手册

ThermoFisher SCIENTIFIC

Talos (S)TEM 材料科学应用

利用快速、精确、定量的多维材料表征完成更多工作

thermo scientific

简介

材料科学研究要实现突破，一定离不开快速、可靠的高分辨率信息，以便科学家能够优化材料的性能。要真正了解材料的功能和性能，就需要先进的可视化和测试以及 2D 和 3D 成分与结构数据，从而为材料科学家提供预测材料性能所需的信息。

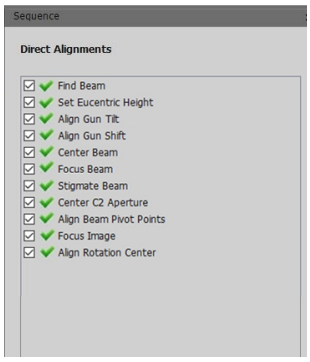
Talos (S)TEM

Thermo Scientific™ Talos™ 扫描透射电子显微镜 (STEM) 专为快速、精确和定量表征纳米材料而设计。Talos F200 TEM 提供各种高分辨率场发射电子枪 (FEG) 类型可选，包括 S-FEG、高亮度 X-FEG 或超高亮度 X-CFEG。X-CFEG 集最佳 (S)TEM 成像与最优能量分辨率于一体。凭借更高的数据质量和更快的采集速度以及精简和自动化的操作，这款产品可加速材料成像与分析。Talos STEM 利用其独特的嵌入式检测器解决方案，将出色的高分辨率 (S)TEM 成像以及在能量色散 X 射线谱 (EDS) 信号检测和成分谱图与3D 化学表征方面无与伦比的进步结合到了一起。Talos (S)TEM 的设计符合人体工程学理念，可在日光环境下远程操作。

Talos 产品组合：Talos L120C G2 TEM（左）、Talos F200i TEM（中）和 Talos F200X/C/S G2 TEM（右）。

Align Genie 自动化

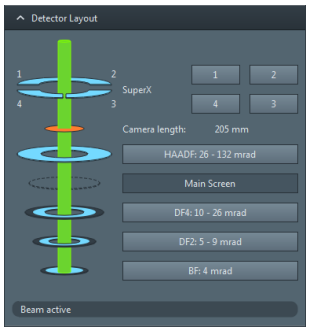
使用 Align Genie 可缩短进行显微镜设置与合轴的时间。所有的 TEM 日常调校均可自动完成，以提供最理想、最具可再现性的初始设置。这种自动化功能可方便初学者操作员快速学习，减轻多用户环境开销，并缩短资深操作员获得数据结果所需的时间。Talos (S)TEM 因此成为显微镜和材料科学家获取高分辨率纳米级数据的理想工具。



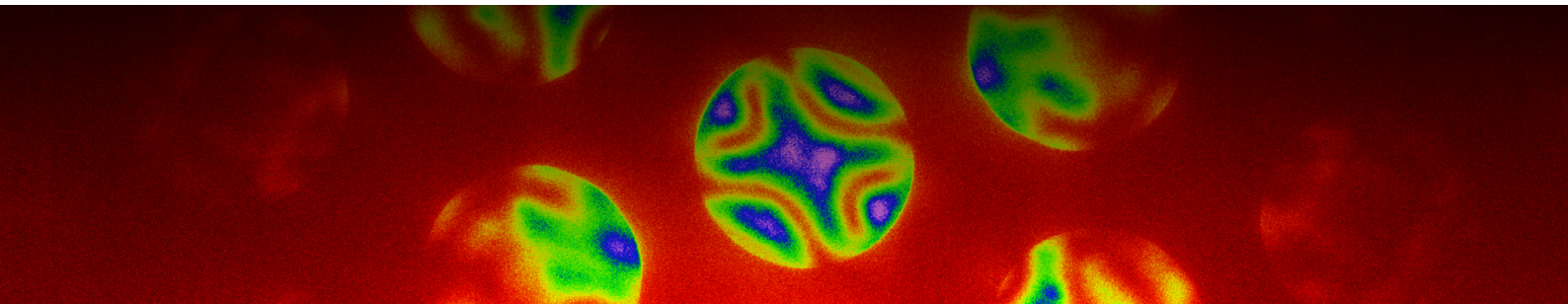
用于 Talos 自动化的 Align Genie。

利用 Velox 软件获取多模态数据的最简单方法

Talos (S)TEM 专为多用户、多学科环境设计，配有 Thermo Scientific Velox™ 软件用户界面，是初学者的理想选择。Velox 软件提供了一个最快且最简单的方法来获取和分析多模态数据。此外，探测器面板还可提供所有电子光学设置的图形化概览，并且会根据探测器的状态改变实时更新（例如，当相机长度发生变化或电子束被遮挡时）。科学家因此可以在操作过程中随时调控实验条件。这些条件会与图像一起存储，因而可以轻松复制结果。此外，所有后续图像模拟的相关信息也都会记录下来。



Velox 上实时显示的电子光路和探测器布局。



用 Maps 软件以高分辨率采集大面积图像和分析数据

现代材料科学需要具有统计学意义的多模态数据，以便跨平台获取多尺度多模式的样品性质。这一点对于纳米颗粒、催化剂样品和金属析出物的研究来说变得越来越重要。用于 TEM 和 EDS 的 Thermo Scientific Maps™ 软件可在大尺度范围内自动定位导航，在大量样品上进行快速且可重复的大区域表征，并对相关区域提供精确的关联分析。

系统自动化

- 采集大面积图像，从而保持您观察的全局视野
- 在单个或多个样本上轻松设置多不同分辨率的数据采集
- 充分利用夜间或周末的显微镜空余机时

显微镜联用

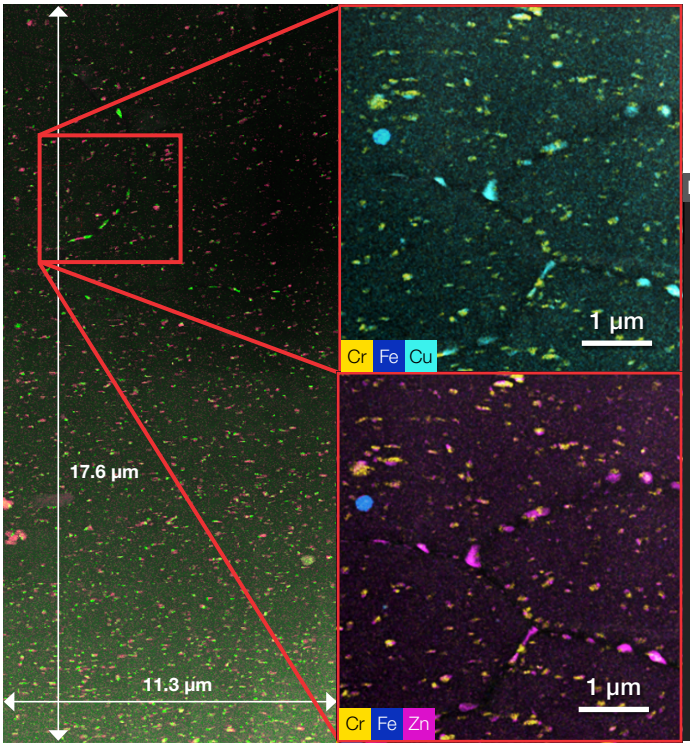
- 从任何来源导入图像
- 轻松管理多尺度、多模态数据
- 在全局视野下高效地探索和解读所有数据

