



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111693555 B

(45) 授权公告日 2021.08.10

(21) 申请号 202010556743.2

(22) 申请日 2020.06.18

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 111693555 A

(43) 申请公布日 2020.09.22

(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

专利权人 成都理工大学

(72) 发明人 李瑞 李阳 钟怡江 李雄耀  
刘建忠 王世杰

(74) 专利代理机构 北京中济纬天专利代理有限公司 11429

代理人 郭萍

(51) Int.Cl.

G01N 23/2005 (2018.01)

(56) 对比文件

CN 109694035 A, 2019.04.30

CN 110596430 A, 2019.12.20

CN 1977159 A, 2007.06.06

CN 110057851 A, 2019.07.26

CN 110596427 A, 2019.12.20

审查员 丁晓燕

权利要求书1页 说明书6页 附图3页

(54) 发明名称

一种原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法

(57) 摘要

本发明提供了原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法,将样品置于双束电镜的样品腔中的样品台上,在样品台上安装铜网,密闭样品腔并抽真空,利用扫描电子显微镜功能观察样品的表面形态,找到感兴趣的纳米颗粒团簇区域,保持样品台处于水平状态,依靠静电吸附力将纳米级颗粒吸附到纳米机械手的针尖上,缩回纳米机械手,将铜网移至电子枪的正下方,依靠静电吸附力将针尖上吸附的纳米级颗粒固定至铜网上的铜孔边缘处,取出固定了纳米级颗粒的铜网,即完成制样。本发明可实现对具有复杂结构且无法进行抛光处理的块状样品或稀缺的地外微米级粉末样品中夹带的纳米级颗粒的TEM样品的制备,可应用于行星科学和行星探测的基础研究领域。

1. 一种原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法,其特征在于,步骤如下:

(1) 将样品置于双束电镜的样品腔中的样品台上,将铜网安装在与样品台水平的卡槽内,使铜网与样品台处于同一水平面上,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样品的表面形态,找到感兴趣的纳米颗粒团簇区域;

所述样品是外观凹凸不平、表面物相结构复杂、样品表面无法做抛光前处理的块状样品,并且块状样品上具有纳米级颗粒,纳米级颗粒位于块状样品的表面、缝隙或凹坑中;或者所述样品是微米级粉末状样品,并且粉末状样品上具有纳米级颗粒,纳米级颗粒位于微米级粉末状样品的表面或位于微米级粉末团簇的缝隙中;所述纳米颗粒团簇由多个纳米级颗粒组成,所述纳米级颗粒是指直径不超过100纳米的颗粒;

(2) 在样品台保持水平状态的条件下,将双束电镜配置的纳米机械手伸进样品腔并靠近感兴趣的纳米颗粒团簇区域,纳米颗粒团簇区域中的纳米级颗粒与纳米机械手的针尖表面之间因存在静电吸附力而将纳米级颗粒吸附到纳米机械手的针尖上,当纳米级颗粒吸附到纳米机械手的针尖上之后,缩回纳米机械手;

(3) 将铜网移至电子枪的正下方,将纳米机械手再次伸进样品腔,调整纳米机械手的角度使针尖上吸附的纳米级颗粒处于针尖的下方,然后将吸附有纳米级颗粒的针尖移至铜网上铜孔的边缘位置,使纳米级颗粒与铜孔边缘接触,纳米级颗粒因静电吸附力的作用而吸附至铜孔边缘,之后缩回纳米机械手使针尖远离铜网,纳米级颗粒即脱离纳米机械手的针尖而固定至铜网上;

(4) 从双束电镜的样品腔中取出固定了纳米级颗粒的铜网,即完成复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的制备。

2. 根据权利要求1所述原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法,其特征在于,在完成步骤(3)的操作后,重复步骤(2)~(3)或重复步骤(1)~(3)的操作,从同一感兴趣的纳米颗粒团簇区域的不同位置或者不同感兴趣的纳米颗粒团簇区域中用针尖吸附纳米级颗粒并固定在铜网的不同位置上之后,再进行步骤(4)的操作。

3. 根据权利要求1或2所述原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法,其特征在于,所述铜网是无碳膜铜网。

