

# 透射电子显微镜样品 制备技术

中科院宁波材料所

公共技术服务中心

透射电镜实验室

陈国新 2010年7月8日

# 前言

---

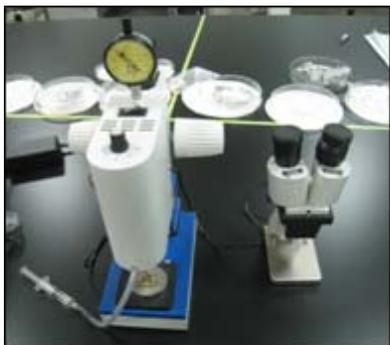
透射电镜样品制备在电子显微学研究中起着非常重要的作用。目前已发展了多种制备方法，传统的透射电镜样品制备方法有：电解双喷、超薄切片、聚焦离子束（**FIB**）、离子减薄等。

本实验室围绕**Gatan691**型精密离子减薄仪，配置了**Gatan601**超声波圆片切割机、**Gatan623**手动研磨盘、**Gatan656**凹坑研磨仪、**Gatan 950**等离子清洗仪等一整套机械预减薄设备，可以制备出理想的陶瓷、半导体及金属材料的透射电镜样品。针对高分子材料，专门配有超薄切片机（配冷冻附件）。

主要介绍除超薄切片技术之外的透射电镜样品的制备技术。

# 前言

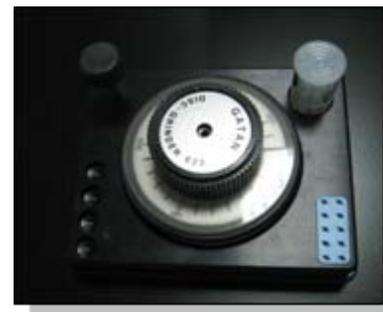
## 透射电镜制样实验室(C117)



Gatan 601 超声切割机



Gatan 样品加热台



Gatan 623 手动研磨盘



Gatan 656 凹坑仪



Gatan 691 精密离子减薄仪



Gatan 950 等离子清洗仪

# 透射电子显微镜样品的分类

## 一. 粉末样品

## 二. 块体样品

## 三. 薄膜样品

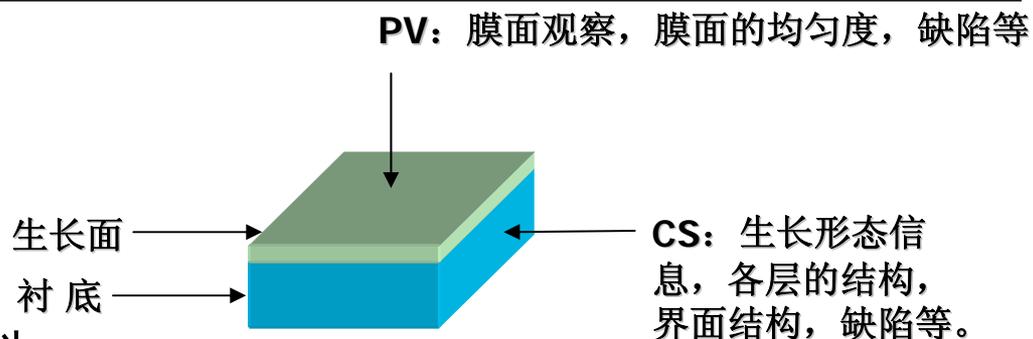
## 四. 高分子、生物样品

脆性材料

塑性材料

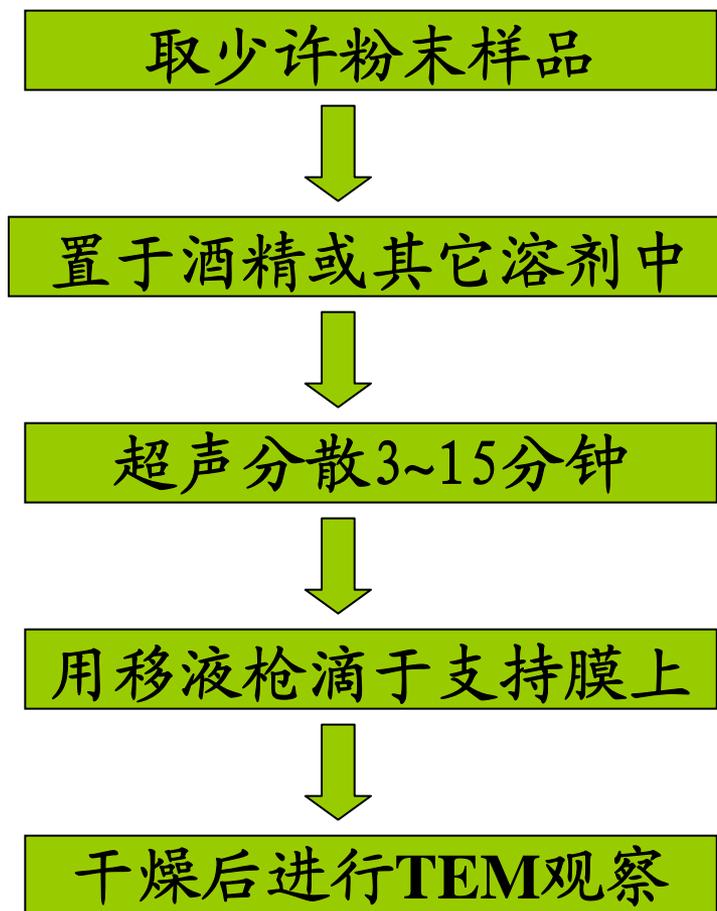
平面样品: Plane View (PV)

截面样品: Cross-Section (CS)



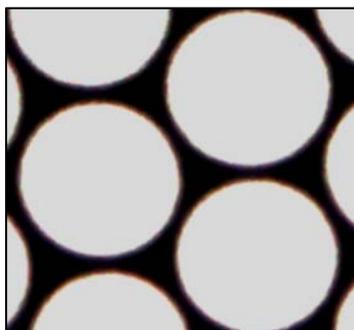
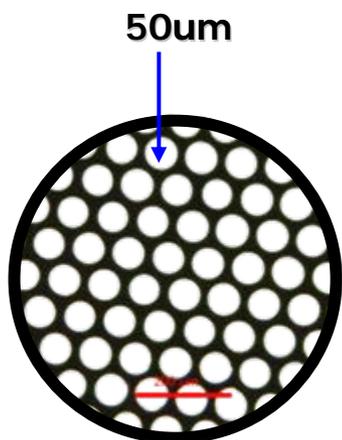
# 一、粉末样品

流程图:

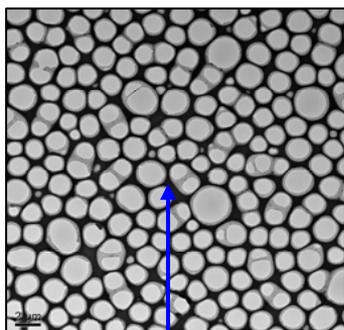
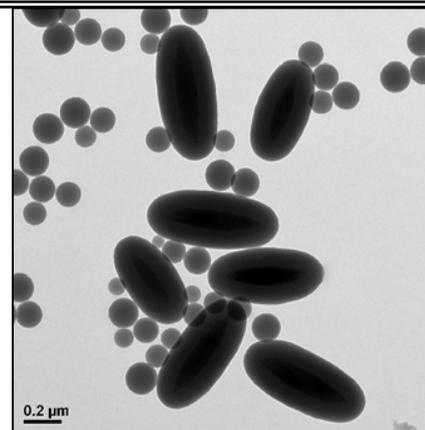