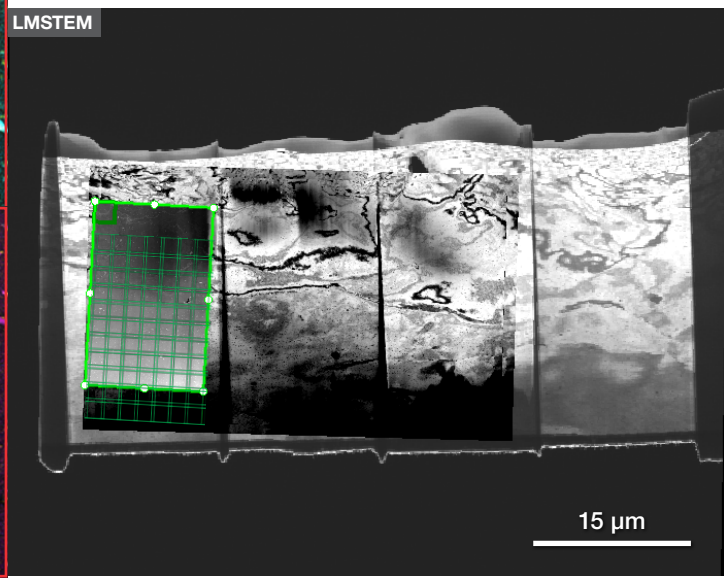
自动颗粒工作流程

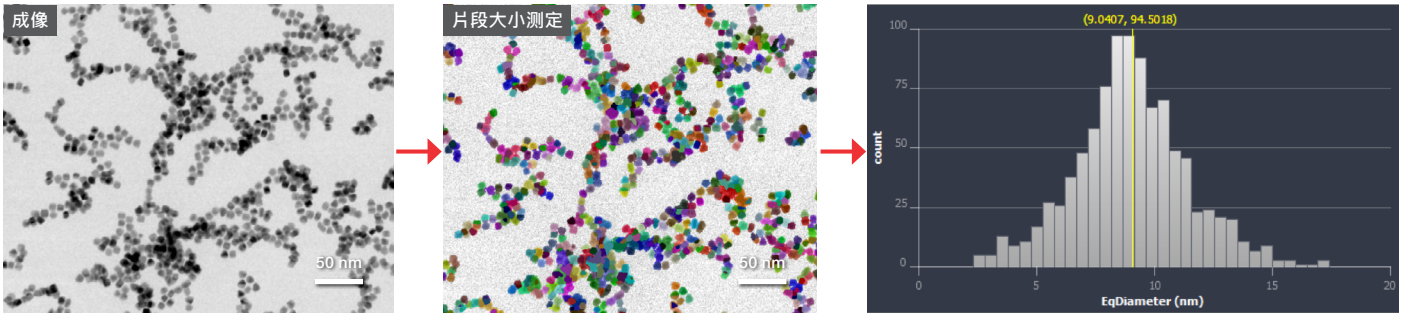
APW 软件包具备上一节所述 Maps 软件的所有优点，并增加了装有 Avizo2D 软件的专用电脑用于进一步的数据处理。您可以自动获取纳米颗粒的参数，如尺寸、面积、周长、形状系数、触点等。

借助自动化无人值守的软件包，您可：

- 全天候使用 Talos
- 获得更好的统计数据（通常超过 500 颗粒/小时）
- 显著提高可重现性，因为不存在操作者偏差
- 在 Avizo2D 中进行简单而灵活的配方设置，就可以实现对纳米颗粒、析出物等研究领域的很多应用







自动颗粒工作流程示例：铂铑合金颗粒分析：尺寸、面积、周长、形状系数、触点等。*样品由来自科罗拉多矿业学院的 B Gorman 教授和 R. Richards 教授提供。*

无论什么材料，Talos X-TWIN 透镜均可表现出一流的 (S)TEM 分辨率和分析能力

大极靴间距的X-TWIN 物镜 (为最广泛的应用提供高度的灵活性) 结合高重复性的电子光学系统，为高分辨率 3D 和原位动态观察提供了新的可能。X-TWIN 电子光学系统可用于 20-200 kV 的 Thermo Scientific Talos F200X、F200S 和 F200i FEG (S)TEM。Talos 系列产品配有高速 4k 分辨率 Thermo Scientific Ceta™ 16M 相机，结合 TEM 和 STEM 模式下的漂移补偿帧积分功能 (DCFI)，可在 64 位平台上实现大视野、高速度、漂移补偿成像，并且具有高灵敏度和精确的样品导航。Talos (S)TEM 还集成了基于工作流程的 Velox 软件，用于进行直观的数据采集与分析工作。所有这些特性结合到一起，使 Talos 产品系列成为目前最富有成效的 (S)TEM 系统。

Talos C-TWIN 透镜适用于软材料的高衬度与 Cryo-TEM 冷冻电镜表征

Talos 系列还有 20-200 kV Thermo Scientific Talos F200C FEG 和 20-120 kV L120C 热发射 (S)TEM 两款产品，它们都配备了超大极靴间距的 C-TWIN 物镜，因而可以成为生物材料 3D 表征方面强大的通用高分辨率系统，尤其适用于细胞生物学和纳米技术研究的高衬度和 cryo-TEM 成像。C-TWIN 极靴的超大间距还为衍射应用和特殊样品杆提供了比较大的倾斜范围。C-TWIN 物镜还可配备相位板，以进一步提高图像衬度。

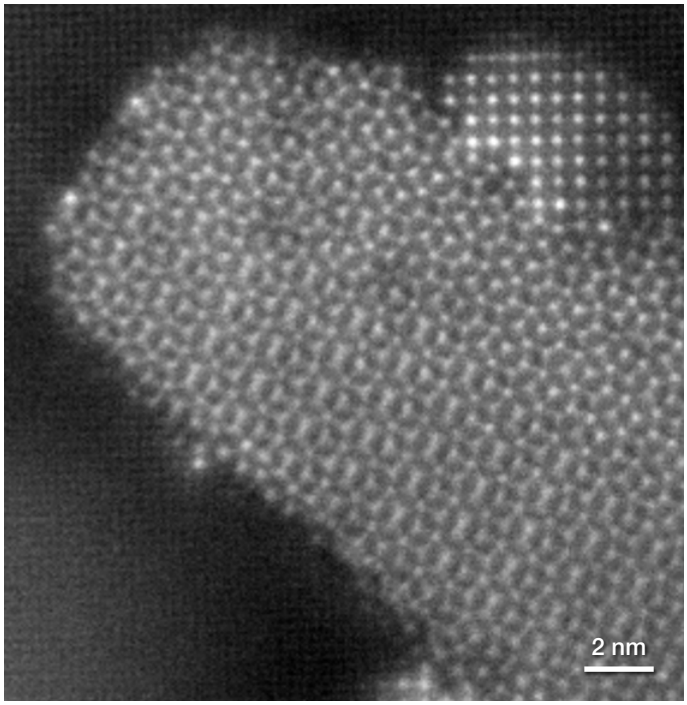
易于使用 - 快速的模式和高压切换

要想在多用户、多材料环境下实现高生产率，快速模式切换 (比如从 HRTEM 切换到 HRSTEM) 是必不可少的。恒功率物镜、低磁滞设计，加上易于使用的预设参数，让模式和高压切换变得简单可靠。只需加载包含特定应用所需条件的预合轴 (也称 FEG 校准) 即可立即开始数据采集工作。

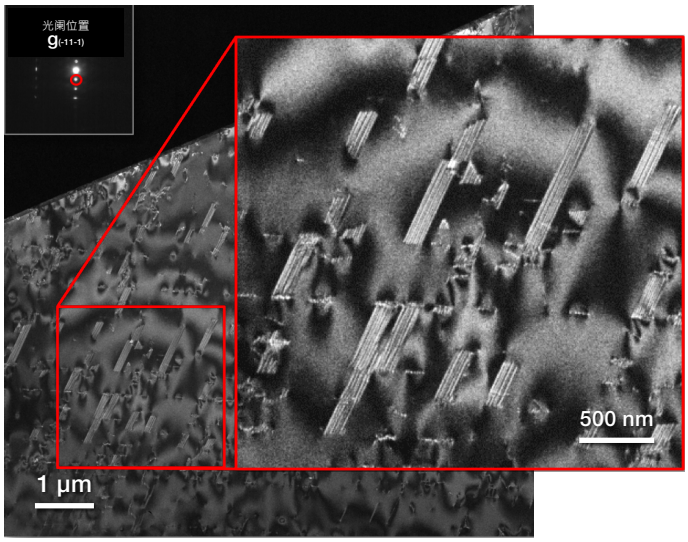
其配备的恒功率物镜支持灵活的高压切换，适用于最广泛的样品类别。例如，要从 80 kV 切换到 200 kV，只需点击一个按钮即可实现，并且在高压切换过程中，电子束也是清晰可见的。