4. 根据权利要求1或2所述原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法,其特征在于,步骤(2)中,在将双束电镜配置的纳米机械手伸进样品腔之后,通过纳米机械手的位移操作使纳米机械手靠近感兴趣的纳米颗粒团簇区域。

5. 根据权利要求1或2所述原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法,其特征在于,步骤(3)中,通过纳米机械手的旋转微调操作调整纳米机械手的角度使针尖上吸附的纳米级颗粒处于针尖的下方。

## 一种原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM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,涉及利用双束电镜原位制备纳米级颗粒的TEM样品的方法,更具体地,涉及一种原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM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。相对于采用超薄切片机、离子减薄机等制备TEM样品的工艺,采用双束电镜最大的优势在于可以做到原位制备TEM样品。随着基础研究工作对物质微观结构的深入探索和发展的需求,双束电镜制样技术受到了越来越多的关注,尤其是在行星科学、行星探测和地质学领域,采用双束电镜可打破以往的制样瓶颈,可为新的研究方向提供很好的研究思路和技术支持。

[0003] 相对于单相金属材料而言,地质类样品具有普遍不导电、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特点。例如,白云岩中的碳酸钙矿物,因形成机制不同而导致其结构中存在纳米颗粒团簇及立方体结晶这两种不同的形态,且二者按不同的体积比例相间共存;又例如,黄铁矿表面附着有纳米级的金颗粒等。这些都为地质类样品的TEM样品的制样及分析带来了很大的挑战。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,采集回的样品极有可能以月球表面的月壤(微米级)粉末为主,同时也会有纳米级的月尘颗粒样品,月尘极有可能以团簇或者依附于较大尺寸的矿物碎屑岩表面的形式存在。因地质(特别是地外)样品的稀缺和结构的特殊性,如何在尽可能保障样品受到最小损伤的基础上高效获取样品全面的物性信息,选择分析及制样技术尤为关键。

[0004] TEM是获取样品微观结构的有效分析技术之一。对于直径小于100纳米的颗粒样品,若其化学成分和物相分布均匀,通常可将其直接分散于乙醇中,超声分散或离心分层后,将带有样品的乙醇溶液滴至带碳膜的铜网上即可。但对于复杂结构的地质样品而言,首先,部分样品从肉眼可见的外观上来看,其表面结构并非平滑完整,具有类似“山峰起伏”的凹凸形态;其次,这类样品的化学组成和矿物相分布并非均一。若希望对其表面附着的纳米级颗粒或隐藏在微米级块状结构缝隙中的纳米级颗粒团簇进行微观结构的观测,并不能将整个样品研磨至粉末状后处理加工,也不能刮取部分样品,因所需样品区域极小,无法凭肉眼操作,该操作不仅会造成样品的人为损伤,而且会增大制样的失败率。虽然利用FIB技术可实现微区的原位提取加工制样,但常规FIB在制备TEM薄片样品时,在确定感兴趣区域后,需要在感兴趣区域先沉积一层宽度约为2微米的Pt层,其目的是在加工过程中保护下方的样品表面不被破坏,并且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,然后才切断提取出切片,最后还需要对切片减薄,不但操作复杂,而且需要耗费较大体积的样品资源。然而,常规FIB制样流程并不适用于纳米级(直径不超过100纳米)颗

粒的TEM样品制备,因为在溅射Pt和用离子束加工挖坑以及最后的减薄过程中,颗粒之间的缝隙以及颗粒表面都会存在被反溅射的污染风险,从而导致分析时产生的错误信息。因此,对于外观结构复杂且无法进行抛光前处理的块状样品或较大颗粒,特别是稀缺的地外粉末样品,若希望对处于块状样品缝隙中或凹坑中的纳米级颗粒团簇,或者是块状或微米级粉末样品表面带有的纳米级颗粒进行微区分析,因地外粉末样品的量极少,无法用乙醇将其有效分散后制备纳米级颗粒的TEM样品,其TEM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

