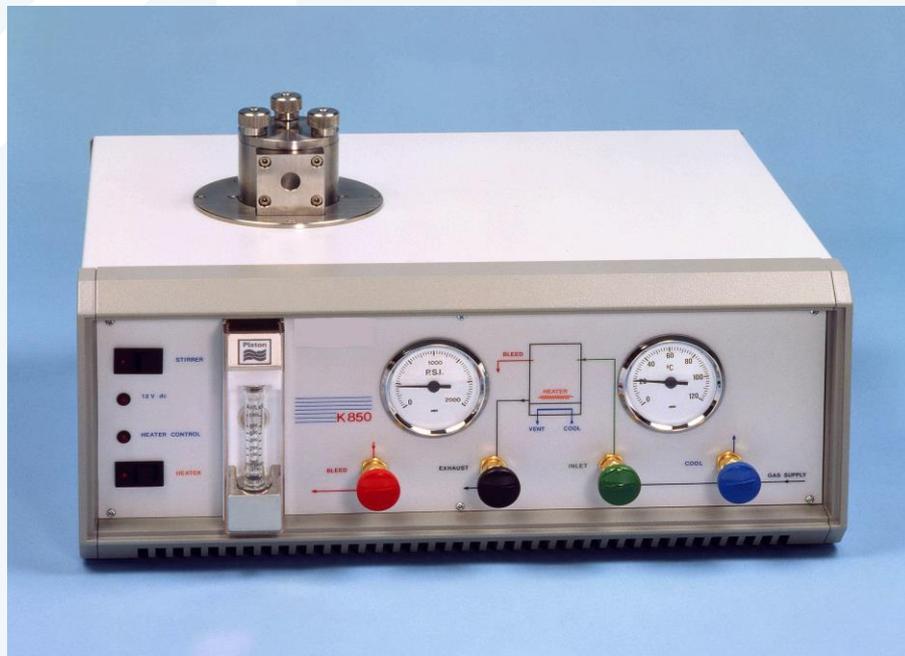


扫描电镜样品处理方法——临界点干燥法

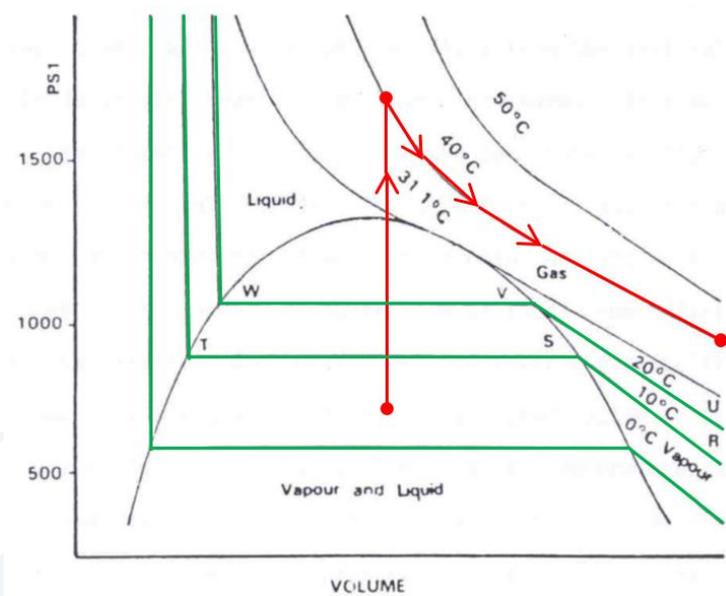
对于含水样品的扫描电镜观察，通常都需要用各种方法将样品脱水干燥。干燥过程中样品的形貌可能会因水的表面张力而改变，就得不到原始样品形貌了。如果利用水的临界状态，即液态和气态之间没有明显区别，界面的表面张力为零的状态进行干燥，就能得到样品原始形貌。但是谁的临界点为 374°C及 3212psi，很不方便实现，并且容易损坏样品。最方便的临界点干燥介质为 CO₂，其临界点在 31°C及 1072psi，然而 CO₂ 与水不容易混溶。因此需要使用第三种介质，通常用丙酮作为中间液体。这样，在把过渡液体，即 CO₂ 从液体转为气体时，在临界点时就无表面张力存在。



首先，样品应使用丙酮完全替代。用 30%、50%、60%、70%、80%、90%和 100%的丙酮浸泡 2-3 次，每次 15 分钟。再放入临界点干燥仪的样品腔室内。下图是 CO₂ 的相图。在 31.1°C以上，不会有临界状态出现。在低于 31.1°C时，会有临界状态出现，即图中绿色水平线部分。临界状态时，液体和气体混溶，没有边界。需要选择初始温度然后升温，使液体完全变为气体。在仍为临界状态时，温度变化不能导致液体和气体相对含量的变化从而导致样品变形，所以需要选择液体和气体各占 50%的状态。又为了尽量使密封腔室内压力尽量小而保证 CO₂ 液体能注入密封腔室并达到 50%，同时也要避免温度太低而使腔室内的水结冰，所以选择 5°C为初始温度。腔室完全密封后，再将温度调整到 35°C，此时 CO₂ 完全变成气体。缓慢排出 CO₂ 气体。这样，样品完全干燥，并且表面形貌不会变化或变化较小。

天美(中国)科学仪器有限公司
北京市朝阳区天畅园7号楼(100107)

t 010-64010651
f 010-64060202
e techcomp@techcomp.cn
w www.techcomp.cn



下图分别是临界点干燥法制备的头虱、纤维母细胞、兔子关节软骨、大肠杆菌。

