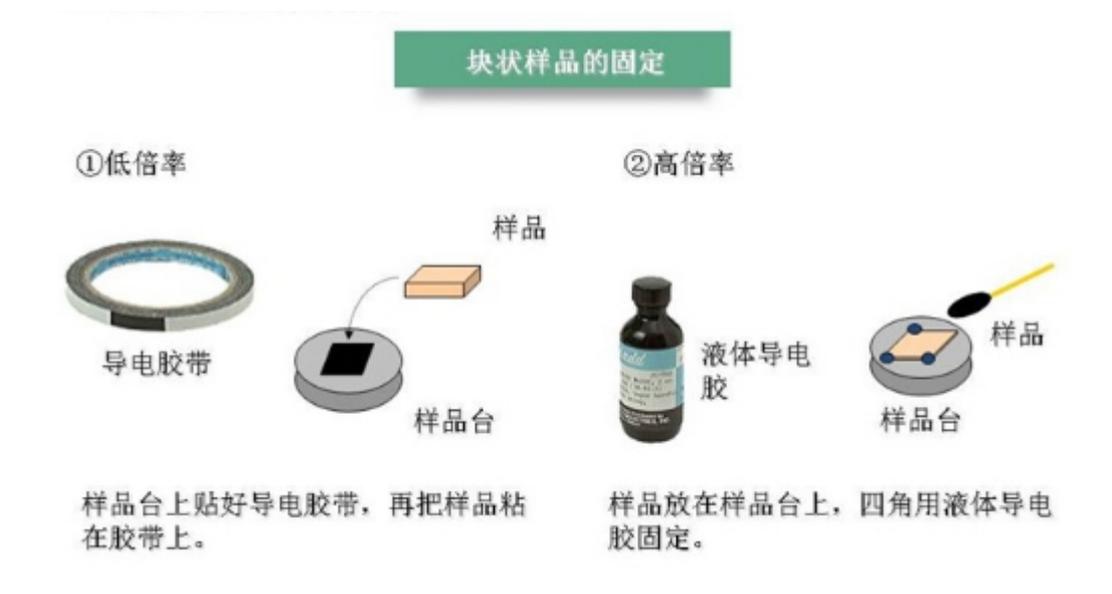


样品要求:

样品必须是固体；满足无毒，无放射性，无污染，无磁，无水，成分稳定要求。

制样方法:



图一 SEM 块状样品的制备

- 1、块状导电材料：样品大小要适合仪器样品台尺寸，再用导电胶将其粘结在样品台上即可放在扫描电镜中进行观察（如图一所示）。
- 2、块状非导电或导电性差的材料：需要对样品进行镀膜处理，在材料表面形成一层导电膜，再进行观察。
- 3、对于粉末样品（非导电或导电性差的材料需镀导电膜），其制备方法 3 种：
 - a、导电胶粘结法：先在样品台上均匀沾上一小条导电胶带，然后在粘好的胶带上撒上少许粉末，把样品台朝下使未与胶带接触的颗粒脱落，再用洗耳球吹去粘结不牢固的颗粒。
 - b、直接撒粉法：将粉末直接撒落在样品台上，适当滴几滴分散剂（乙醇或者其他分散介质），轻晃样品台使粉末分布平整均匀，分散剂挥发后用洗耳球吹掉吸附不牢固的粉末即可。
 - c、超声波法：将少量的粉末置于小烧杯中，加适量的乙醇或蒸馏水，超声处理几分钟即可。然后尽快用滴管将分散均匀的含粉末溶液到样品台或锡纸上，用电热风轻轻吹干即可。

测试注意事项:

- 1、样品高度不能超过样品台高度。测试过程中，尤其是向上移动样品时，要缓慢，防止坚硬的试样撞击上方的探测器和极靴，损坏设备。
- 2、推拉送样杆时用力必须沿送样杆轴线方向，以防损坏送样杆。
- 3、做完电镜关闭高压，等 30 秒以上，待灯丝冷却后再放气为宜，用以保护电子