[0005] 针对现有常规FIB技术制备TEM薄片样品存在的浪费样品资源、加工过程中不能避免样品污染,无法适用于纳米级颗粒样品的不足,本发明提供了一种原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法,以实现具有复杂结构且无法进行抛光处理的块状样品或稀缺的地外微米级粉末样品中夹带的纳米级颗粒的TEM样品的制备。

[0006] 本发明提供的原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法,步骤如下:

[0007] (1) 将样品置于双束电镜的样品腔中的样品台上,将铜网安装在与样品台水平的卡槽内,使铜网与样品台处于同一水平面上,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样品的表面形态,找到感兴趣的纳米颗粒团簇区域;

[0008] 所述样品是外观凹凸不平、表面物相结构复杂、样品表面无法做抛光前处理的块状样品,并且块状样品上具有纳米级颗粒,或者所述样品是微米级粉末状样品,并且粉末状样品上具有纳米级颗粒;所述纳米颗粒团簇由多个纳米颗粒组成;

[0009] (2) 在样品台保持水平状态的前提下,将双束电镜配置的纳米机械手伸进样品腔并靠近感兴趣的纳米颗粒团簇区域,纳米颗粒团簇区域中的纳米级颗粒与纳米机械手的针尖表面之间因存在静电吸附力而将纳米级颗粒吸附到纳米机械手的针尖上,当纳米级颗粒吸附到纳米机械手的针尖上之后,缩回纳米机械手;

[0010] (3) 将铜网移至电子枪的正下方,将纳米机械手再次伸进样品腔,调整纳米机械手的角度使针尖上吸附的纳米级颗粒处于针尖的下方,然后将吸附有纳米级颗粒的针尖移至铜网上铜孔的边缘位置,使纳米级颗粒与铜孔边缘接触,纳米级颗粒因静电吸附力的作用而吸附至铜孔边缘,之后缩回纳米机械手使针尖远离铜网,纳米级颗粒即脱离纳米机械手的针尖而固定至铜网上;

[0011] (4) 从双束电镜的样品腔中取出固定了纳米级颗粒的铜网,即完成复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的制备。

[0012] 上述原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法的技术方案中,根据实际分析需求,在完成步骤(3)的操作后,可重复步骤(2)~(3)或重复步骤(1)~(3)的操作,从同一感兴趣的纳米颗粒团簇区域的不同位置或者不同感兴趣的纳米颗粒团簇区域中用针尖吸附纳米级颗粒并固定在铜网的不同位置上之后,再进行步骤(4)的操作。

[0013] 上述原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法的技术方案中,所述的纳米级颗粒是指直径不超过100纳米的颗粒。

[0014] 上述原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法的技术方案中,所述块状样品上具有纳米级颗粒是指纳米级颗粒位于块状样品的表面、缝隙或凹坑中,所述粉

末状样品上具有纳米级颗粒是指纳米级颗粒位于微米级粉末状样品的表面或位于微米级粉末团簇的缝隙中。

[0015] 上述原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法的技术方案中,所述的复杂结构样品是指样品从宏观上看,具有凹凸不平的表面,样品从微观上看,样品表面物相结构复杂,即表面物相结构分布不均,不同部位的物相结构不同,并且样品中的纳米级颗粒只是分布在样品表面的某些局部位置,通常,只有当样品中的物相分布均匀、当样品被抛光平整之后不会造成某些物相的丢失的情况下,才能对样品进行抛光前处理,但对于本发明涉及的复杂结构样品而言,由于待分析的目标纳米级颗粒只是分布在样品表面的某些局部区域,被抛光平整之后会造成目标纳米级颗粒丢失,因此无法进行抛光前处理。本发明所述的样品是地质类样品。

[0016] 上述原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法的技术方案中,所述铜网是无碳膜铜网,例如可以采用直径为3mm的圆形无碳膜铜网。

[0017] 上述原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法的技术方案的步骤(2)中,在将双束电镜配置的纳米机械手伸进样品腔之后,通过纳米机械手的位移操作使纳米机械手靠近感兴趣的纳米颗粒团簇区域。

[0018] 上述原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法的技术方案的步骤(3)中,通过纳米机械手的旋转微调操作调整纳米机械手的角度使针尖上吸附的纳米级颗粒处于针尖的下方。