# 一、粉末样品

支持膜

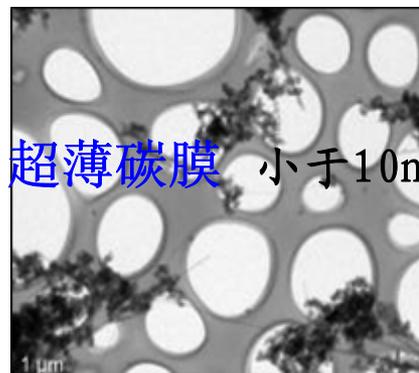


普通碳膜 形貌观察

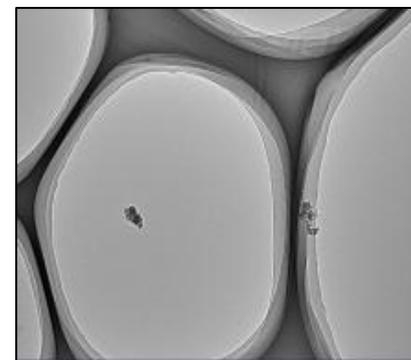


几百纳米到几个微米

微栅 管状、棒状、纳米团聚物



超薄碳膜 小于10nm的粒子



颗粒较大的磁性粉末会被吸引到物镜极靴上，造成电镜永久污染

# 一、粉末样品

---

## 注意事项

- 溶液浓度不要太大，一般溶液颜色略透明即可（部分黑色物质，如石墨，颜色可稍深）；
- 洗去样品中的表面活性剂，否则会因碳污染影响观察；
- 选择合适的支持膜；
- 特殊分散剂请向实验人员说明。

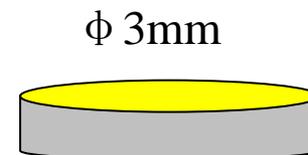
## 二、块体样品

---

为什么要制样？

透射电子束一般能穿透厚度为**100nm**以下的薄层样品

透射电镜样品台只可以放入直径**3mm**的圆片



TEM块体样品的制备其实是个材料加工成型的过程

要充分考虑材料本身的特性

## 二、块体样品

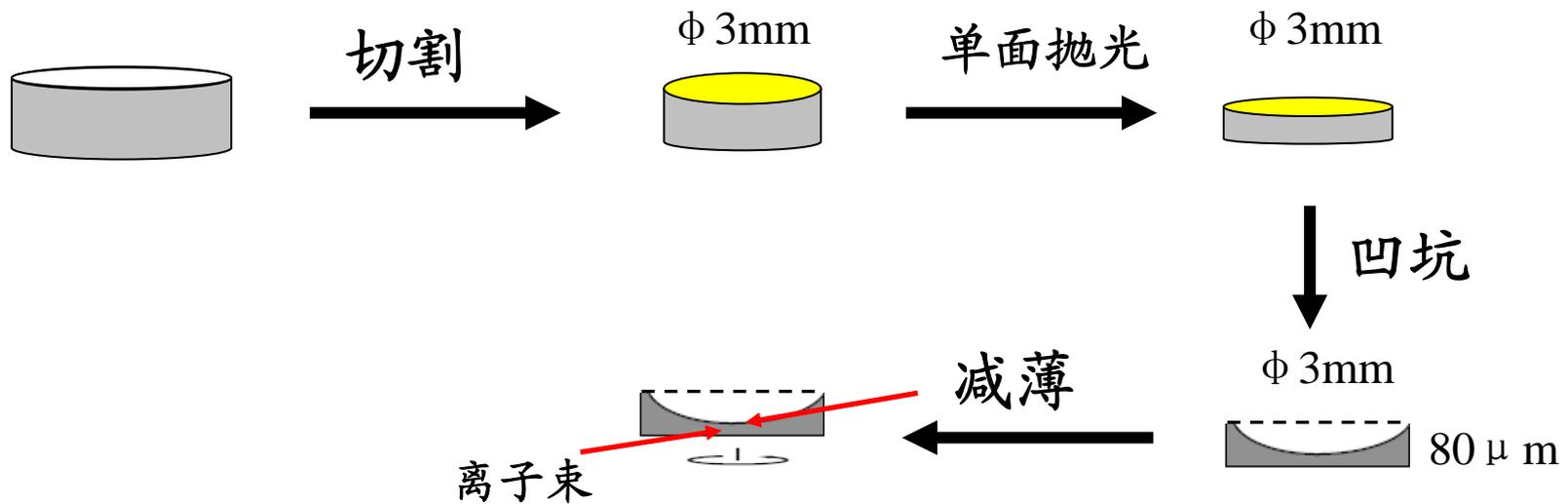
脆性材料	陶瓷、半导体等	容易开裂，磨样时要轻柔 用超声切割获得 $\phi$ 3mm圆片
塑性材料	金属等	延展性好，磨样时相对容易 用冲压器获得 $\phi$ 3mm圆片

送样要求：厚度**0.2~0.3mm**，**10mm**见方的薄片

一点建议：可以将样品用线切割、砂纸磨等方式处理成上述薄片

## 二、块体样品

### (一) 脆性样品制样流程示意图（如硅片、陶瓷等）



	圆片切割	单面抛光	凹坑	离子减薄
样品情况	$\phi$ 3mm	单面抛光	中心厚度 10~30 $\mu$ m	几纳米到几十 纳米的薄区

## 二、块体样品

---

1. 切割

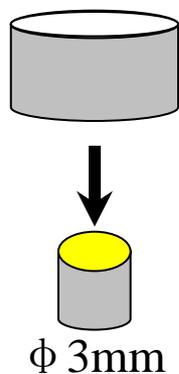
2. 单面抛光

3. 凹坑

4. 离子减薄

# 1. 切割

- 目的：获得  $\phi 3\text{mm}$  的圆片



用于陶瓷、半导体等  
坚硬/脆性的材料

Gatan 601 超声波圆片切割机

圆片切割机以一定的频率，在样品上震动管状切割工具。通过这种高频的震动，能够使泥浆中的研磨颗粒作用于样品。这种动作可以切割一个圆形压痕，直到从样品切割下圆片。

# 1. 切割

---

超声切割机教学视频(3min 9s)

# 1. 切割

---

## 具体步骤:

- 1.1 将样品台放置在加热台上，加热5分钟后加一些石蜡，并在熔解可流动的蜡上放置载玻片；
- 1.2 在载玻片上加一些石蜡，将样品放置在载玻片上，将样品台移下加热台，冷却至室温；
- 1.3 升起切割工具，将样品台定位在其下方，降低切割工具至样品上，直到底部弹簧活动台水平刻度盘中的刻度线在中心记号的下面，旋转刻度表盘，直到指针调整到零；