快速可靠的晶带轴倾转

Thermo Scientific CrystalPack™ 软件支持用户进行共心的 β 轴倾转同，以及在不同的衍射条件下快速切换，并可自动倾转样品至正带轴。用户只需输入带轴指数，点击一下鼠标，样品即可自动且再现性极好地倾转至所需带轴。



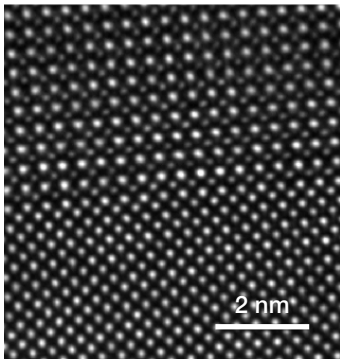
铝锆合金微观结构的高分辨率 DCFI STEM 图像。样品由荷兰代尔夫特理工大学提供。



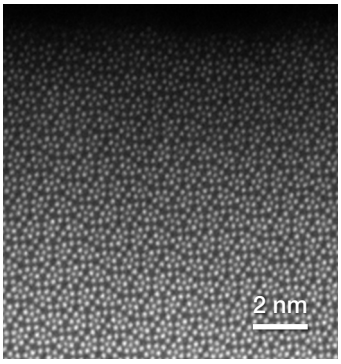
镍合金的弱束暗场 TEM。样品由来自曼彻斯特大学的G. Burke 教授提供。

用于快速优化 Panther STEM 成像的 AutoSTEM 软件

Panther STEM 是最新一代的 STEM 成像系统，其信号探测和增幅组件都已经过设计改良。该系统的探测器机械对中和几何形状得到了进一步优化，拥有更好的多信号采集性能和准确度更高的物理对中。它的通量更高，操作更简单，具有增益/偏移的线性响应，并且信号处理更灵活。通过最多 16 个分区（针对未来应用）和具有超高电子灵敏 度的新型信号增幅组件设计（针对低剂量 STEM），实现更多细节的可视化。Thermo Scientific AutoSTEM 软件支持自动聚焦和自动像散校正，并可通过简单的按钮操作重复获取最高质量的 (HR)-STEM 图像。该软件简化了 HRSTEM 操作，并降低了对专业知识的要求；而且它可以在感兴趣的晶体区域运行，不需要像传统方法一样必须在非晶区调整，大大简化了调校工作。



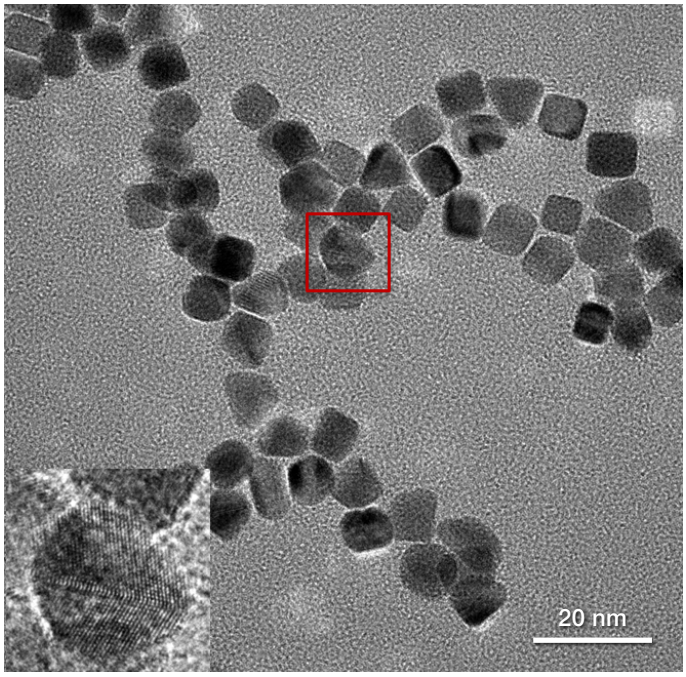
BaTiO3/SrTiO3 界面的 HRTEM 图像。样品由来自南京大学的吴迪教授提供。



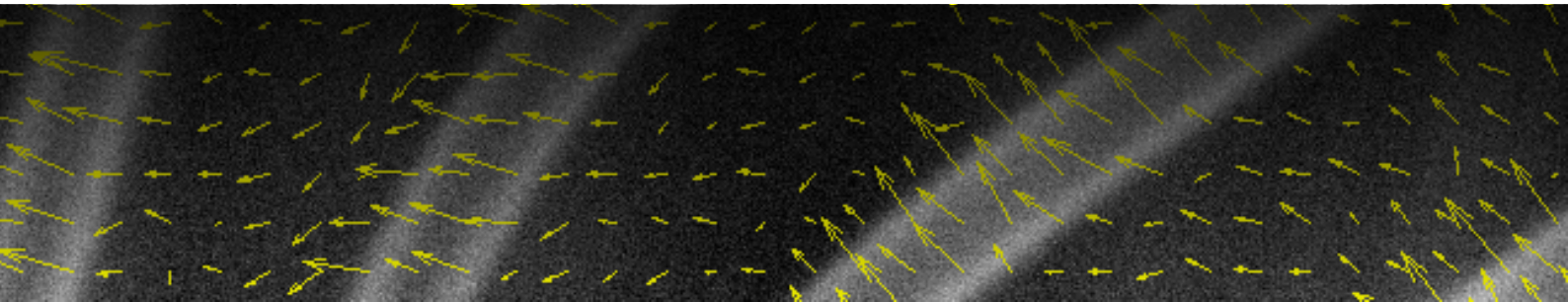
铌酸钨钾的 HAADF HRSTEM 图。

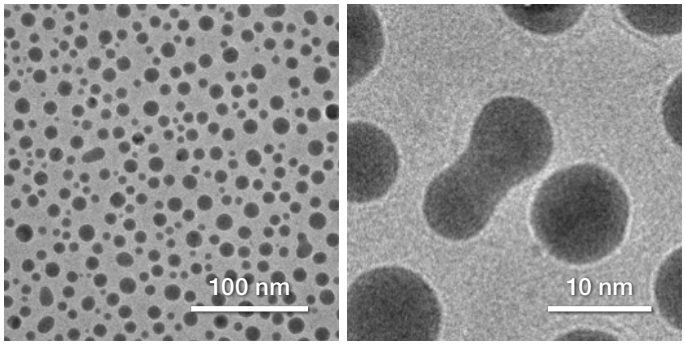
成像结果

该图展示了一次 16M 像素的数据采集即可一次性捕捉到所有信息，在所得图像上使用数码缩放即可提取原子级细节。4k×4k 高速 Ceta 相机视野极大，能够在整个高电压范围实现高灵敏度、高速实时数字缩放。在本例中，铂/铑催化剂纳米颗粒显示在大视野照片中；仅通过数码放大即可提取到原子级细节。嵌入式压电增强样品台可实现精准的样品导航和漂移校正。



