



# (12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108519396 A

(43)申请公布日 2018.09.11

(21)申请号 201810385243.X

(22)申请日 2018.04.26

(71)申请人 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 莫冰 李阳 李雄耀 王世杰  
李瑞 于雯 金宏

(74)专利代理机构 北京众合诚成知识产权代理有限公司 11246

代理人 夏艳

(51)Int.Cl.  
G01N 23/2202(2018.01)

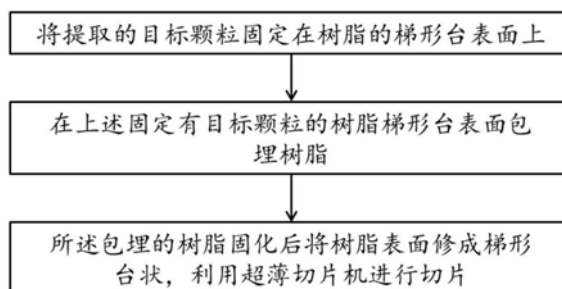
权利要求书1页 说明书3页 附图2页

## (54)发明名称

一种超薄切片的制备方法

## (57)摘要

本发明提供一种超薄切片的制备方法,包括以下步骤:将提取的目标颗粒固定在树脂的梯形台表面上;在上述固定有目标颗粒的树脂梯形台表面包埋树脂;所述包埋的树脂固化后将树脂表面修成梯形台状,利用超薄切片机进行切片,本发明所述制备方法由单个颗粒制备多片超薄切片,能够充分利用样品,只需少量的样品即可实现对样品的多种表征,有助于科研成果的最大化,该方法制备的超薄切片表面没有离子损伤,能够获得高质量的TEM高分辨像照片。



1. 一种超薄切片的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

- (1) 将提取的目标颗粒固定在树脂的梯形台表面上;
- (2) 在上述固定有目标颗粒的树脂梯形台表面包埋树脂;
- (3) 所述包埋的树脂固化后将树脂表面修成梯形台状,利用超薄切片机进行切片。

2. 根据权利要求1所述的一种超薄切片的制备方法,其特征在于,所述目标颗粒的粒径 $\leq 15\mu\text{m}$ 。

3. 根据权利要求1所述的一种超薄切片的制备方法,其特征在于,步骤(1)中当原位提取大块样品中的颗粒时,所述目标颗粒的提取方法是:在聚焦离子束下用Pt保护在样品上选定的目标颗粒的表面,然后用聚焦离子束在样品两端剥蚀,再用纳米机械手将目标颗粒提取出来。

4. 根据权利要求1所述的一种超薄切片的制备方法,其特征在于,步骤(1)中当从粉末样品中提取颗粒时,所述目标颗粒的提取方法是:在粉末样品中选定目标颗粒,用纳米机械手将所述目标颗粒提取出来。

5. 根据权利要求1所述的一种超薄切片的制备方法,其特征在于,步骤(1)中当样品为单个颗粒时,所述目标颗粒的提取方法是用纳米机械手将所述样品微颗粒提取出来。

6. 根据权利要求1所述的一种超薄切片的制备方法,其特征在于,步骤(1)中所述目标颗粒的固定方法是:用纳米机械手将所述目标颗粒放置在树脂梯形台表面上,再用Pt将所述目标颗粒焊在梯形台表面上。

7. 根据权利要求1所述的一种超薄切片的制备方法,其特征在于,所述树脂为低粘度树脂。

8. 根据权利要求7所述的一种超薄切片的制备方法,其特征在于,所述低粘度树脂为ERL4221、DER736、NAS和DMAE四种树脂的混合物。

9. 根据权利要求1所述的一种超薄切片的制备方法,其特征在于,所述树脂的梯形台表面是在显微镜下用刀片将树脂表面修成梯形台状制备的。

## 一种超薄切片的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于显微分析领域,具体是一种超薄切片的制备方法。

### 背景技术

[0002] 透射电子显微镜(TEM)是把经加速和聚集的电子束投射到非常薄的样品上,由于电子的德布罗意波长非常短,透射电子显微镜的分辨率可以达到0.1~0.2nm。因此,使用透射电子显微镜可以观察样品的精细结构,甚至可以用于观察仅仅一列原子的结构。TEM要求被分析的样品厚度小于100nm,因此将TEM应用于岩石、矿物等样品的研究中最关键的问题就是超薄样品的制备。另外,对于珍贵或稀有样品(如月壤、月尘等)如何利用尽量少的样品获得最多、更完善的科研成果也是非常关键的问题。