# 1. 切割

---

## 具体步骤:

- 1.4 用竹签在样品需切区域加少许切割磨粒和水制作而成的泥浆；
- 1.5 落下切割工具到泥浆中，直到底部弹簧活动台水平刻度盘中的刻度线  
在中心记号的下面，打开圆片切割机，调节频率旋钮进行切割，刻度表  
盘的读数即为切割的厚度。
- 1.6 切割完毕，关掉电源开关，升高切割工具。过几分钟，清洗切割工具；
- 1.7 把样品台放在加热台上加热，待蜡熔解后，用小镊子夹起圆片样品，并  
放置丙酮中清洗，移除上面的石蜡；

# 1. 切割

---

## 注意事项:

- 1.1 振荡器开的情况下，不要触摸切割工具的末端，会造成严重烫伤；
- 1.2 被切割样品，可能会陷入切割工具中。通常这种样品可以在振荡器工作的状态下，使用流动的水将样品冲出来；如果不成功，用专用工具拆下切割头，然后用竹签从另一方向将样品慢慢顶出
- 1.3 当圆片切割机不使用时，清洗切割工具，用纸擦干，关闭电源开关。

## 二、块体样品

---

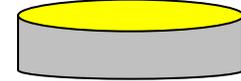
1. 切割

2. 单面抛光

3. 凹坑

4. 离子减薄

$\phi$  3mm



## 2. 单面抛光

把  $\phi$  3mm 圆片一面研磨后，再抛光，为凹坑样品做准备。



Gatan 623 手动研磨盘

## 2. 单面抛光

---

### 2.1 校准

- a. 将空样品台放在圆片研磨盘中，转动旋钮使样品台位于研磨盘平面之下；
- b. 取一个干净的载玻片，滴一滴水，盖在研磨盘中央，并且压紧载玻片，可以看到在研磨盘和载玻片之间有水纹存在；
- c. 慢慢转动小的黑色旋钮，使样品台慢慢升起，并且观察水纹，当水纹刚刚有变化的时候，调节大的黑色旋钮将刻度盘的“0”调节到指示线位置。

### 2.2 操作

- a. 将粘有样品的样品台放入研磨盘中；
- b. 旋动小的黑色旋钮使样品台下降，指示线所指示的刻度为样品预留厚度；
- c. 从粗砂纸到细砂纸逐渐进行研磨至所需厚度。

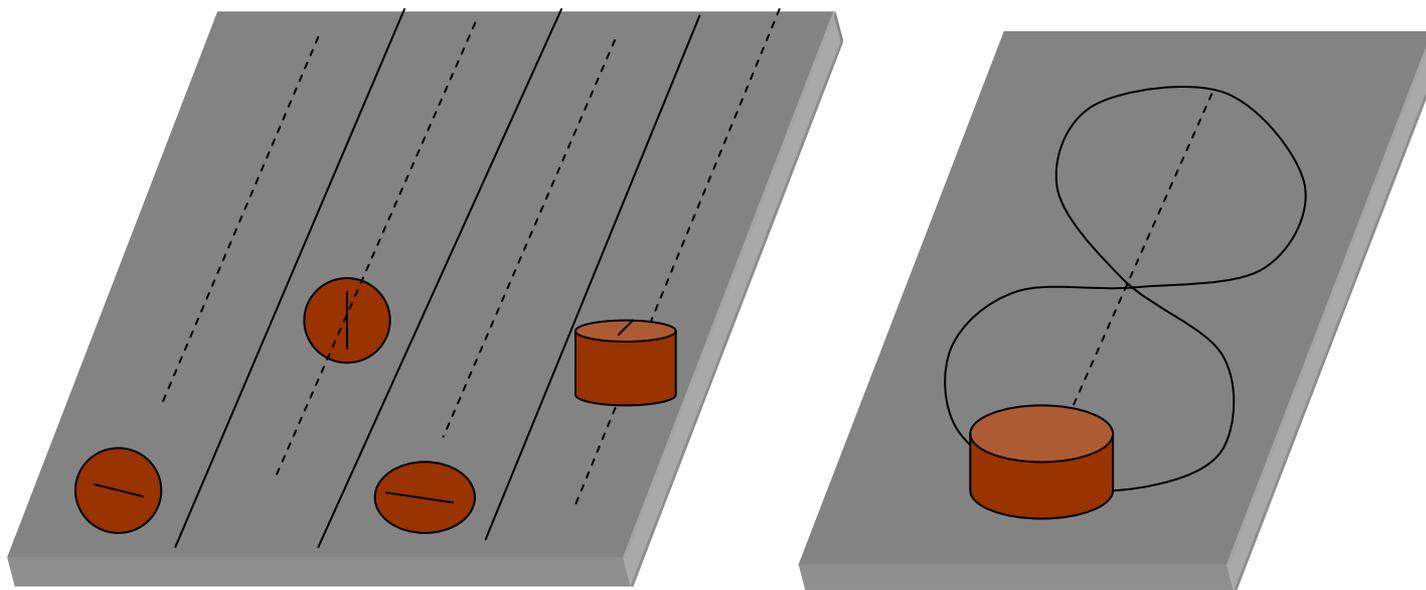
## 2. 单面抛光

---

手动研磨盘操作视频(2min 47s)