[0019] 上述原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法的技术方案中,在完成纳米级颗粒在铜网上的固定后,向样品腔内通入氮气,使样品腔内的压强恢复至大气压,然后打开样品腔,从双束电镜的样品腔中取出固定了纳米级颗粒的铜网,即完成样品中纳米级颗粒的TEM样品的制备。

[0020] 上述原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法的技术方案中,全程不使用Pt源固定样品,所有的接触点均依靠静电吸附力的吸附完成,这能避免因在溅射Pt的过程中造成的样品被反溅射污染的问题,能最大化地减少对样品本身的外来污染;同时,依靠静电吸附力实现纳米级颗粒的提取与固定,对于极度稀缺的地外样品而言,可在保障样品受到最小损伤的基础上高效获取样品全面的物性信息;此外,在整个制样过程中,双束电镜的样品台无须转动,全程保持水平状态,这有利于简化制样的操作流程。

[0021] 与现有技术相比,本发明提供的技术方案产生了以下有益的技术效果:

[0022] 1. 本发明提供了一种原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法,该方法在双束电镜中直接制备TEM样品,适用于对尺寸小于100纳米、夹杂在复杂结构样品中的纳米颗粒团簇制备TEM样品,可最大化的保留样品中纳米级颗粒的完整结构信息,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,不适用于对纳米级颗粒进行制样的问题,特别是现有FIB制样技术无法适用于珍贵稀有地外微米级粉末样品上夹带的纳米级颗粒进行制样的问题。本发明提供的方法可对处于外观结构复杂且无法进行抛光前处理的块状样品或较大颗粒的缝隙中或凹坑中的纳米级颗粒团簇,特别是对稀缺的地外粉末样品上附着的纳米级颗粒(例如月壤或月表碎屑岩表面附着的月尘)进行制样,弥补了现有技术对于复杂结构体系的粗糙样品表面的纳米颗粒团簇的原位制备技术处于空缺状态的不足,可有效地应用于行星科学和行星探测的基础研究领域。

[0023] 2. 本发明提供的原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法,在制样过程中利用纳米级颗粒与纳米机械手的针尖以及铜网之间的静电吸附力实现纳米级颗粒的提取和固定,全程无须采用额外的焊接源,有效避免了因在溅射Pt的过程中造成的样品被反溅射污染的问题,能最大化地减少对样品的外来污染,有利于在TEM分析时得到更准确的分析结果。同时,对于极度稀缺的地外样品而言,本发明的这种纳米级颗粒的提取和固定方式可在保障样品受到最小损伤的基础上高效获取样品全面的物性信息。

[0024] 3. 本发明提供的原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法,将样品和铜网置于同一水平面上,在整个制样的过程中,双束电镜的样品台无须转动,全程保持水平状态,简化了常规FIB制样的操作流程,缩短了制样周期,提高了制样效率。

[0025] 4. 本发明提供的原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法,采用普通的不带碳膜铜网即可实现制样,与常规FIB制样时采用的FIB专用半圆形铜网相对比,普通铜网的成本仅为FIB专用铜网的1/10,大大节约了耗材成本。

## 附图说明

[0026] 图1是本发明利用双束电镜在样品表面提取纳米级颗粒的示意图。

[0027] 图2是本发明在铜网上固定纳米级颗粒的示意图。

[0028] 图1~2中,1-样品、2-纳米机械手的针尖、3-纳米颗粒团簇区域、4-样品托、5-纳米级颗粒、6-铜网。

[0029] 图3是实施例1中的白云岩实物外观图。

[0030] 图4是实施例1中白云岩样品中纳米级颗粒的TEM制样过程的图片。

[0031] 图5是实施例2中模拟月壤样品中纳米级颗粒的TEM制样过程的图片。

[0032] 图6是实施例3中SiO<sub>2</sub>粉末样品中纳米级颗粒的TEM制样过程的图片。

## 具体实施方式

[0033] 以下通过实施例对本发明所述原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品的方法作进一步说明。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,仍属于本发明保护的范围。