枪。

4、镜筒部分没有放气时，不允许拔掉物镜光阑杆。

STM 部分

样品的制备：

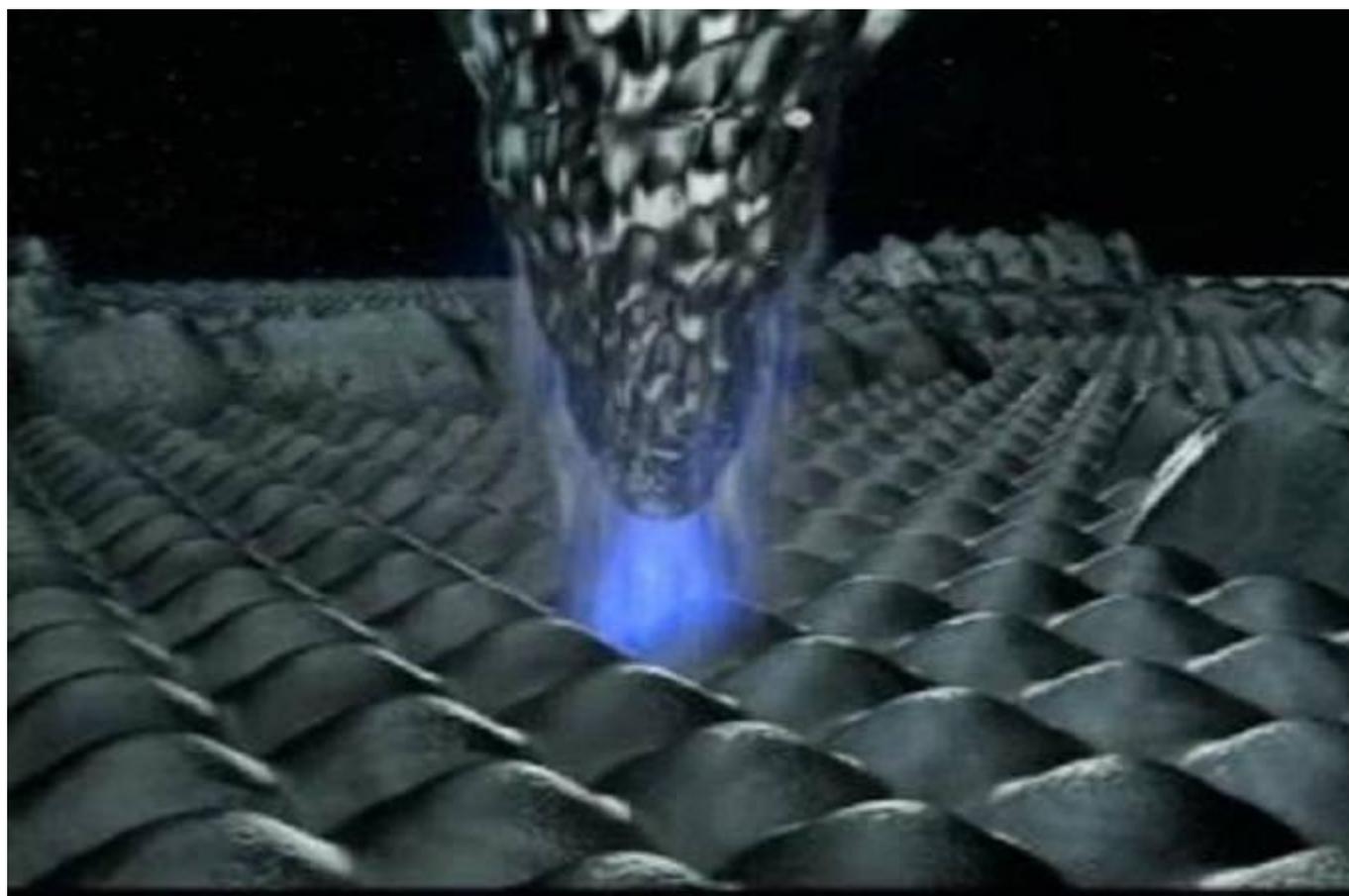
作为一种表面分析技术，STM 适用于各种导电样品的表面结构研究。样品必须具有一定程度的导电性；

1、对于金属、半导体的样品材料，首先要对其进行抛光处理，然后在真空或者超真空条件下，对样品进行热处理（退火）、离子溅射轰击等处理，以便获得除去表面污物的平整的原子级表面晶面。