## 2. 单面抛光

手工平磨时，应采用不断变换样品角度，或者沿“8”字轨迹的手法。  
如图示：



依次用粒度p1000→P1500→ P2000的砂纸研磨。

样品磨的越薄，使用的砂纸型号越大（砂粒越细）

**每更换一次砂纸用水彻底清洗样品。**

## 二、块体样品

---

1. 切割

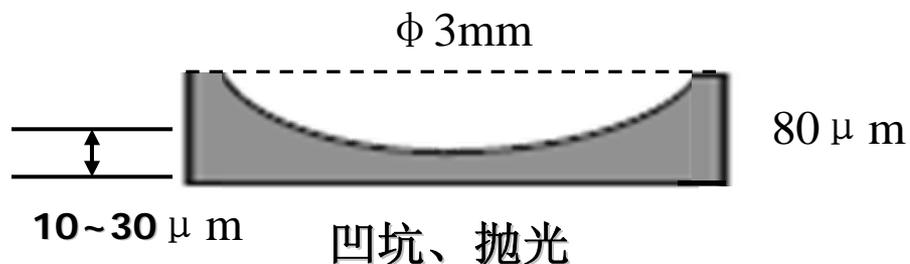
2. 单面抛光

3. 凹坑

4. 离子减薄

### 3. 凹坑

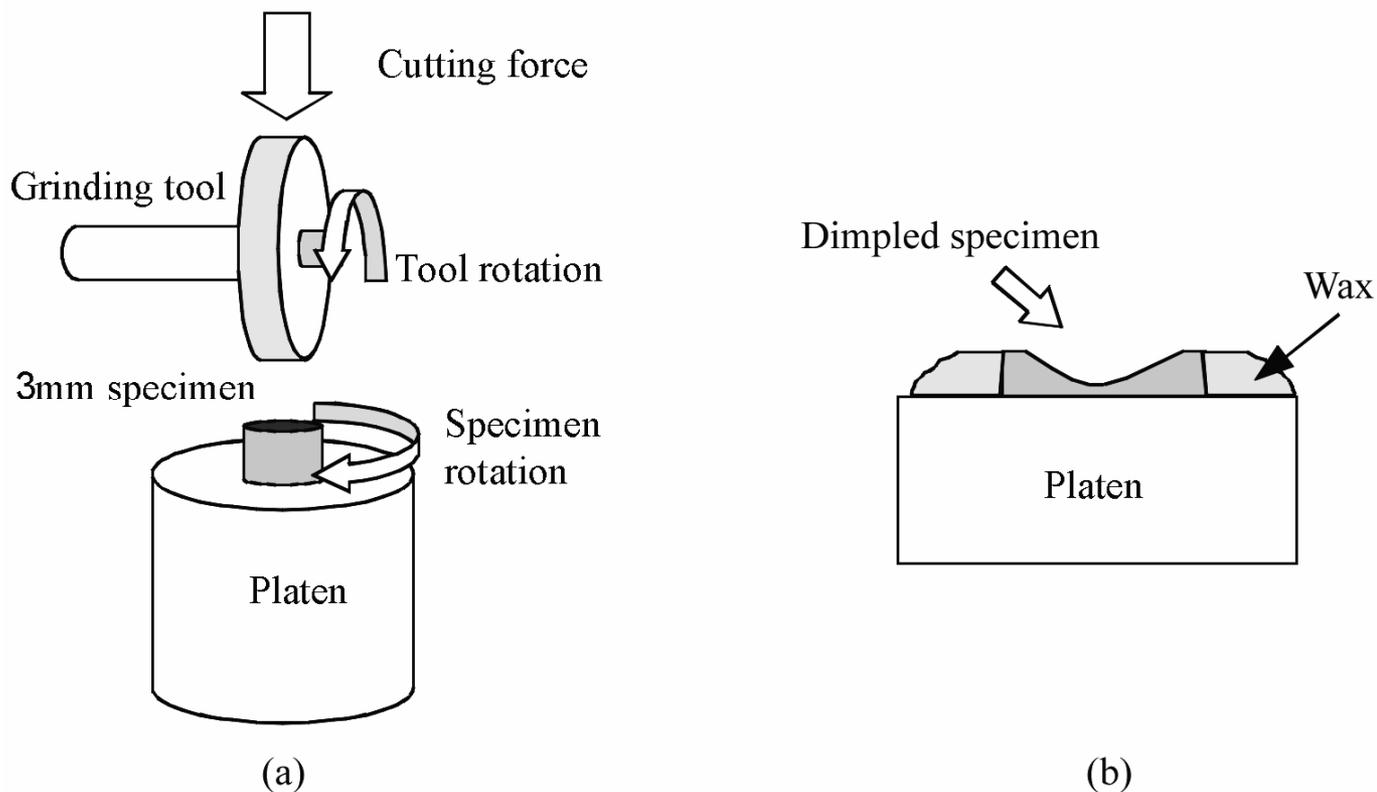
- 要求：对抛光后的样品的另一面进行机械预减薄至 $80\ \mu\text{m}$   
对圆片中间凹坑，使样品中间厚度减至 $10\sim 30\ \mu\text{m}$ 。
- 优点：增大薄区面积；  
准备定位减薄位置。