[0034] 下述各实施例中,所采用的双束电镜由FEI公司生产,型号为Scios;纳米机械手为双束电镜仪器自带的操作配件。所采用的铜网为常规的直径为3mm的圆形铜网,铜网上不带碳膜,为TEM分析的常规耗材,可直接从市面上购买。

[0035] 实施例1

[0036] 本实施例中,利用双束电镜原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品,利用双束电镜在样品表面提取纳米级颗粒以及在铜网上固定纳米级颗粒的示意图如图1~2所示,具体步骤如下:

[0037] (1) 本实施例中采用的样品为白云岩块状样品,其形状不规则、外观凹凸不平、表面物相结构复杂,表面不同部位的成分和形态有差异,样品表面无法做抛光前处理,并且样品上具有纳米级颗粒,这些纳米级颗粒聚集在一起形成了纳米颗粒团簇。

[0038] 将样品用碳导电胶带和铜导电胶带固定在样品托上,如图3所示,然后将样品托置

于双束电镜的样品腔中的样品台上,将铜网安装在与样品台水平的卡槽内,使铜网与样品台处于同一水平面上,密闭样品腔并对样品腔抽真空,待样品腔的真空度达到要求后,利用双束电镜的扫描电子显微镜功能观察样品的表面形态,找到感兴趣的纳米颗粒团簇区域,如图4的(A)图所示,由该图也可以看出这些纳米级颗粒位于块状样品中的一些正方体的晶体的间隙之间并堆积形成了纳米颗粒团簇。

[0039] (2) 在样品台保持水平状态的情况下,将双束电镜配置的纳米机械手伸进样品腔,通过位移操作使纳米机械手的针尖靠近感兴趣的纳米颗粒团簇区域,纳米颗粒团簇区域中的纳米级颗粒与纳米机械手的针尖表面之间因存在静电吸附力而将纳米级颗粒吸附到纳米机械手的针尖上,如图4的(B)图所示,当纳米级颗粒吸附到纳米机械手的针尖上之后,缩回纳米机械手。

[0040] (3) 将铜网的位置移至电子枪的正下方,将纳米机械手再次伸进样品腔,通过纳米机械手的旋转微调操作调整纳米机械手的角度,使针尖上吸附的纳米级颗粒处于针尖的下方,然后将吸附有纳米级颗粒的针尖移至铜网上铜孔的边缘位置,使纳米级颗粒与铜孔边缘接触,纳米级颗粒因静电吸附力的作用而吸附至铜孔边缘,如图4的(C)图所示,之后缩回纳米机械手使针尖远离铜网,纳米级颗粒即脱离纳米机械手的针尖而固定至铜网上,如图4的(D)图所示,由图4的(D)图可知,纳米级颗粒成功地固定在了铜网上。

[0041] (4) 在步骤(3)的操作结束后,向样品腔内通入氮气,使样品腔内的压强恢复至大气压,然后打开样品腔,从双束电镜的样品腔中取出固定了纳米级颗粒的铜网,即完成样品中纳米级颗粒的TEM样品的制备。

#### [0042] 实施例2

[0043] 本实施例中,利用双束电镜原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品,步骤如下:

[0044] (1) 本实施例中采用的样品为模拟月壤样品,为了保证原位提取,样品不适于用酒精分散处理,并且样品上具有纳米级颗粒,这些纳米级颗粒聚集在一起形成了纳米颗粒团簇。

[0045] 将样品用碳导电胶带固定在样品托上,然后将样品托置于双束电镜的样品腔中的样品台上,将铜网安装在与样品台水平的卡槽内,使铜网与样品台处于同一水平面上,密闭样品腔并对样品腔抽真空,待样品腔的真空度达到要求后,利用双束电镜的扫描电子显微镜功能观察样品的表面形态,找到感兴趣的纳米颗粒团簇区域,如图5的(A)图所示,由该图也可以看出这些纳米级颗粒位于块状样品的表面及缝隙中,并堆积形成了纳米颗粒团簇。