[0003] 目前超薄切片的制备方法主要有三种:1、离子减薄法—可制备大块样品的非原位、部分超薄的切片,不适用于单个微颗粒的减薄;2、聚焦离子束—可用于单个颗粒的减薄,其原理是通过高能离子束对样品表面进行剥蚀最终获得超薄样品,但其对于样品的损耗是不可逆的,一个颗粒仅能获得一片超薄切片,而且切片的薄片表面会有纳米级的非晶层,导致TEM高分辨像效果不佳;3、超薄切片机法—用于制备粉末(大量单个微颗粒的组合)样品的超薄切片,不能制备单个颗粒的超薄切片,因此有必要发展一种由单个颗粒制备多片超薄切片的新方法。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的在于解决上述现有技术中存在的问题,提供一种超薄切片的制备方法,该制备方法能够由单个颗粒制备多片超薄切片。

[0005] 为实现上述发明目的,本发明所采用的技术方案是:

[0006] 一种超薄切片的制备方法,包括以下步骤:

[0007] (1) 将提取的目标颗粒固定在树脂的梯形台表面上;

[0008] (2) 在上述固定有目标颗粒的树脂梯形台表面包埋树脂;

[0009] (3) 所述包埋的树脂固化后将树脂表面修成梯形台状,利用超薄切片机进行切片。

[0010] 优选的,所述目标颗粒的粒径 $\leq 15\mu\text{m}$ 。

[0011] 优选的,步骤(1)中当原位提取大块样品中的颗粒时,所述目标颗粒的提取方法是:在聚焦离子束下用Pt保护在样品上选定的目标颗粒的表面,然后用聚焦离子束在样品两端剥蚀,再用纳米机械手将目标颗粒提取出来。

[0012] 优选的,步骤(1)中当从粉末样品中提取颗粒时,所述目标颗粒的提取方法是:在粉末样品中选定目标颗粒,用纳米机械手将所述目标颗粒提取出来。

[0013] 优选的,步骤(1)中当样品为单个颗粒时,所述目标颗粒的提取方法是用纳米机械手将所述样品颗粒提取出来。

[0014] 优选的,步骤(1)中所述目标颗粒的固定方法是:用纳米机械手将所述目标颗粒放置在树脂梯形台表面上,再用Pt将所述目标颗粒焊在梯形台表面上。

[0015] 优选的,所述树脂为低粘度树脂。

[0016] 优选的,所述低粘度树脂为ERL4221、DER736、NAS和DMAE四种树脂的混合物。

[0017] 优选的,所述树脂的梯形台表面是在显微镜下用刀片将树脂表面修成梯形台状制备的。

[0018] 本发明的有益效果是:本发明提供的制备方法是由单个颗粒制备多片超薄切片,能够充分利用样品,只需少量的样品即可实现对样品的多种表征,有助于科研成果的最大化;此外,该方法制备的超薄切片表面没有离子损伤,能够获得高质量的TEM高分辨像照片。

## 附图说明

[0019] 图1.本发明所述超薄切片制备方法的流程图;

[0020] 图2.树脂的梯形台顶端的SEM照片;

[0021] 图3.制备的超薄切片的STEM照片;

[0022] 图4.制备的超薄切片的TEM照片(左)及HRTEM照片(右)。

## 具体实施方式

[0023] 为使本发明的目的、技术方案和优点更加清楚,下面本发明中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有作出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0024] 实施例1