Gatan 656 凹坑仪

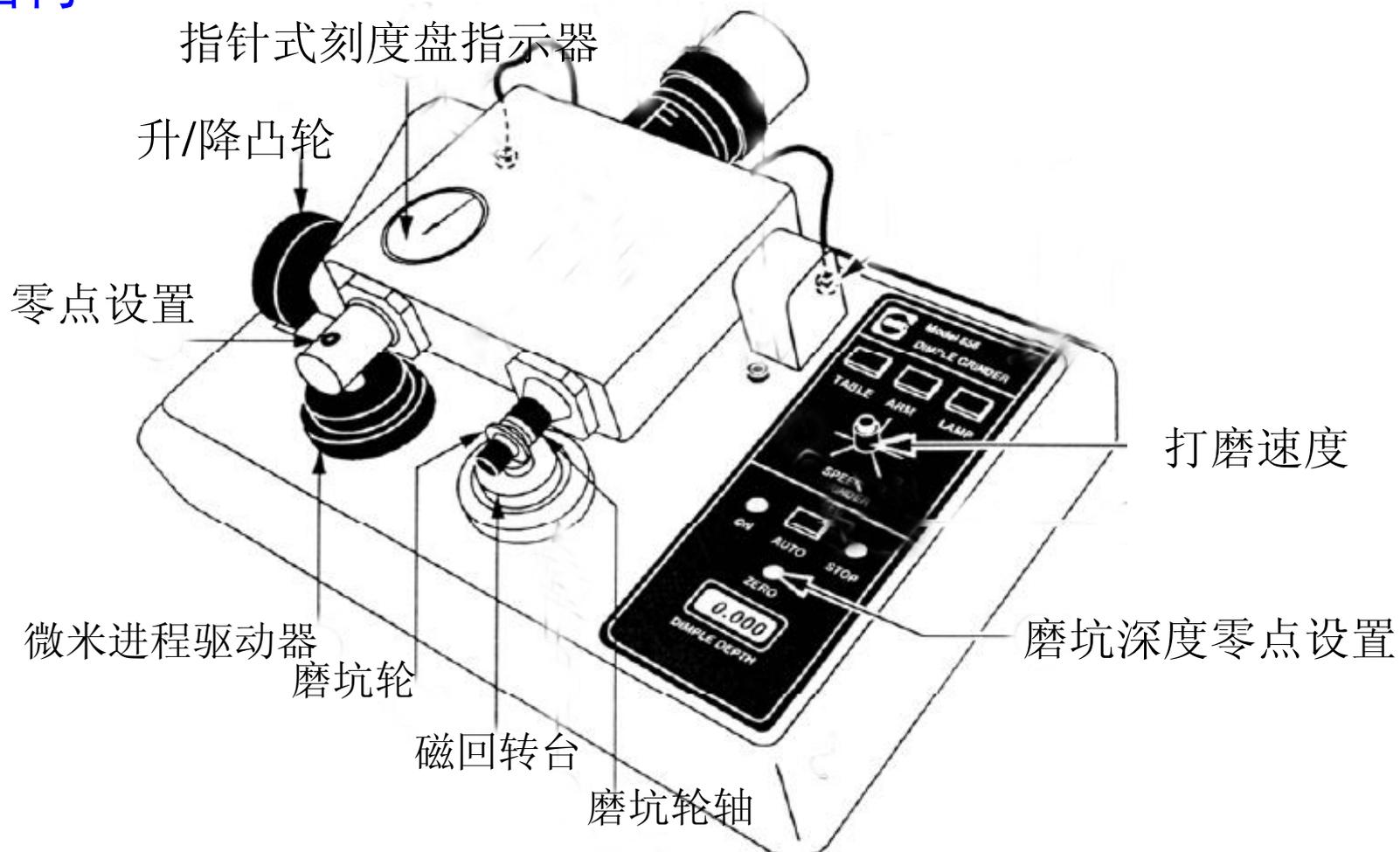
### 3. 凹坑

#### 凹坑示意图



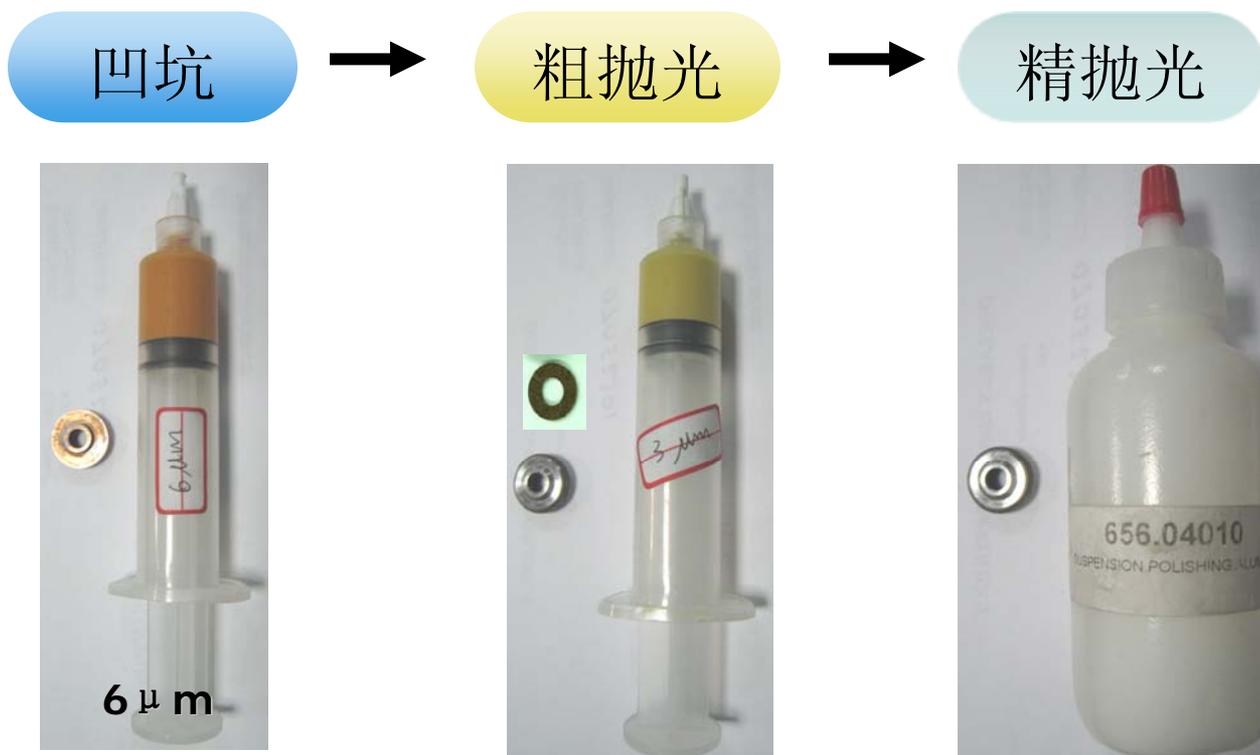
### 3. 凹坑

#### 凹坑仪结构



### 3. 凹坑

凹坑可用两种类型的轮子：研磨轮、抛光轮



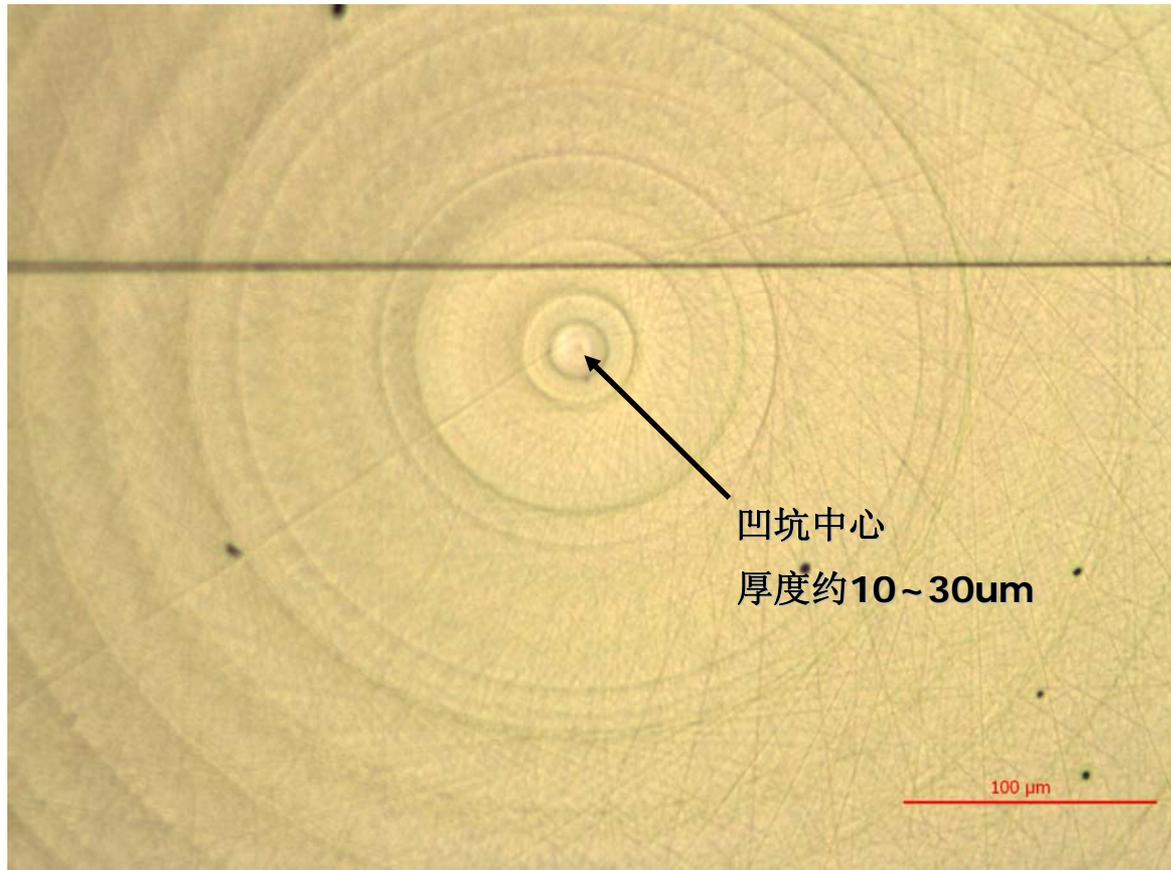
### 3. 凹坑

---

凹坑研磨仪操作视频(9min 2s)

### 3. 凹坑

---



凹坑后的样品

## 3. 凹坑

---

### 具体步骤:

- 3.1 把样品台放到加热台上，加热5分钟后加少许石蜡，粘上样品；
- 3.2 使用Gatan623手动研磨盘，在1000号的砂纸上，将样品研磨至80  $\mu\text{m}$ 左右；
- 3.3 将粘有样品的圆柱台放在凹坑仪上，启动TABLE马达，在显微镜下调整样品台位置，对样品定位**对中**；
- 3.4 加20 g的配重载荷，选择中等打磨速度，装上研磨轮，并小心地把磨轮降到样品台没有样品的地方，逆时针旋转微米进程驱动器，使刻度盘指示器的指针转满一整圈后刚好停在零点位置；按下ZERO，**设置零点**；
- 3.5 旋转升降凸轮，把研磨轮放到样品表面上：刻度盘指示器显示样品材料和固定蜡的总厚度；