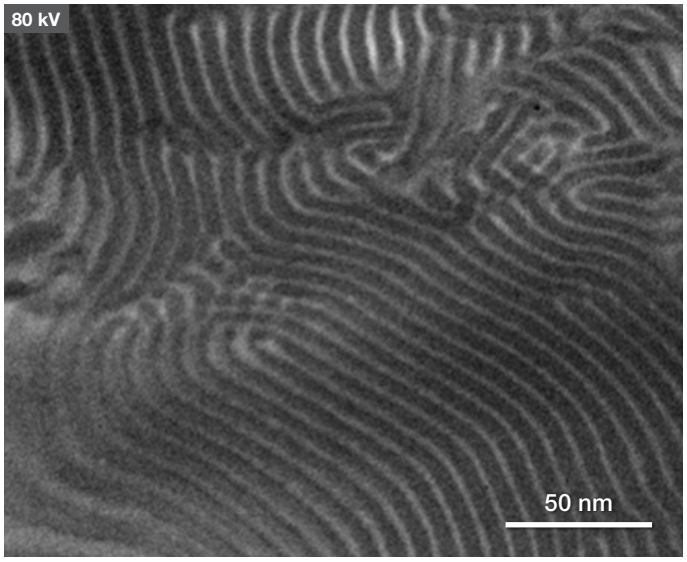
铂/铑催化剂纳米颗粒。样品由来自科罗拉多矿业大学的 B. Gorman 教授和 R. Richards 教授提供。





使用 NanoEx i/v MEMS 加热样品杆表征在 1000°C 下熔聚的金纳米颗粒，完整的 4k × 4k 分辨率图像 (左) 与特写镜头 (右)。

配备速度增强模块的 Ceta 相机能够以每秒 40 帧的速度记录 4k×4k 视野的 TEM 图像，以获取所有相关信息。大视野成像支持同时监测多个原位事件，以提供统计性信息。



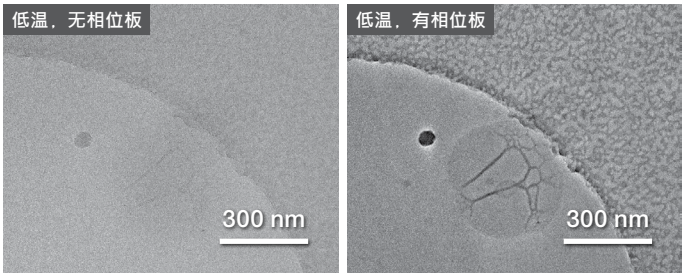
PS-PMMA 嵌段共聚物 : PMMA 的板条状结构在 80 kV 条件下显示出较暗的衬度。样品由来自昆士兰大学的Kevin Jack 教授和 A.Prof.教授提供。

在低电压条件下使用 C-TWIN 透镜实现高衬度成像

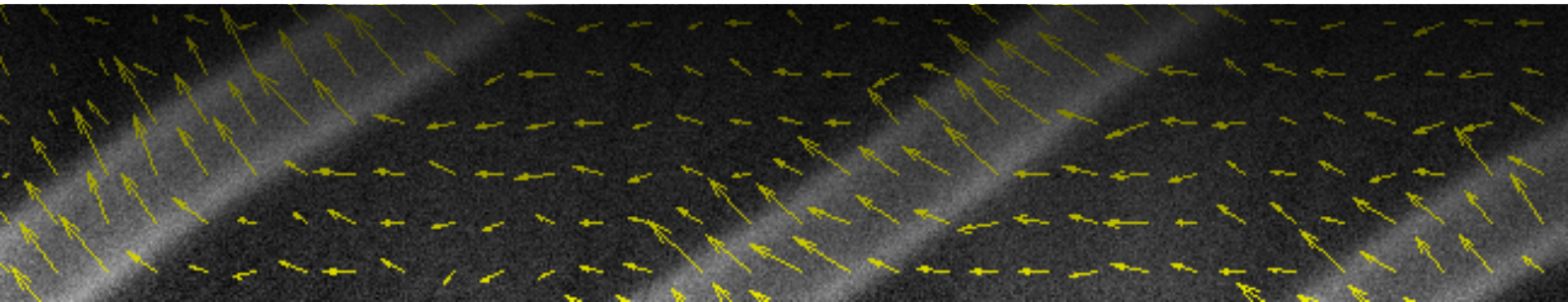
在聚合物 TEM 表征中面临的其中一个挑战是结构特征之间的衬度对比相当低。可采取样本染色、降低电子束能量等多项策略来提高衬度。

使用 C-TWIN 透镜的低压 成像也可显著增强衬度对比，并成功显示出共聚物结构的内部形态细节 (左)。在本例中，低压 TEM 图像揭示了由嵌段共聚物聚苯乙烯-b-聚 (甲基丙烯酸甲酯) 在 80 kV 条件下制成的退火聚合物膜的形态，显示了具有亮衬度 PS 区域和暗衬度 PMMA 层的板条状结构。

为进一步提高对比度，C-TWIN 透镜上可以加装相位板附件。



水中的聚合物囊泡。样品由来自 ASCR分子遗传学研究所的 Vlada Filimonenko 和 Pavel Hozak 提供。

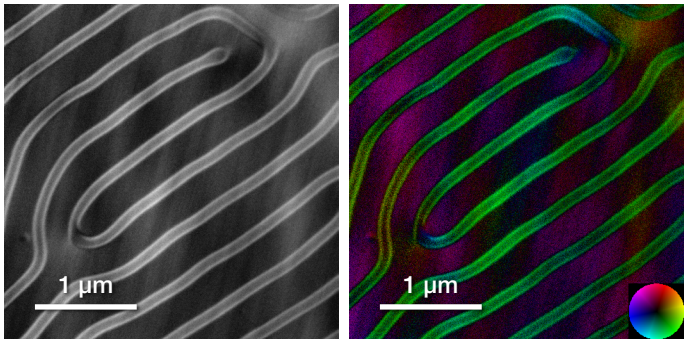


磁性结构的微分相位衬度 STEM 成像

微分相位衬度 STEM 成像 (DPC-STEM) 用于对样本内部和周围的磁场强度和分布进行成像，从而直接显示磁畴结构。DPC-STEM 使用暗场探头的四个分区。系统会同时获取所有分区的信号以测量衍射花样的偏移。Thermo Scientific TEM 仪器上的 Velox 软件中有一个完全集成在用户界面上的实时 DPC 采集选项卡。

这里我们来看看 M 型钡铁氧体中的磁畴结构和布洛赫畴壁 (Bloch walls)，这是一种有望用于数据存储器件的硬磁材料。图中可以看到每个磁畴中磁场的相对强度和方向，而畴壁上磁场的变化表明了所存在的畴壁类型、畴壁厚度以及壁结构中的可见缺陷与其变化、乃至它们对材料整体性能的可能影响。因为该技术通过正焦的 STEM 图像实现，并提供关于磁场强度和磁场方向的定量信息，所以是一项强大的磁性结构可视化技术。

