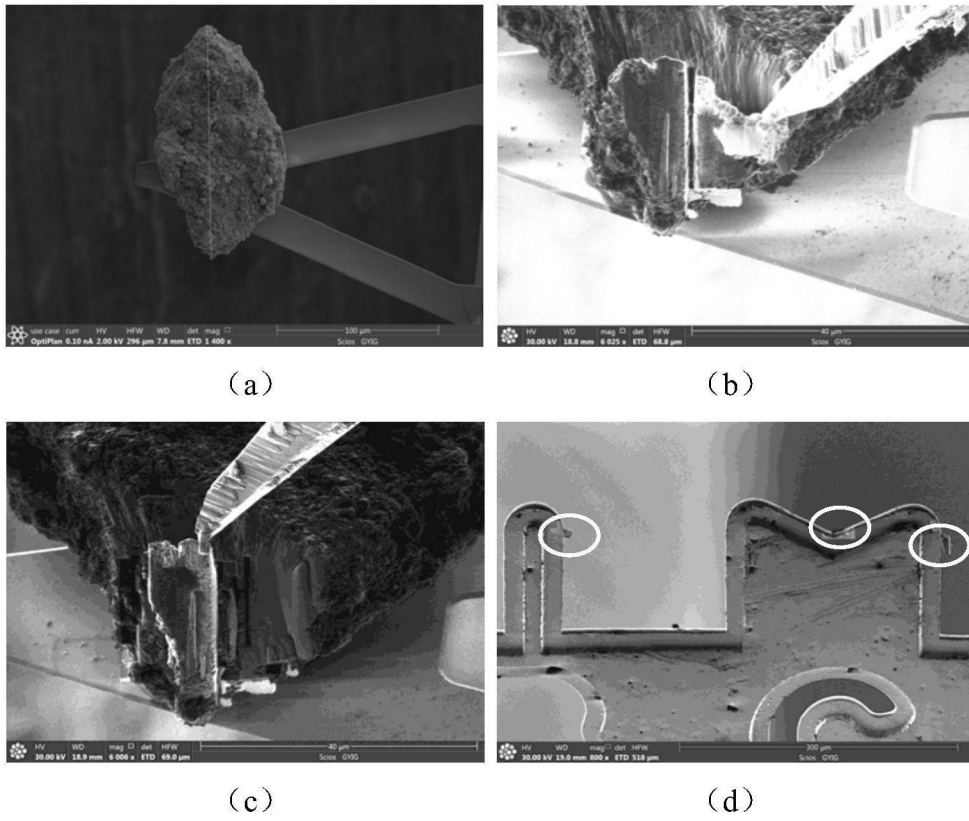


图7