### 3. 凹坑

---

#### 具体步骤:

- 3.6 用竹签放入少量 $6\ \mu\text{m}$ 金刚石研磨膏到铜研磨轮和样品上，加蒸馏水润滑；同时开启两个马达开始研磨，研磨过程需随时加蒸馏水润滑；
- 3.7 研磨完毕后，在轮轴上换上 $3\ \mu\text{m}$ 抛光轮，彻底清除掉样品上残留的研磨膏，把样品台放回磁转盘上，用显微镜对中；调节载荷和转速，降下抛光轮对样品进行**粗抛光**；
- 3.8 取下样品台，把粗抛光过程中残留的抛光膏完全冲掉；换上新的抛光轮，使用粒度为 $0.05\ \mu\text{m}$ 的氧化铝抛光膏**继续抛光**，需随时观察、加蒸馏水润滑；
- 3.9 抛光完毕后，冲洗抛光轮，擦拭轮轴；用棉签清洁、**冲洗样品**；
- 3.10 将样品连同样品台同时放入丙酮溶液中，待样品自行脱落后取出样品。

## 3. 凹坑

---

### 注意事项:

- 3.1 注意不要用溶剂冲洗磨轮轴，这有可能使微粒或抛光膏冲到轮轴组件中，导致磨损；
- 3.2 千万不要把不同粒度的抛光膏涂在同一个抛光毡轮上；
- 3.3 抛光时可适当降低测微器的基准面，保证抛光轮接触样品表面。