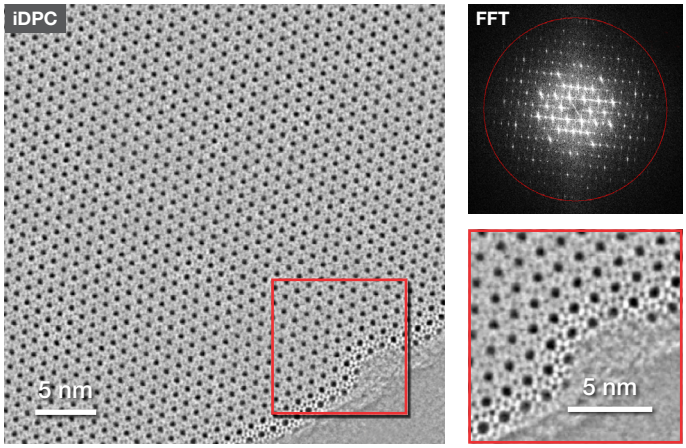
其他各项可视化技术也可突出磁结构的不同方面。



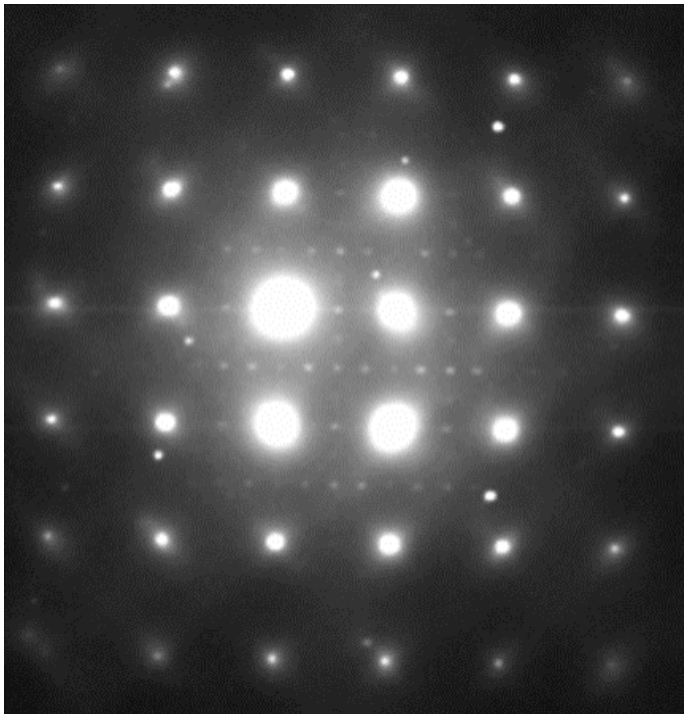
M 型钡铁氧体中的磁畴和畴壁。可以突出显示磁性结构的不同方面，如每一点的磁场大小 (左) 或磁场方向的色轮表示 (右)。样品由来自大阪府立大学的 H. Nakajima 和 S. Mori 提供。

微分相位衬度积分 (iDPC) STEM 的低剂量高衬度成像

创新的微分相位衬度积分成像方法能够以极低的电子剂量提供最佳的衬度和信噪比。由此可以让包含轻元素的电子束敏感材料以原子分辨率成像。右侧示例是在一个沸石样品上拍摄的，束流只有 2 pA，同时仍然保持了 0.16 纳米的超高分辨率。



沸石样本的 iDPC 图像 (左)，快速傅里叶变换 (右上)，通过数码放大的沸石 iDPC 图像 (右下)。

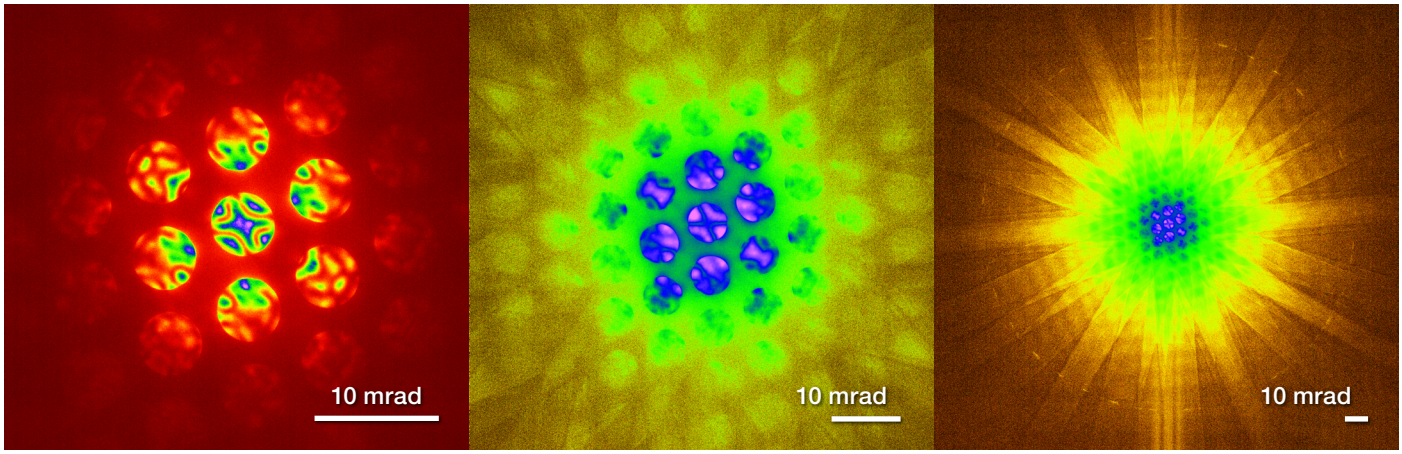


时效处理后的 Inconel 625 高温合金上的选区衍射花样。只有在基体材料的 [100] 带轴方向，微小析出物的结构信息才会以非常弱的衍射斑的形式出现。样品由来自曼彻斯特大学的 G. Burke 教授提供。

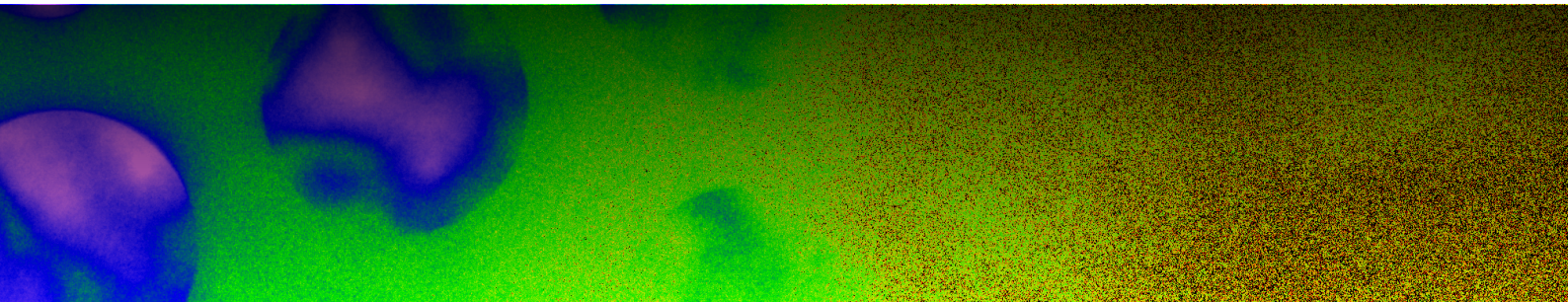
衍射结果

当需要纳米晶体材料的结构信息时，选区电子衍射会成为 X 射线衍射的一项补充技术。Ceta 相机的高动态范围使它能够记录下基体材料的高亮度衍射斑旁边的这些微弱的衍射信号 (参见左侧示例) 。

Talos (S)TEM 灵活的聚光镜系统支持大范围的电子束会聚角变化。会聚束电子衍射 (CBED) 可以揭示晶体样品在三维方向上的晶体学对称性，并能够帮助确定晶体点群和测量样品厚度。