[0025] 如图1所示,本发明所述超薄切片的制备方法,包括以下步骤:

[0026] 1.在聚焦离子束下用Pt保护在大块样品上选定的目标颗粒的表面,然后用聚焦离子束在样品两端剥蚀,再用纳米机械手将目标颗粒提取出来,放置在树脂的梯形台表面后用Pt将目标颗粒焊在梯形台表面上;所述目标颗粒的粒径 $\leq 15\mu\text{m}$ ;

[0027] 2.在上述固定有目标颗粒的树脂梯形台表面包埋树脂;

[0028] 3.所述包埋的树脂固化后将树脂表面修成梯形台状,利用超薄切片机进行切片。

[0029] 所述树脂为低粘度混合树脂,为ERL4221、DER736、NAS和DMAE四种树脂的混合物。

[0030] 如图2所示,所述树脂的梯形台表面是在显微镜下用刀片将树脂表面修成梯形台状制备的。

[0031] 实施例2

[0032] 如图1所示,本发明所述超薄切片的制备方法,包括以下步骤:

[0033] 1.在粉末样品中选定目标颗粒,用纳米机械手将目标颗粒提取出来,放置在树脂的梯形台表面后用Pt将目标颗粒焊在梯形台表面上;所述目标颗粒的粒径 $\leq 15\mu\text{m}$ ;

[0034] 2.在上述固定有目标颗粒的树脂梯形台表面包埋树脂;

[0035] 3.所述包埋的树脂固化后将树脂表面修成梯形台状,利用超薄切片机进行切片。

[0036] 所述树脂为低粘度混合树脂,为ERL4221、DER736、NAS和DMAE四种树脂的混合物。

[0037] 如图2所示,所述树脂的梯形台表面是在显微镜下用刀片将树脂表面修成梯形台状制备的。

[0038] 所制备的超薄切片可用于STEM分析(图3)和TEM分析,并能获得高质量的高分辨照

片(图4),可测量其晶格间距获得结构信息;所制备的超薄切片还可用于其他分析,如俄歇电子能谱等。

[0039] 最后应说明的是:以上实施例仅用以说明本发明的技术方案,而非对其限制;尽管参照前述实施例对本发明进行了详细的说明,本领域的普通技术人员应当理解:其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分技术特征进行等同替换;而这些修改或者替换,并不使相应技术方案的本质脱离本发明各实施例技术方案的精神和范围。

