

TEM 制样仪器系列

Redesign 再设计 > 追求场景 BKM 解决方案



<http://www.suproinst.com>

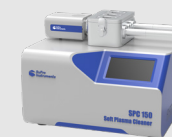
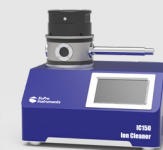
TEM 制样面临更大的挑战

随着透射电子显微镜（TEM）技术的飞速发展，其在材料科学、纳米技术、生物学等领域的应用日益广泛。然而，TEM 样品制备过程中面临的问题也逐渐凸显，因此对样品制备仪器和工艺方案提出了更高的挑战。

在 TEM 样品制备的过程中，样品及支持膜的破裂、变形以及污染等问题至关重要，这些因素直接影响着后续 TEM 成像的清晰度和分析结果的准确性。如何在保证样品充分清洁的前提下，又不破坏其结构或支持膜（特别是超薄碳膜）的完整性，是我们必须解决的难题。此外，样品杆的真空存储、载网的亲水化处理等问题也需同时考虑。

为了应对诸如上述 TEM 样品制备过程中的关键问题，我们开发了一系列智能便捷的制样仪器，力求提供可靠的 BKM（Best Known Method）解决方案，助力您在科学研究和工程应用中取得更卓越的成就。

等离子体清洗 / 亲水化处理



TEM 样品杆存储



场发射 TEM 场景

等离子体清洗仪 IC150

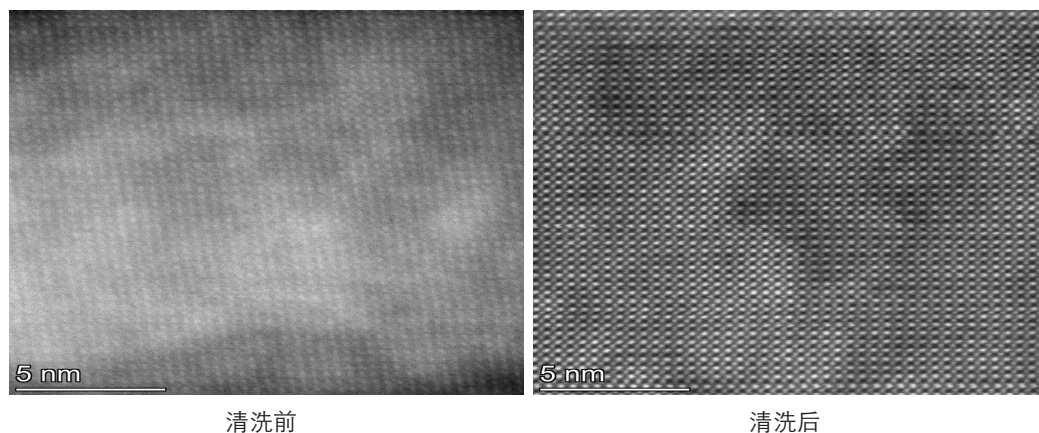
TEM 样品 / 样品杆清洗

TEM 样品杆或样品如果暴露在空气中或存储不当，容易产生有机污染，如果继续将其置于 TEM 腔室内，不仅会影响成像质量，而且对 TEM 腔室也会造成污染。

等离子体清洗仪 IC150, 通过 RF 射频电源将通入的空气离化, 离化后产生的氧活性自由基、臭氧及氧等离子体等强氧化粒子与样品表面有机污染物发生化学反应, 生成 CO_2 和 H_2O 等气体并被真空泵组抽出, 最终实现样品杆或样品表面有机污染物清洗之目的。



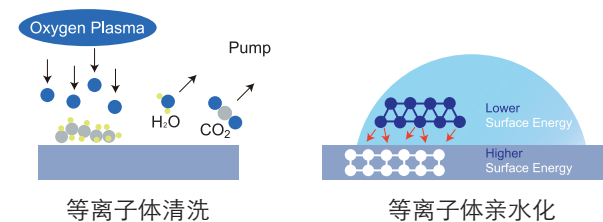
- ★ TEM 样品及样品杆清洗
- ★ 载网 / 样品表面亲水化处理
- ★ 空气气源, 无需额外引入气体
- ★ 高性能真空干泵, 无油高效
- ★ 设计紧凑, 性价比高



$\text{BaFeO}_3/\text{SrTiO}_3$ 样品在 IC150 清洗前由于积碳问题导致成像模糊, 样品清洗后无积碳现象, 成像分辨率及衬度提高。