较短相机长度下采集的单晶硅 [011] 晶带轴 CBED 花样，展现了 Talos F200 (S)TEM 的灵活性和 Ceta 16M 相机出色的动态范围。



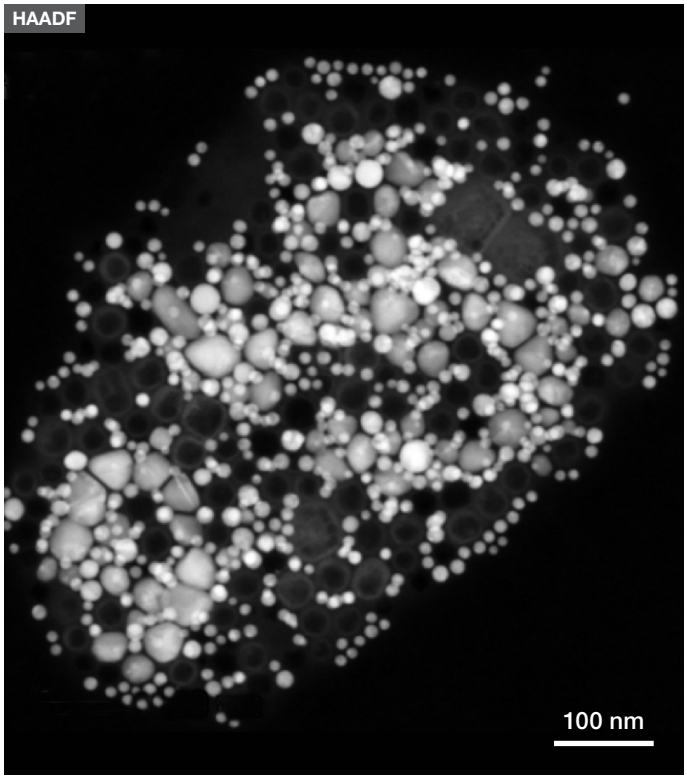
谱学表征结果

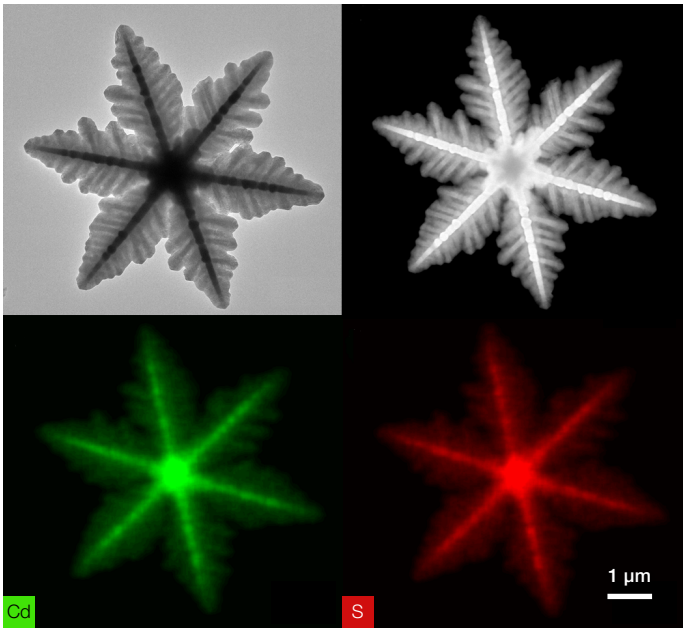
可在现有仪器配置中加装侧插式可伸缩 EDS 探头，以启用化学分析功能。Talos (S)TEM 可以配置多种 EDS 解决方案，从单个 30 mm^2 或 100 mm^2 到对称的大型双 100 mm^2 Racetrack（“Dual-X”）再到嵌入式 Super-X 探头，均可完美兼容。所有这些解决方案均完整内置在 Velox 软件中，可针对精确定量应用实现独特的吸收校准。Super-X 和 Dual-X 检测器与 Velox 软件相结合，还可启用自动化 EDS 三维重构功能。

带有 4 个对称分布无窗 SDD 探头的 Super-X EDS 系统可以快速获得最高质量的能谱结果。在成分谱图的应用中，EDS 是可视化元素分布的最简单技术。高采集效率加上最大限度减少不需要的系统信号（比如系统伪峰和过高的背底噪音），对于要求高横向分辨率的成分鉴定来说是非常必要的。

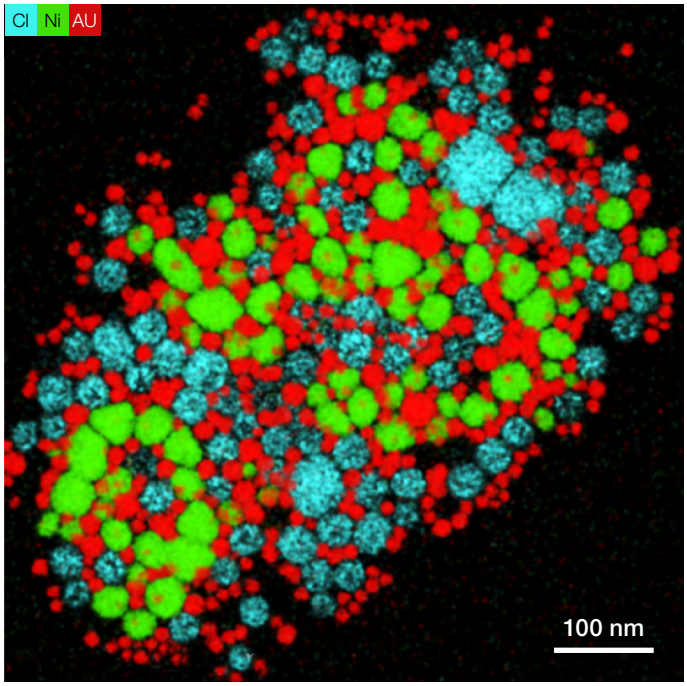
Super-X 和 Dual-X 检测器针对材料科学进行了优化，对样品倾转角度的敏感性低，在所有样品倾转方向下都能提供极强的化学信号。独特的 Velox 吸收校准方案考虑到了检测器的几何形状（取出角不再一成不变）和样品杆的几何形状（遮挡阴影会随着样品的倾转而显著变化）。因此，化学成分数据将在整个倾角范围内保持一致。