[0046] (2) 在样品台保持水平状态的情况下,将双束电镜配置的纳米机械手伸进样品腔,通过位移操作使纳米机械手的针尖靠近感兴趣的纳米颗粒团簇区域,纳米颗粒团簇区域中的纳米级颗粒与纳米机械手的针尖表面之间因存在静电吸附力而将纳米级颗粒吸附到纳米机械手的针尖上,如图5的(B)图所示,当纳米级颗粒吸附到纳米机械手的针尖上之后,缩回纳米机械手。

[0047] (3) 将铜网的位置移至电子枪的正下方,将纳米机械手再次伸进样品腔,通过纳米机械手的旋转微调操作调整纳米机械手的角度,使针尖上吸附的纳米级颗粒处于针尖的下方,如图5的(C)图所示,然后将吸附有纳米级颗粒的针尖移至铜网上铜孔的边缘位置,使纳米级颗粒与铜孔边缘接触,纳米级颗粒因静电吸附力的作用而吸附至铜孔边缘,之后缩回

纳米机械手使针尖远离铜网,纳米级颗粒即脱离纳米机械手的针尖而固定至铜网上,如图5的(D)图所示,由图5的(D)图可知,纳米级颗粒成功地固定在了铜网上。

[0048] (4) 在步骤(3)的操作结束后,向样品腔内通入氮气,使样品腔内的压强恢复至大气压,然后打开样品腔,从双束电镜的样品腔中取出固定了纳米级颗粒的铜网,即完成样品中纳米级颗粒的TEM样品的制备。

[0049] 实施例3

[0050] 本实施例中,利用双束电镜原位制备复杂结构样品中纳米级颗粒的TEM样品,步骤如下:

[0051] (1) 本实施例中采用的样品微米级SiO<sub>2</sub>粉末样品,该粉末状样品的表面具有纳米级颗粒,这些纳米级颗粒聚集在一起形成了纳米颗粒团簇。

[0052] 将样品固定在样品托上,然后将样品托置于双束电镜的样品腔中的样品台上,将铜网安装在与样品台水平的卡槽内,使铜网与样品台处于同一水平面上,密闭样品腔并对样品腔抽真空,待样品腔的真空度达到要求后,利用双束电镜的扫描电子显微镜功能观察样品的表面形态,找到感兴趣的纳米颗粒团簇区域,如图6的(A)图所示,由该图也可以看出这些纳米级颗粒位于块微米级颗粒的表面,并堆积形成了纳米颗粒团簇。

[0053] (2) 在样品台保持水平状态的条件下,将双束电镜配置的纳米机械手伸进样品腔,通过位移操作使纳米机械手的针尖靠近感兴趣的纳米颗粒团簇区域,纳米颗粒团簇区域中的纳米级颗粒与纳米机械手的针尖表面之间因存在静电吸附力而将纳米级颗粒吸附到纳米机械手的针尖上,当纳米级颗粒吸附到纳米机械手的针尖上之后,缩回纳米机械手。

[0054] (3) 将铜网的位置移至电子枪的正下方,将纳米机械手再次伸进样品腔,通过纳米机械手的旋转微调操作调整纳米机械手的角度,使针尖上吸附的纳米级颗粒处于针尖的下方,然后将吸附有纳米级颗粒的针尖移至铜网上铜孔的边缘位置,使纳米级颗粒与铜孔边缘接触,纳米级颗粒因静电吸附力的作用而吸附至铜孔边缘,如图6的(B)图所示,之后缩回纳米机械手使针尖远离铜网,纳米级颗粒即脱离纳米机械手的针尖而固定至铜网上,如图6的(C)图所示,由图6的(C)图可知,纳米级颗粒成功地固定在了铜网上。

[0055] (4) 重复步骤(1)~(3)的操作,从不同感兴趣的纳米颗粒团簇区域中用针尖吸附纳米级颗粒并固定在铜网的不同位置上,如图6的(D)图所示。

[0056] (5) 在步骤(4)的操作结束后,向样品腔内通入氮气,使样品腔内的压强恢复至大气压,然后打开样品腔,从双束电镜的样品腔中取出固定了纳米级颗粒的铜网,即完成样品中纳米级颗粒的TEM样品的制备。

[0057] 本发明受中国科学院战略性先导科技专项和国家自然科学基金项目资助,中国科学院战略性先导科技专项编号:XDB41000000,国家自然科学基金项目号:41931077,41673071。