载网 / 样品亲水化处理

IC150 离化空气产生的等离子体与样品表面作用, 可以提高样品表面能, 实现表面由疏水性到亲水性的转变。

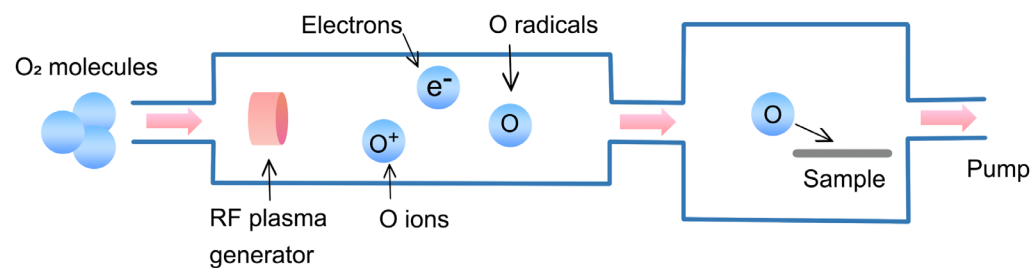


球差校正 TEM 场景

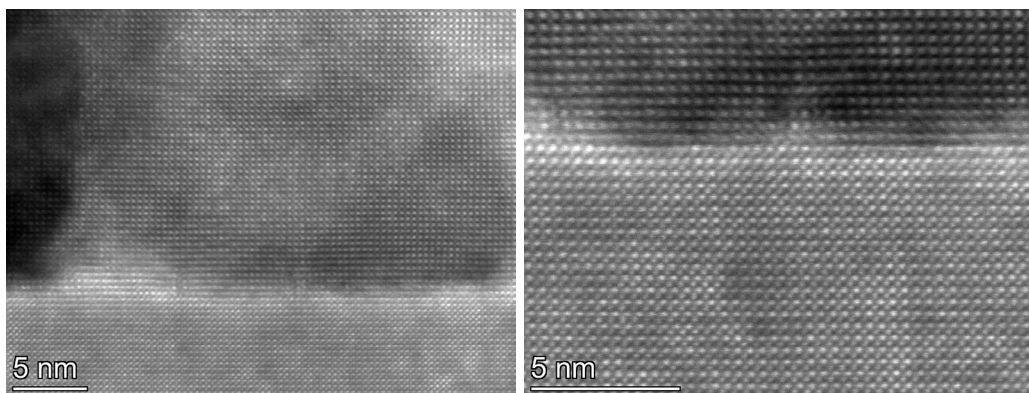
超薄碳膜碳氢污染清洗

对于分散性很好的纳米材料，超薄碳膜作为支持膜在球差校正 TEM 下观察，可以得到更好的成像效果，但超薄碳膜的碳氢污染清洗却是制样过程中的一个难题。

SPC150 是一款高真空等离子体清洗机，三个气路 MFC 可以精确控制气体流量，且离子源和样品仓之间设有栅网，可以起到更柔和的清洗效果，特别适用于超薄碳膜等样品的碳氢污染清洗。



SPC 氧气清洗原理图



清洗后

清洗后

BaFeO₃/SrTiO₃ 样品经过 SPC150 清洗处理后，膜基界面更加清晰，STEM-HAADF 图像质量获得极大提高。

高真空等离子体清洗机 SPC150



- ★ 超薄碳膜碳氢污染清洗
- ★ TEM 样品等离子体处理
- ★ 特色硅污染清洗

- ★ 原位 TEM 样品杆真空检漏
- ★ 远程 RF 射频离子源：等离子体温和清洗
- ★ 离子清洗分区处理：强处理区 / 弱处理区
- ★ 三个工位，兼容各型号 TEM 样品杆
- ★ 三路 MFC 流量精确控制，可通入 Ar、O₂ 和 H₂ 等气体，工艺拓展性强
- ★ 无油高真空机组，极限真空 < 5*10⁻⁵Pa 量级

SPC150 应用案例

TEM 样品等离子体处理

利用空气产生的等离子体对于易氧化的 TEM 样品进行清洗，无疑会造成样品改性，SPC150 可以将通入的 H_2 离化，利用离化后产生的 H 活性自由基、H 等离子体等强还原性粒子与样品表面有机污染物发生化学反应，最终实现样品表面有机污染物清洗之目的。