Dual-X 检测器还可对电子束敏感材料进行化学分析。

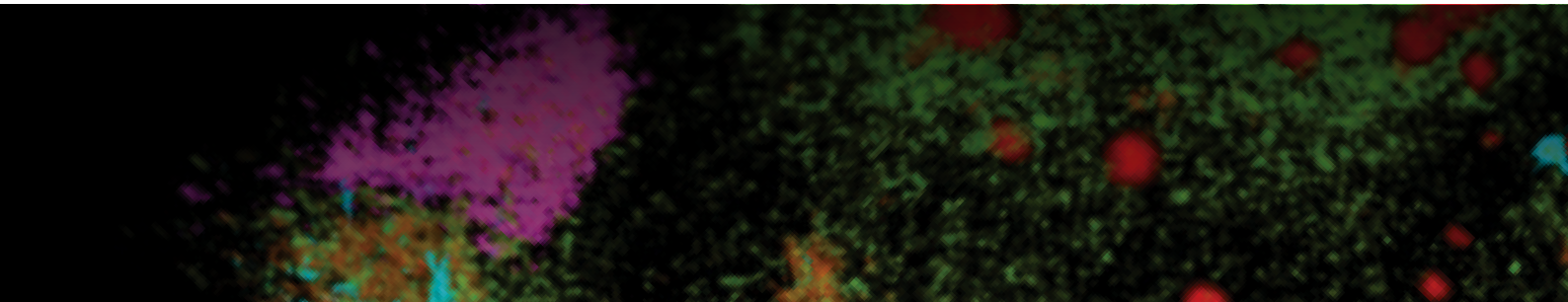


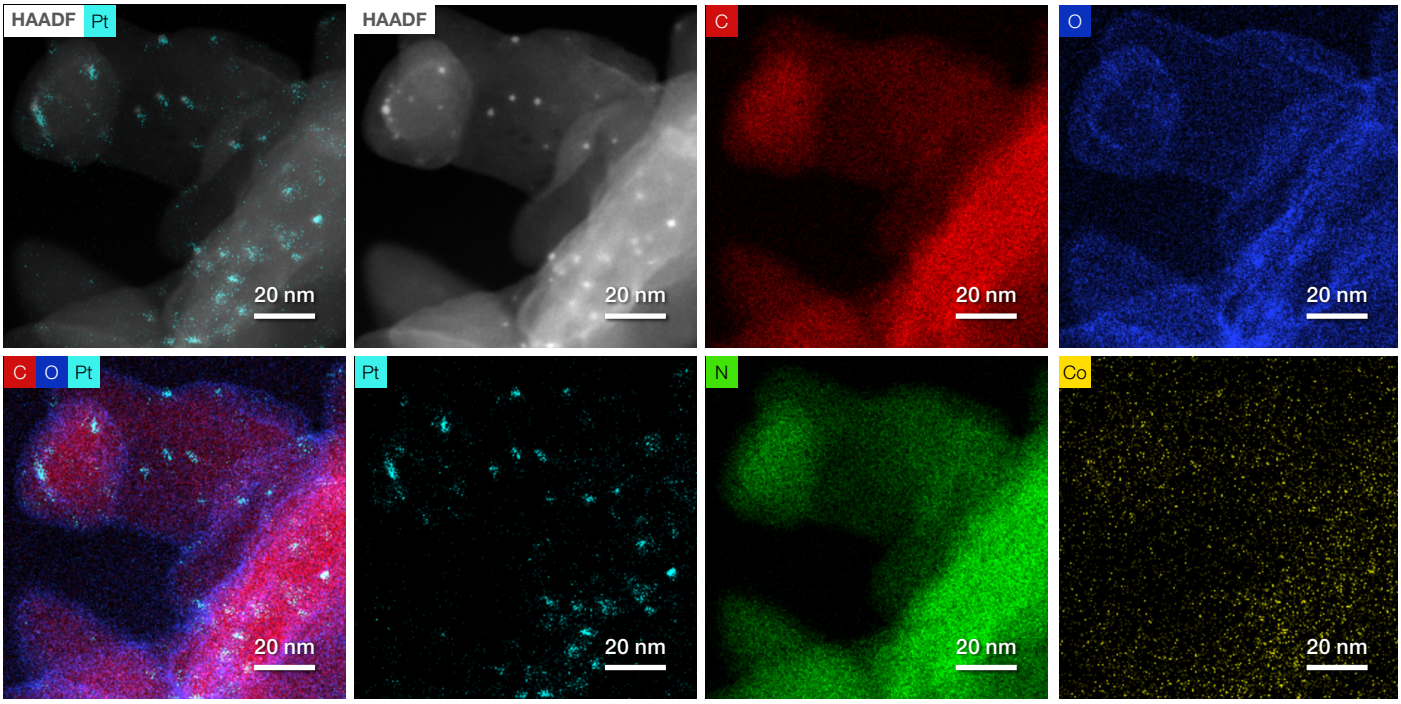


硫化镉样本，主要用于光学应用，由侧插式 EDS 进行分析。样品来自青岛大学的李海东教授提供。

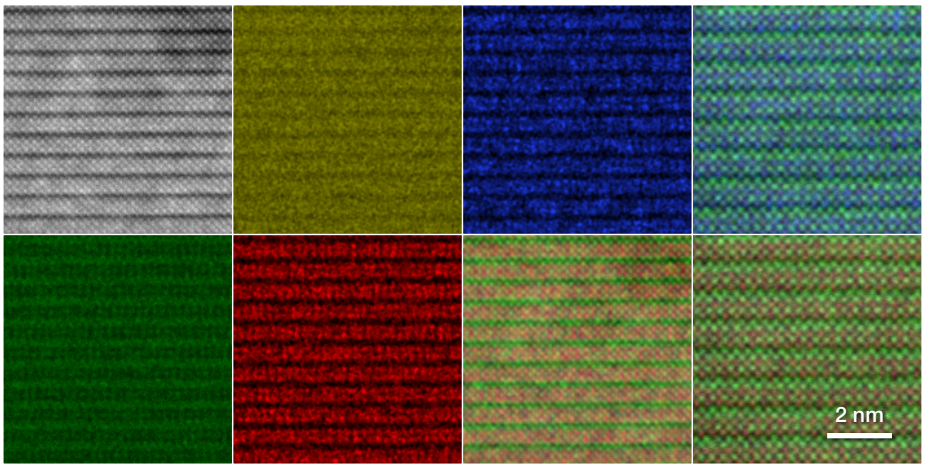


采用 Dual-X 对金镍纳米微粒进行大面积、高分辨率 EDS 成像的示例，采集时间不到一分钟。样品由来自布尔诺材料物理研究所的 J. Bursik 提供。





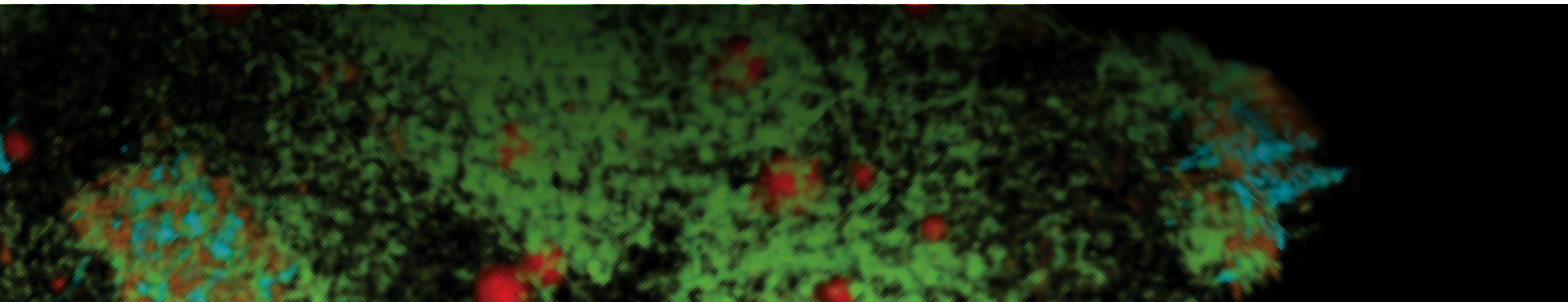
用于光催化析氢的电子束敏感材料的高分辨率 EDS 谱图示例。小纳米颗粒 (铂) 作为光催化反应的活性位点。研究这些纳米颗粒是为了观察负载铂纳米颗粒的 Co-g-C_3N_4 的结构，并找到钴原子和铂纳米颗粒的位置关系，以分析该样品光催化活性的提高原因。*样品由来自西安交通大学的杨生春教授提供。*

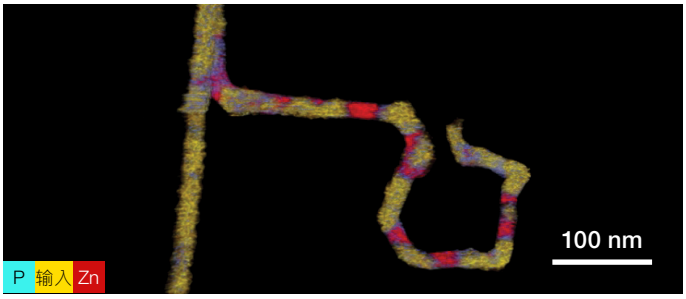


SrRuMnO 的原子分辨率 EDS 谱图。样品由来路易斯安那州立大学的 *Rongying Jin* 教授提供，并由 *NSF* 提供资金支持。 $Sr_3(Ru_{0.84}Mn_{0.16})_2O_7$

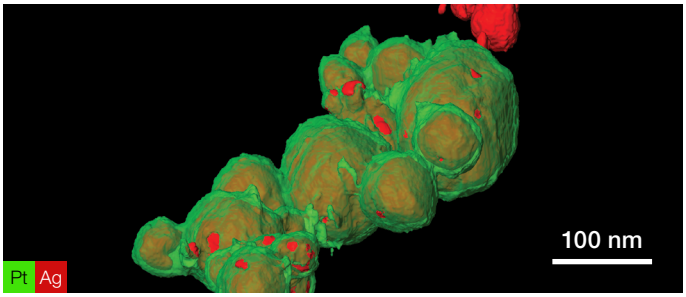
原子 EDS

Super-X 和 Dual-X 检测器的独特设计甚至可以实现之前只有用 球差校正电镜才能实现的原子级分辨率 EDS 谱图，尤其是在配置了高亮度 X-FEG 发射枪或超高亮度 X-CFEG 发射枪时性能更强。





磷锌铟纳米管：本例显示了用作钠离子和锂离子电池电极材料的纳米管。人们对合成过程中，锌的偏析情况不是很清楚。然而，元素谱图和 EDS 三维重构结果非常清楚地显示了锌相对于其他元素的分布情况。同样显而易见的是，直纳米管中几乎没有锌。*样品由来自密歇根理工大学的 Reza Shahbazian Yassar 博士提供。*