## 二、块体样品

---

1. 切割

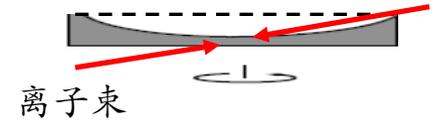
2. 单面抛光

3. 凹坑

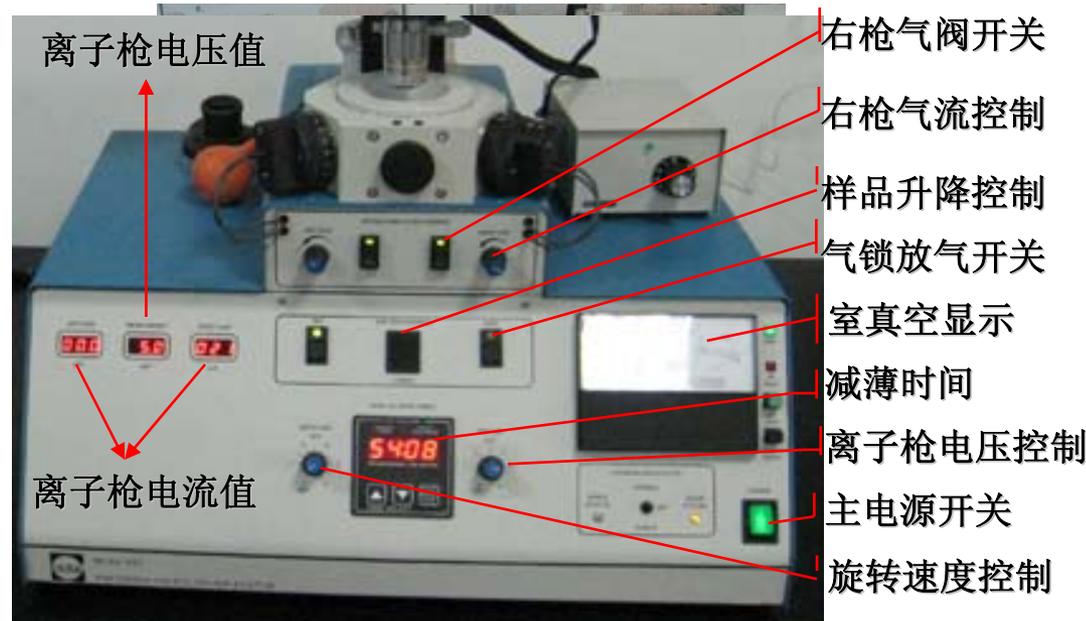
4. 离子减薄

## 4. 离子减薄

用离子束轰击  
凹坑中间区域



目的：TEM样品的最终减薄，以获得电子束透明的观察区域。



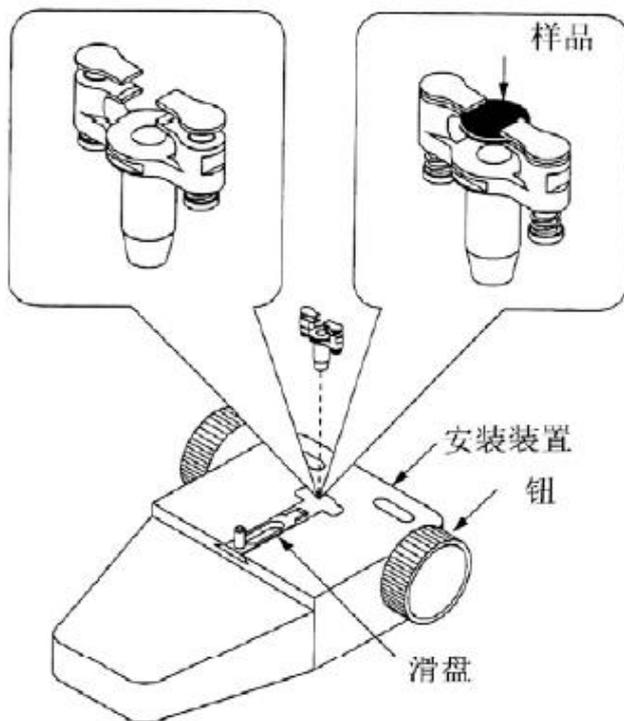
Gatan 691精密离子减薄仪

在电场作用下氩气被电离成带Ar<sup>+</sup>的氩离子，带着一定能量的氩离子从阳极飞向阴极，通过阴极孔，打在样品表面，使样品表面溅射。

## 4. 离子减薄

样品台：

夹型样品台和安装装置



## 4. 离子减薄

---

### 基本流程

装样品 → 抽真空 → 设参数 → 离子减薄

束能量：常用4KeV

气体流速：与束能量相对应

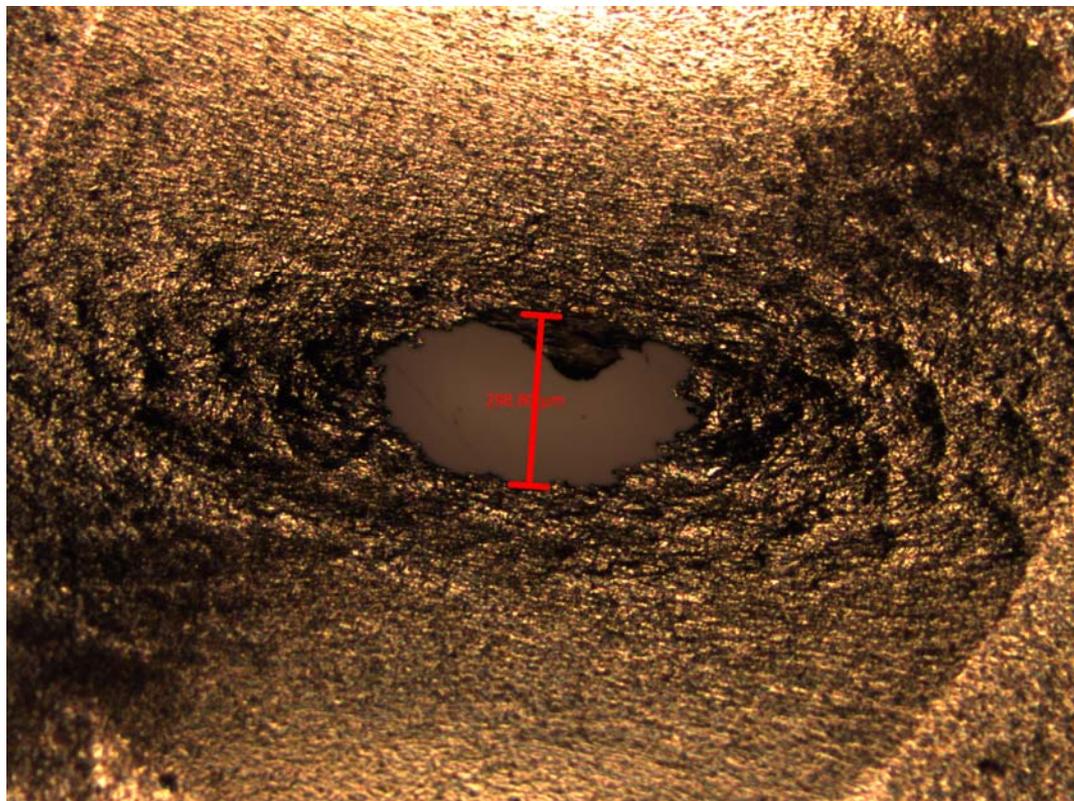
## 4. 离子减薄

---

[离子减薄仪操作视频 \(7min 57s\)](#)

## 4. 离子减薄

---



离子减薄后的NdFeB样品

## 4. 离子减薄

---

### 具体步骤:

- 4.1 确认氩气钢瓶内尚有气体，调整气压为0.18 MPa；打开离子减薄仪的电源。
- 4.2 当样品室压力  $< 5 \times 10^{-3}$  Torr后，打开双枪的气阀开关，冲洗离子枪；
- 4.3 将样品固定在样品座上，将样品待减薄区域调整至中心；确认样品座  
在升起的位置，按VENT键对预抽室破真空；
- 4.4 安装样品台按VAC键对预抽室抽真空，按气锁控制开关的下部，降下  
样品座；
- 4.5 设定ION BEAM MODULATOR开关、左右离子枪减薄角度、样品台  
旋转速度，定离子枪电压，打开左右离子枪的气流控制键；

## 4. 离子减薄

---

### 具体步骤:

4.5 将CCD的显微镜调整到减薄样品室上方，开顶部灯或底部透射灯，观察样品；

4.6 用（TIME SELECT）键设定减薄时间，按START/STOP键，开始减薄：注意当样品室压力  $< 5 \times 10^{-4}$  Torr后（气阀关闭时），才可以正常工作；