氢等离子体处理不仅适用于易氧化 TEM 样品的有机污染物清洗，且可实现材料表面氢掺杂改性。

SPC 还可实现原位 TEM 样品杆或 Cell 芯片等离子体处理、原位 TEM 样品杆真空检漏功能。

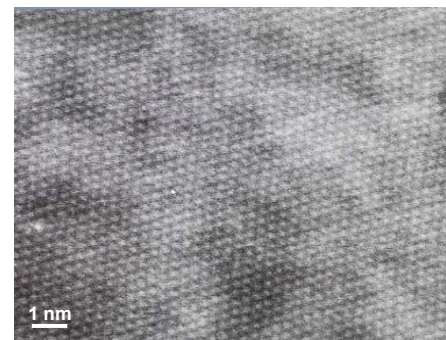
特色硅污染清洗

TEM 样品中还普遍存在一种硅污染，它可能来自样品的合成、制备、存储和转移等环节，成为 TEM 成像、检测和分析的干扰因素，常规等离子体清洗并不能将其轻松去除。

我们的合作伙伴 * 提出了一种新方法， SF_6 和 O_2 可以作为良好的混合工艺气体将 TEM 样品表面硅污染以及碳氢污染有效去除，这项技术对于球差校正的 STEM 是非常必要的。

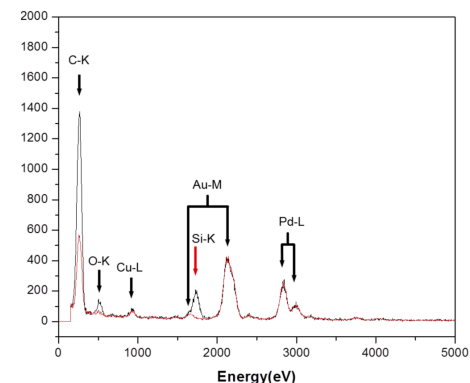
SPC150 设有三个气路，MFC 可精确控制气体流量，RF 远程等离子体设计加持强弱分区处理功能，可以使等离子更温和，在保证碳膜不破损的情况下实现硅污染和碳氢污染的双重清洗。

* Dong Sheng He, Removal of silicon-containing contaminants from TEM specimens. Ultramicroscopy 253 (2023) 113797.



MoS₂ 样品等离子体清洗后 STEM 图像

MoS₂ 样品通过等离子清洗后，STEM 成像经历调焦和长时间成像无“积碳”发白问题出现。



等离子体清洗前后 EDS 对比图

Au-Pd 合金样品经过 1min SF_6/O_2 等离子体清洗后，Si 污染和 C 污染均已消除，且碳支持膜完好无损。

冷冻 TEM 场景

辉光放电仪
Coolglow

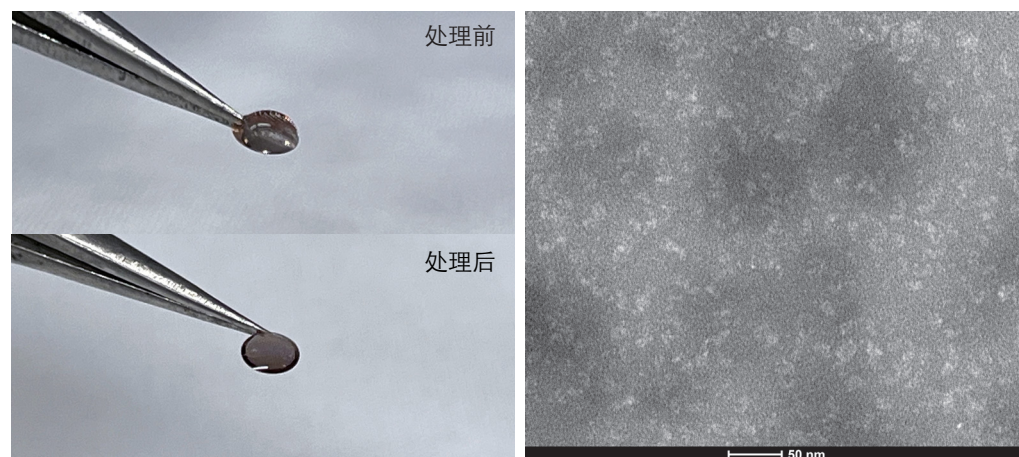
冷冻 TEM 载网亲水化处理

随着对成像应用的需求日益增加，使用干净且质量一致的 TEM 载网比以往更加重要。

Coolglow 是一款结构紧凑、易于使用的辉光放电仪，采用高性能机械泵快速产生一个 $< 50\text{Pa}$ 量级真空压强，然后通过射频电源将空气离化，实现载网表面从疏水化到亲水化的转变，使得极性悬浮液样品在碳膜上分散更均匀。射频电源具有效率高，等离子体更温和 ($< 15\text{eV}$)，重复性好的特点，从而可以产生高可靠和可重复的结果。