对银铂核壳结构纳米颗粒的 EDS 三维重构研究，其元素空间分辨率达到了几个纳米。银核显示为红色，被厚度只有几纳米的绿色铂壳覆盖。EDS 三维重构技术让暴露出部分银核的孔隙清晰可见。在本应用案例中，需要确定铂壳层是连续的还是有孔隙的。这种判断不能从 单个 2D EDS 谱图中做出，所以采用了 EDS 三维重构技术。*样品由来自天津理工大学电子显微镜中心的丁毅教授和罗俊教授。*

EDS 三维重构

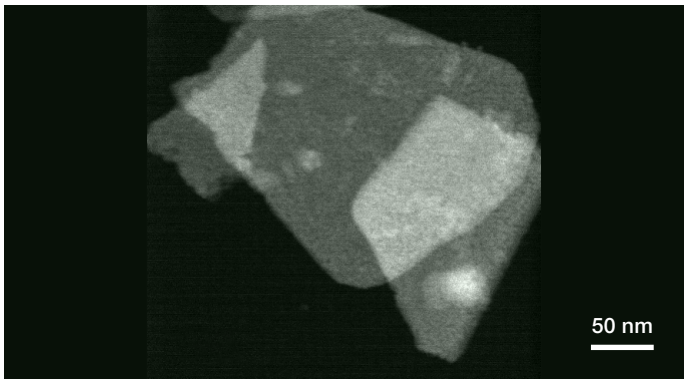
Super-X 和 Dual-X EDS 系统的几何形状和几何分布非常适合在高横向分辨率下提供最佳 3D 化学成分信息。对于任何材料科学实验室来说，这都是一项基本应用。我们提供完备的全自动 EDS 三维重构应用模块，其中包括三维重构样品杆、对称式 Super-X/Dual-X 能谱探头、系列倾转数据自动采集和分析软件以及我们的 Thermo Scientific Inspect3D 重构软件与 Avizo 可视化软件。

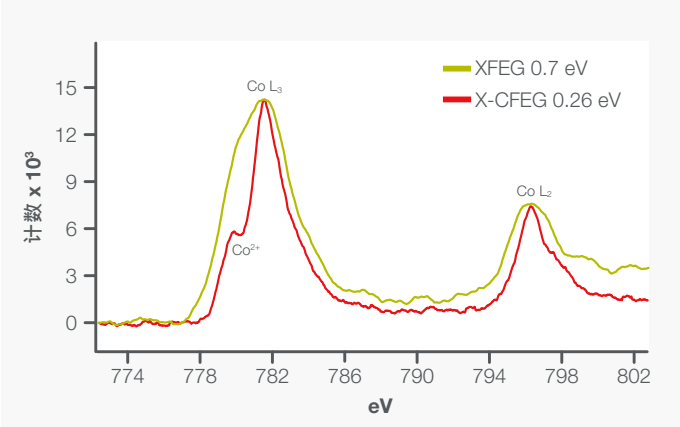
Thermo Scientific 自动化 EDS 三维重构模块可通过灵活的条件实现快速简便的设置，从而优化通量和数据质量。用户可以设置倾转范围和方案、倾转步长，并选择要使用的探头。三维重构模块中的自动功能支持全自动实施采集作业，继而支持无人值守的数据采集，尤其适用于夜间实验。

EELS

相比 S-FEG 和 X-FEG，超高亮度的 X-CFEG 具有更高的电子能量损失谱 (EELS) 能量分辨率，可解析更多的样品化学信息。S-FEG 和 X-FEG 的 “标准” 能量分辨率为 <0.8 eV，对于某些应用需求，无法足够精细地解析 EELS 谱，您也因此无法获得样品更准确的化学信息。而X-CFEG 的能量分辨率可达到 <0.3 eV。

下图显示了氧化钴 (Co_3O_4) 的 HREELS 谱。Co_3O_4 是一种用于氧化 CO 的催化剂，在地球上很丰富也很有吸引力。通过取代活性位点附近的非活性阳离子可优化纳米结构金属氧化物催化剂，从而提高暴露表面的整体活性。过渡金属中的 EELS L 峰源自电子从 2p 轨道激发到 3d 轨道。L2,3 峰的形状和权重取决于 3d 轨道的占用率。





X-CFEG 在亮度、光源尺寸和能量展宽方面都优于其他电子枪。图中所示为能量分辨率 < 0.26 eV（红色）时的氧化钴 STEM + EELS 谱。同一样品还在能量分辨率为 0.7 eV（绿色）的 X-FEG 设备上进行了表征。X-CFEG 表征结果（红色）的精细结构更加清晰可见，显示出了 Co L3 上的一个肩峰，具体为 Co^{2+}。这个肩峰在绿色光谱上不可见。这些结果是在搭载 X-CFEG（红色）或 X-FEG（绿色）以及 Panther STEM 和 Gatan Continuum 1066 的 Talos F200 上以 200kV 的电压拍摄的。

所有 Talos 型号对比表（含关键选项）：

	Talos F200i				Talos F200S	Talos F200X		Talos L120C	Talos F200C
物镜极靴	X-TWIN							C-TWIN	
电子枪类型	S-FEG	S-FEG	X-FEG	X-CFEG	S-FEG	X-FEG	X-CFEG	LaB_6/W	X-FEG
在 200 kV 条件下电子枪的亮度 [A/cm²/sr]	$4.0 \cdot 10^8$	$4.0 \cdot 10^8$	$1.8 \cdot 10^9$	$2.4 \cdot 10^9$	$4.0 \cdot 10^8$	$1.8 \cdot 10^9$	$2.4 \cdot 10^9$	na	$1.8 \cdot 10^9$
EDS 类型/面积	侧插式 30 mm²	侧插式 100 mm²	侧插式对称分布 Dual-X (200 mm²)	侧插式对称分布 Dual-X (200 mm²)	镜筒内嵌入式 2SDD Super-X (60 mm²)	镜筒内嵌入式 4SDD Super-X (120 mm²)	镜筒内嵌入式 4SDD Super-X (120 mm²)	侧插式 30/100 mm²	侧插式 30/100 mm²
EDS 净立体角 [sr]	0.19	1.28	1.65#	1.65#	0.45	0.90	0.90	0.18/0.80	0.18/0.80
Velox 吸收校准用于最精确的定量分析	是	是	是	是	是	是	是	是	是
自动化/无人值守的 3D EDS	否	否	是	是	否	是	是	否	否
Maps/APW	(S)TEM 和 EDS	(S)TEM 和 EDS	(S)TEM 和 EDS	(S)TEM 和 EDS	(S)TEM 和 EDS	(S)TEM 和 EDS	(S)TEM 和 EDS	(S)TEM 和 EDS	(S)TEM 和 EDS
最洁净的 EDS；系统峰背比 (Fiori P/B)					最高				
HRTEM 信息分辨率	0.12			0.11	0.12		0.11	na	0.18
HRTEM 线分辨率	0.10							0.20	0.10
HRSTEM [nm]	0.16			0.14 (>100 pA)	0.16		0.14 (>100 pA)	1.0	0.20
Align Genie	是							尚未	是
EELS 分辨率	0.8 eV			0.3 eV	0.8 eV	0.8 eV	0.3 eV	~1.5 eV	0.8 eV
CrystalPack、iDPC	是							是	
AutoSTEM	是							否	是
系统隔离罩	紧凑型				带大触摸屏	带大触摸屏	带大触摸屏	紧凑型	带大触摸屏
低温质量								最好	
TEM 图像衬度								最高	
相位板	否							是	

#=几何立体角为 2.55

更多信息请访问 **thermofisher.com/talos**

thermo scientific

仅供研究使用。不可用于诊断程序。有关最新认证，请访问 thermofisher.com/certifications
© 2022 Thermo Fisher Scientific Inc. 保留所有权利。所有商标均为赛默飞世尔科技及其子公司所有，除非另有说明。BR0100-ZH-03-2022