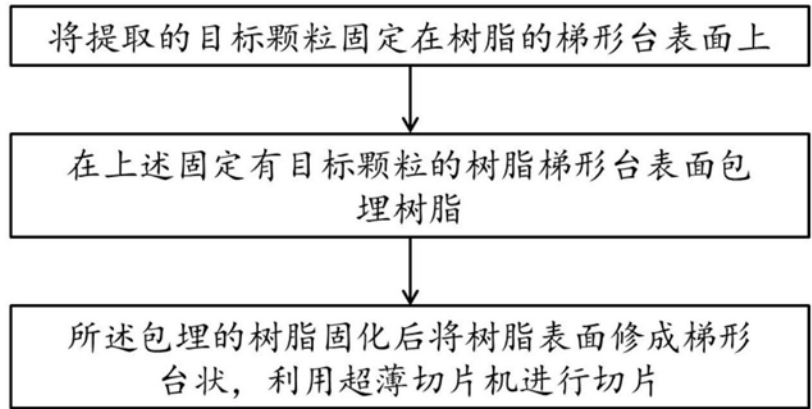


图1

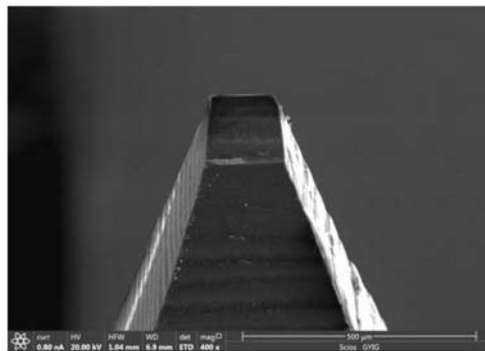


图2

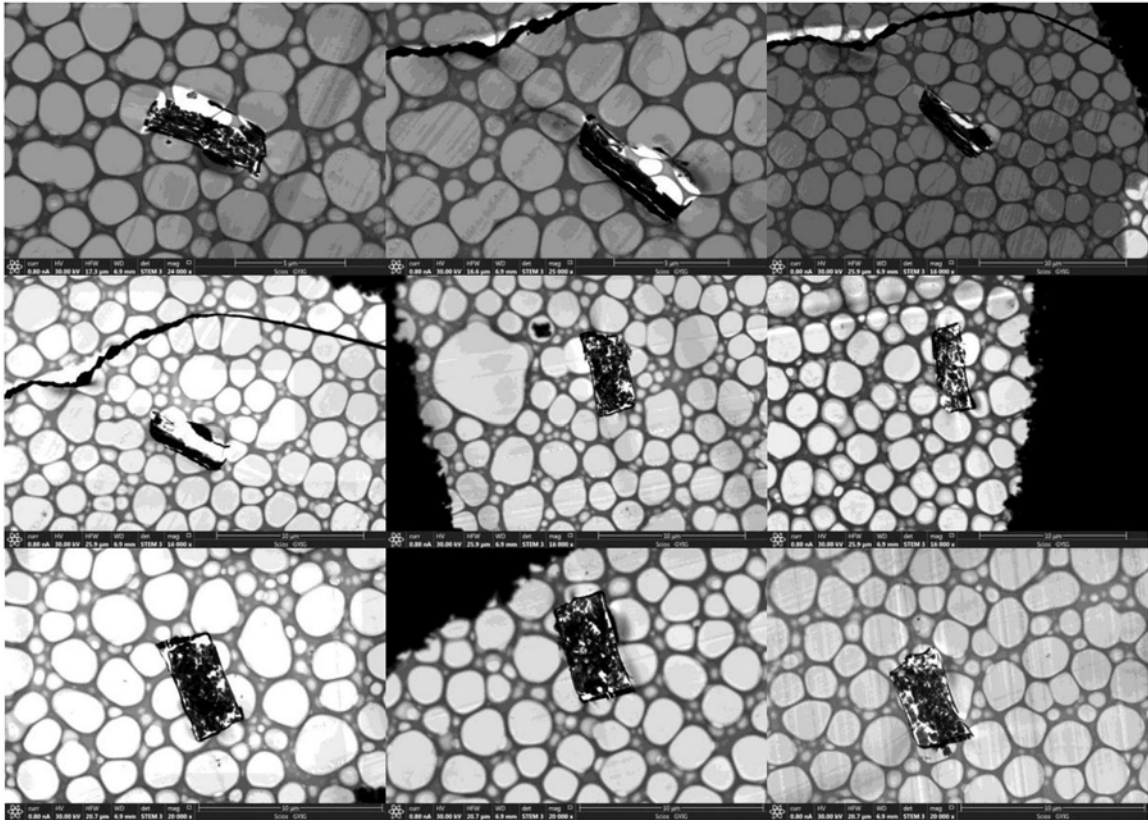


图3

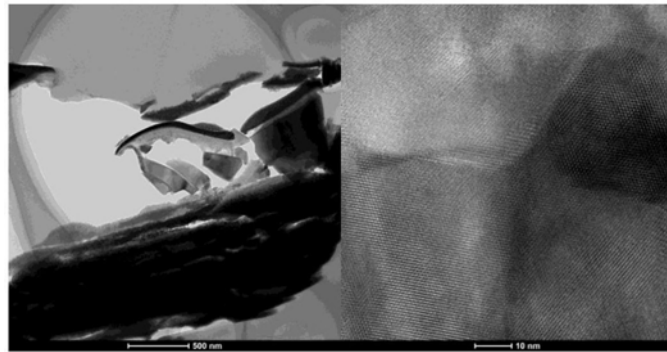


图4