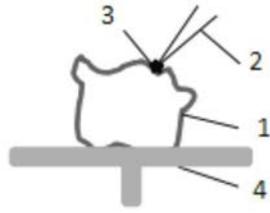


图1

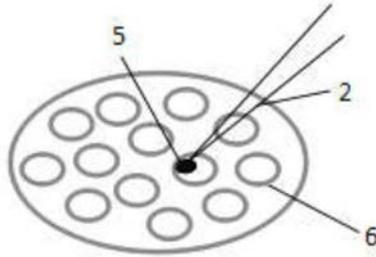


图2



图3

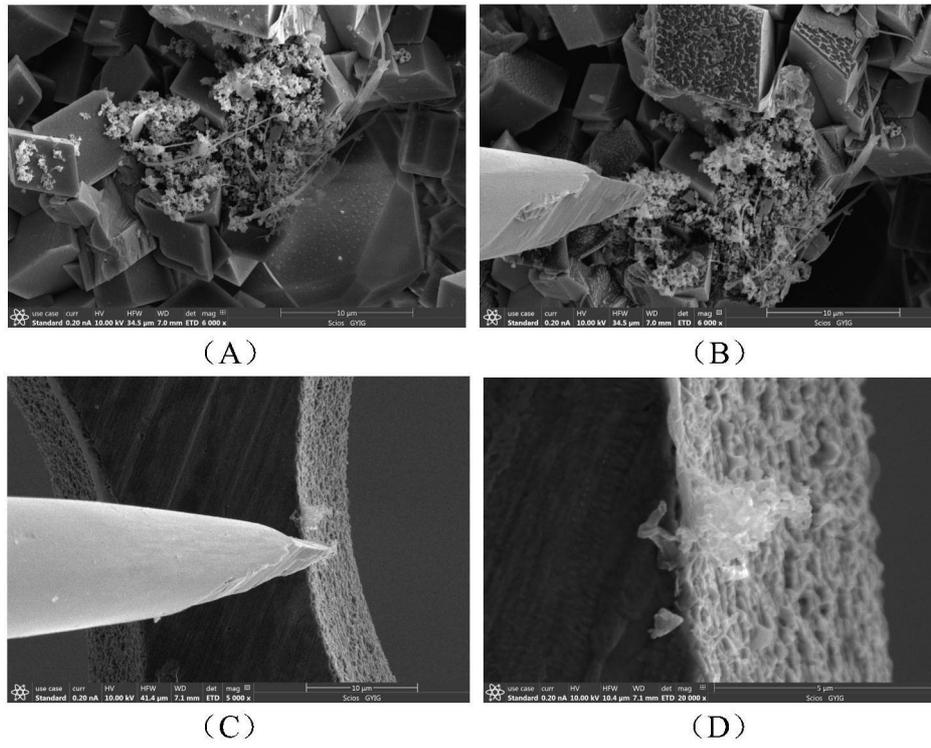


图4

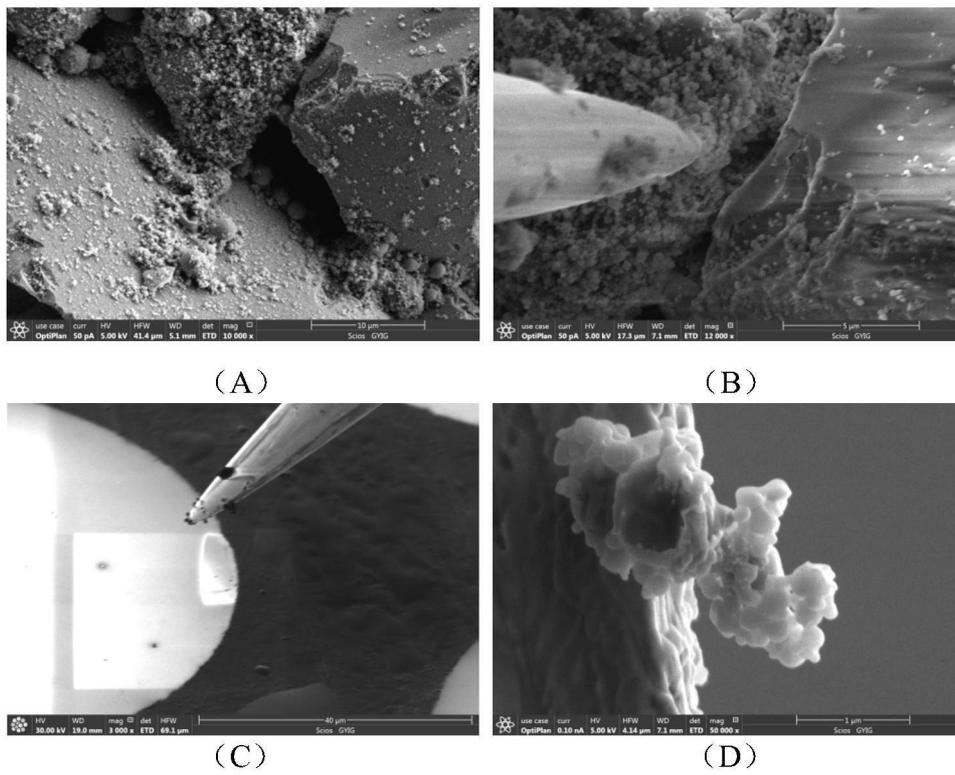


图5

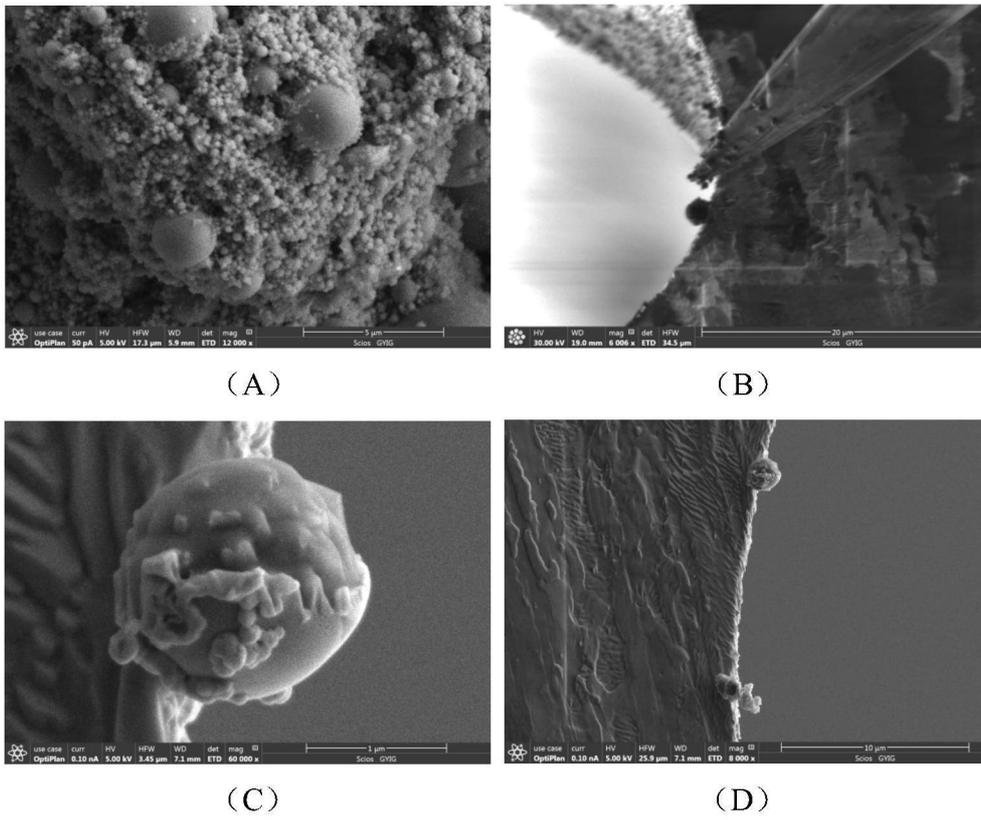


图6