样品表面等离子体清洗

Coolglow 还可以对样品表面进行等离子体清洗，从而消除成像过程中的积碳现象。



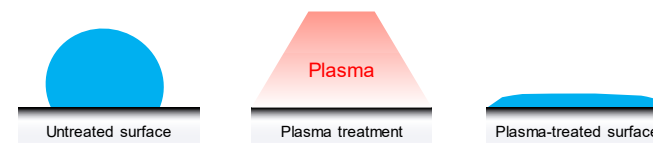
载网等离子体处理前后对比

载网亲水化后蛋白复合物负染 TEM 图像

载网经过 Coolglow 等离子体处理后，由疏水性转变为亲水性，其承载的蛋白复合物负染样品均匀分散，TEM 成像效果清晰。

- ★ 常温无损伤
- ★ 均匀重复性好
- ★ 操作方便

- ★ 空气气源，无需额外引入气体
- ★ RF 射频离子源，等离子体温和处理



TEM 样品杆真空存储

低真空 TEM 样品杆存储站 THS 05



若 TEM 样品杆长期暴露于大气，空气中的水汽及残留污染物会附着于样品杆表面，当样品杆重新安装样品并插入 TEM 中时，会大大延长 TEM 抽真空时间，而且残留污染物会污染待观察样品，甚至会污染 TEM 真空腔室及内部极靴、探测器等等。

TEM 样品杆存储站 THS 05 可以利用干泵快速产生一个洁净的 100Pa 量级真空，将样品及样品杆存放于真空存储站内，就能保证样品杆与大气中水汽及污染物最大程度隔绝，进而提高 TEM 腔室的真空度和清洁度，减少进样预抽时间。

- ★ 五个存储工位独立操作，互不影响真空保持
- ★ 自动保压，真空度恒定
- ★ 速度快，性价比高，结构紧凑

THS 05T 是一款高真空 TEM 样品杆存储站，采用无油分子泵组快速产生一个洁净的 $<10^{-4}$ Pa 量级高真空，特别适用于冷冻电镜样品杆的 Dewar 罐排气以及透射电镜样品杆的日常真空储存及水汽去除。

兼容各品牌透射电镜样品杆，保证样品杆长期处于真空状态，减少进样预抽时间。

- ★ 五个存储工位独立操作，互不影响真空保持
- ★ 自动保压，真空度恒定
- ★ TEM 冷冻样品杆高真空加热除气

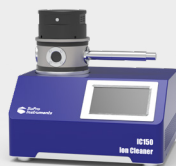
高真空 TEM 样品杆存储站 THS 05T



TEM 制样系列产品



SPC150



IC150



THS 05

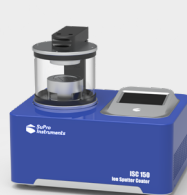


THS 05T

SEM 制样系列产品



Mini Coater



ISC150



J20



ISC150T



J20T



RPS50



Coolglow

速普仪器总部位于深圳市南山区高新科技园区域，并在北京和苏州设有办事处。公司通过了生产体系 ISO9001 认证、产品 CE 认证、国家高新技术企业和专精特新等资质认证。公司拥有一群热爱产品设计与仪器开发的成员，核心团队来自中国科学院体系。

速普仪器致力于电镜制样和微纳薄膜领域提供精益级制备、测量和控制仪器，协助客户提高研发和生产效率，以及带给客户更好的使用体验。

更多信息，请访问我们的网站：www.suproinst.com

速普仪器有限公司（深圳总部）
地址：深圳市南山区瑞峰创业中心 B2009
电话：0755-26642901 传真：0755-26419205
邮件：sales@suproinst.com

速普仪器有限公司（北京办）
地址：北京市房山区长阳镇熙悦汇 4 号楼 307
电话：010-63839091 传真：010-63839091
邮件：zkchang@suproinst.com

速普仪器（太仓）有限公司
地址：苏州市太仓健雄路大学科技园 11 号楼 1003