4.7 减薄结束后，确认ROTATION SPEED不为OFF，按气锁控制开关的上部升起样品座，待确认样品座完全升起后，才可按VENT更换样品；

4.8 平时使用完毕不须关机，

## 4. 离子减薄

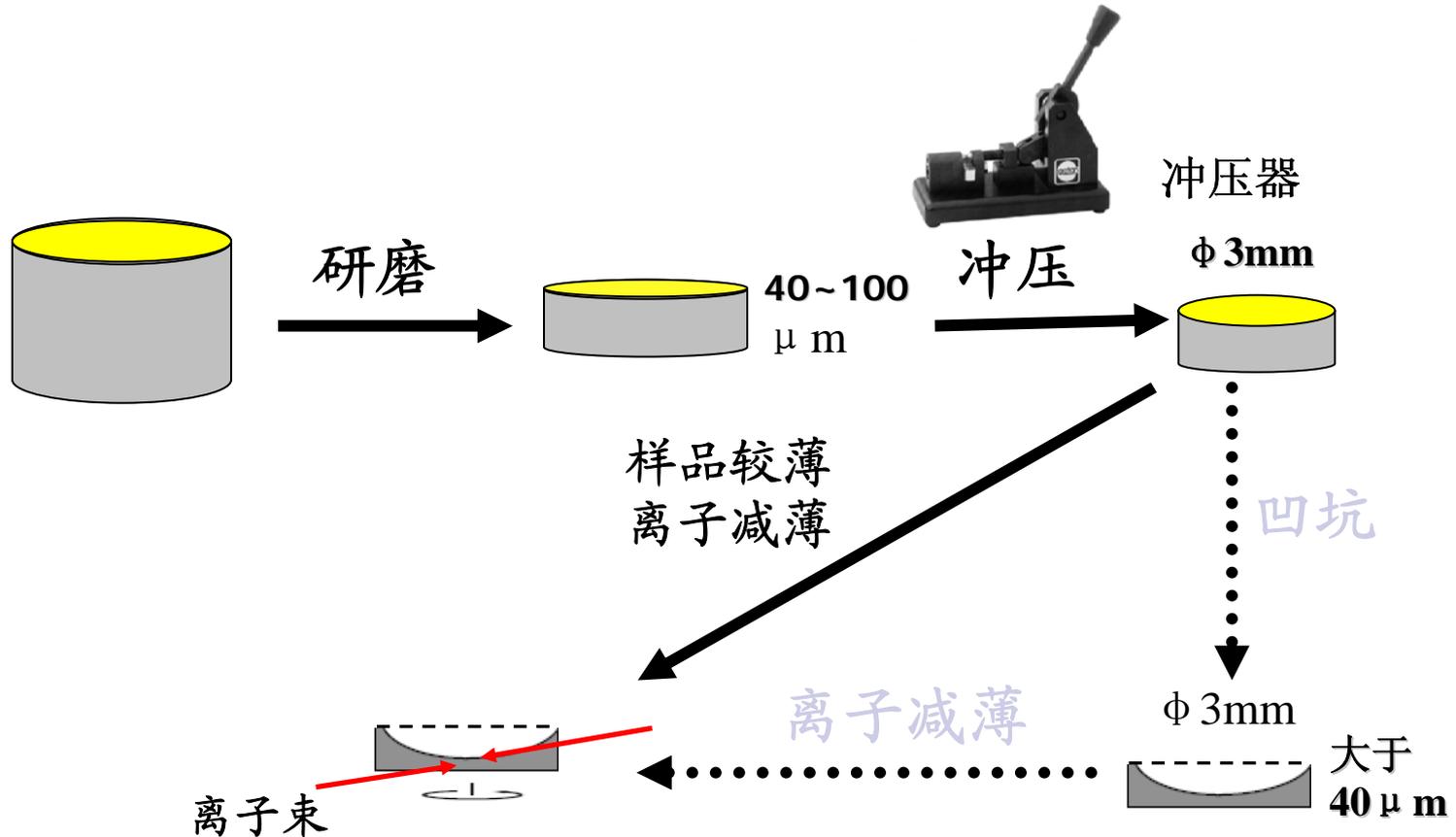
---

### 注意事项:

- 4.1 样品座没有完全升起时，禁止按VENT键，否则会使分子泵运转的状态下，样品室破真空；
- 4.2 注意随时观察样品的减薄情况。

## 二、块体样品

### (二) 塑性样品制样流程图 (金属及其合金等)

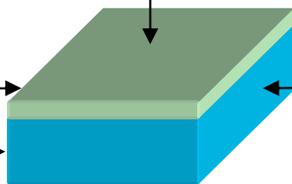


### 三、薄膜样品

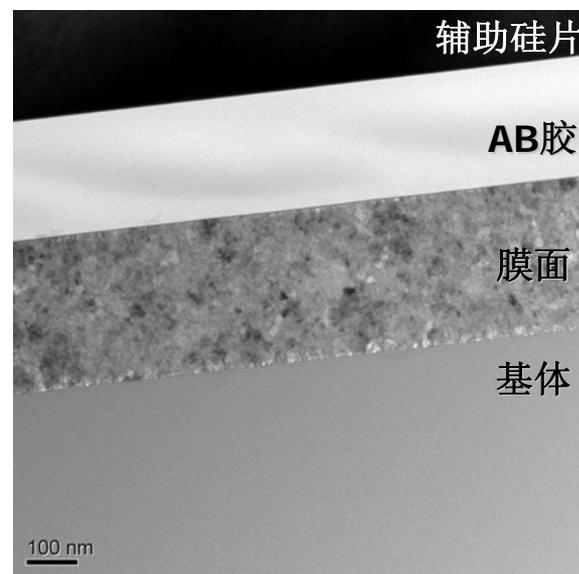
薄膜样品 { 平面样品 块体样品制样流程  
                  { 截面样品 对粘+块体制样流程

**PV:** 膜面观察，膜面的均匀度，缺陷等

生长面  
衬底



**CS:** 生长形态信息，各层的结构，界面结构，缺陷等。



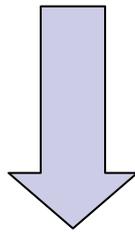
截面样品TEM照片

## 三、薄膜样品

---

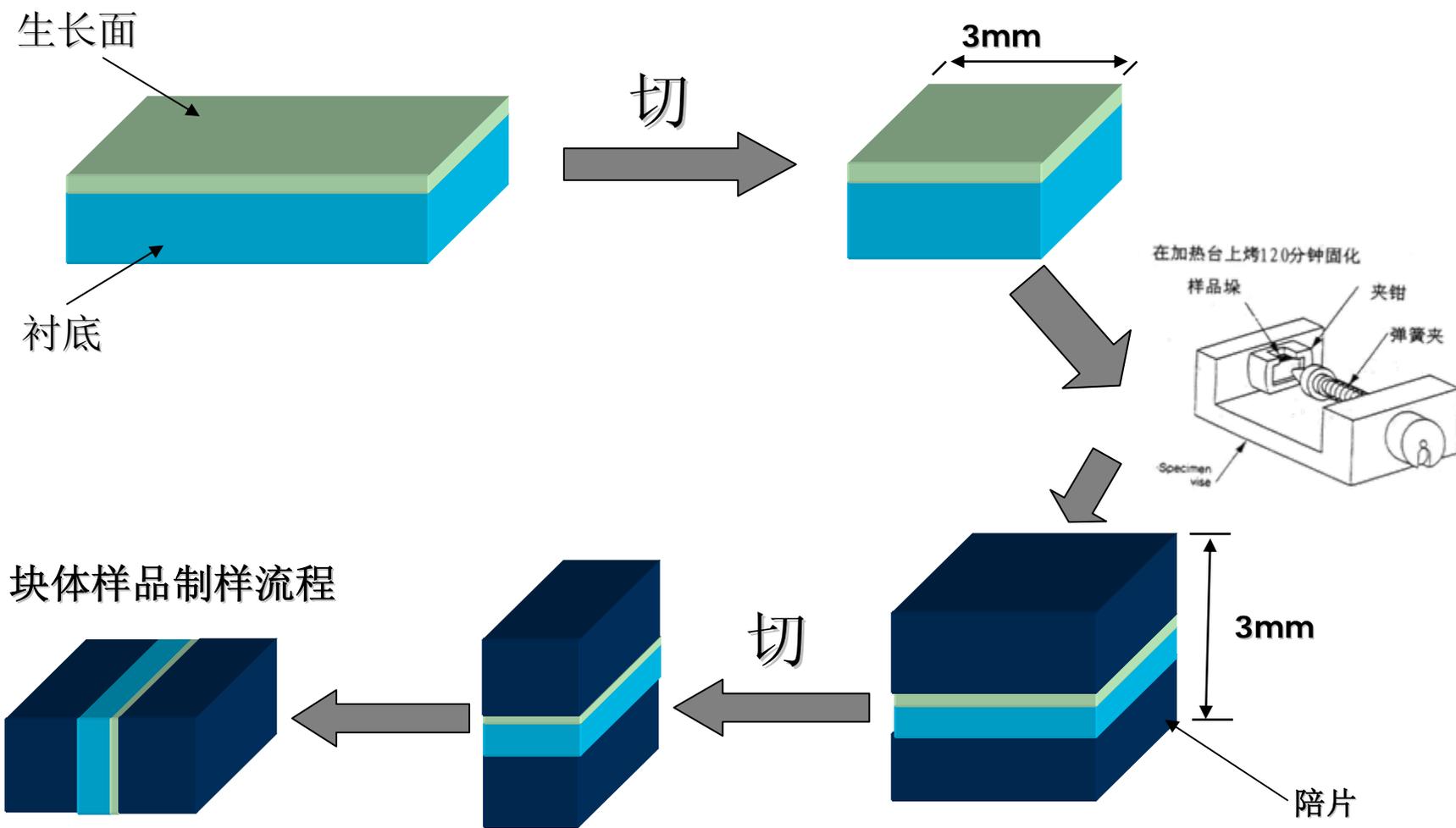
### 截面样品的制备

1. 选样品
2. 样品的清洗处理
3. 加陪片（常用硅片）粘样品



按照块体样品制备的步骤

### 三、薄膜样品



# 几点说明

为了提高测试中心仪器的使用效率、保证分析测试质量，请您在送样之前仔细阅读以下对送检样品的要求：

- 请对具有毒性、腐蚀性、刺激性、易燃、易爆、放射性、磁性等对人员和仪器有害的样品（包括溶剂和分散介质）作出说明，在此对您的合作表示感谢；
- 电子束照射样品所产生的温度很高，为保证灯丝具有较长的寿命，以及镜筒和各级透镜的洁净，对检测样品有一定的要求。低熔点的材料如锡、钼等会产生相变和蒸镀效应以及在电子束照射下会分解或释放出气体的样品及有机物、高分子、磁性材料，有可能造成镜筒的污染，请预约前和我们沟通；
- 如果是易于氧化等特殊情况请先说明，约定时间后请尽快把样品送至实验室。
- 如有疑问，请致电：**86685250**（内线**8250**）。

谢谢大家！