2、对于半导体，需要采用加热去氧化的工艺除去表面的氧化物。

3、对于绝缘体，首先要经过洗涤剂超声清洗、去离子水淋洗、热丙醇清洗和烘干，然后将样品在一定的真空度下镀上一层金。

4、对生物试样进行测试时，需设法将其固定到平整的导电基表面。常见的如液滴干燥法，制备十分简单。将生物试样稀释与 0.1%甘油溶液中，再用移液枪滴到高序石墨（HOPG）表面上，在清洁的空气中自然干燥即可。



图二 样品表面与针尖的电子云图

测试注意事项:

- 1、STM 运行时应严格防震。
- 2、整个实验成功与否最关键的地方是针尖的制备和安装，除了剪切了一个合乎要求的针尖外，运用针尖还应注意：
 - a、避免针尖尖头污染。
 - b、避免针尖撞上样品表面。在快速扫描表面起伏大的样品时，应特别注意将扫描速度降低。
 - c、通过对针尖加脉冲电压的方法可以修饰针尖，使针尖污物脱离，同时使针尖更尖锐。
 - d、在进行原子级测量时，如果针尖并非一个原子，就会出现多针效应。这时可以调节偏压值和电流值，让针尖得到修饰，可能在多次往返扫描后就得到单原子的针尖。
 - e、对不同的样品应选择不同的偏压。通常对高序石墨这类导电性好的样品，可在 10mV~100mV 范围内选择，而对半导体样品偏压可达到几伏，对于生物样品偏压一般在 0.1V 左右。
- 3、实验结束后，一定要用“马达控制”的“连续退”操作将针尖退回，然后再关闭实验系统。

TEM 部分

一、表面复型技术

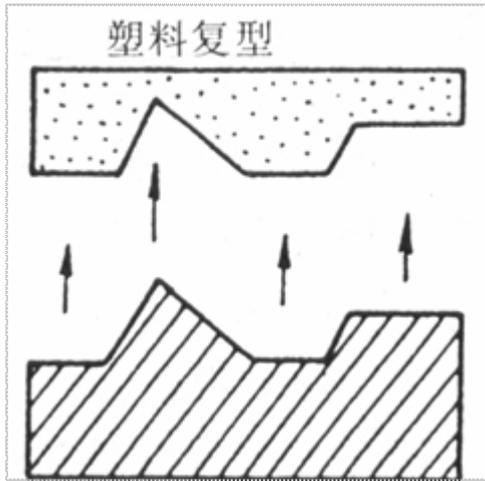
样品要求:

- 1、复型材料本身必须是非晶态材料。
- 2、复型材料的粒子尺寸必须很小，复型材料的粒子越小，分辨率越高。
- 3、复型材料应具备耐电子轰击的性能，即在电子束照射下能保持稳定，不发生分解和破坏。

复型方法:

1、塑料一级复型法

在已制备好的表面清洁的金相试样或断口样品上滴几滴体积浓度为 1%的火棉胶醋酸戊酯溶液或醋酸纤维素丙酮溶液，溶液在实验表面展平，多余的溶液用滤纸吸掉，待溶液蒸发后试样表面即留下一层 100nm 左右的塑料薄膜。将这层塑料薄膜小心地从试样表面揭下，剪成对角线小于 3mm 的小方块后，放在直径为 3mm 的专用铜网上，即可进行 TEM 分析。



图三 塑料一级复型结构示意图

特点:

- 1、制备方法十分简便，对分析直径为 20nm 左右的细节比较清晰。
- 2、只能做金相组织的分析，不宜做表面起伏比较大的端口分析。当端口高度差较大时，无法做出较薄的可被电子束透过的复型膜。
- 3、分辨率不高，电子束照射下容易分解。

2、碳一级复型法



图四 碳一级复型结构示意图

直接把表面清洁的金相试样放入真空镀膜装置中，在垂直方向上向试样表面蒸镀一层数十纳米的碳膜。把喷有碳膜的样品用小刀划成对角线小于 3mm 的小方块，然后把该样品放入配好的分离液中进行电解分离或化学分离。电解分离时，样品通过正电做阳极，不锈钢平板作阴极。不同样品选用不同的电解液、抛光电压和电流密度。分离开的碳膜在丙酮或酒精中清洗后便可置于铜网上放入电镜观察。

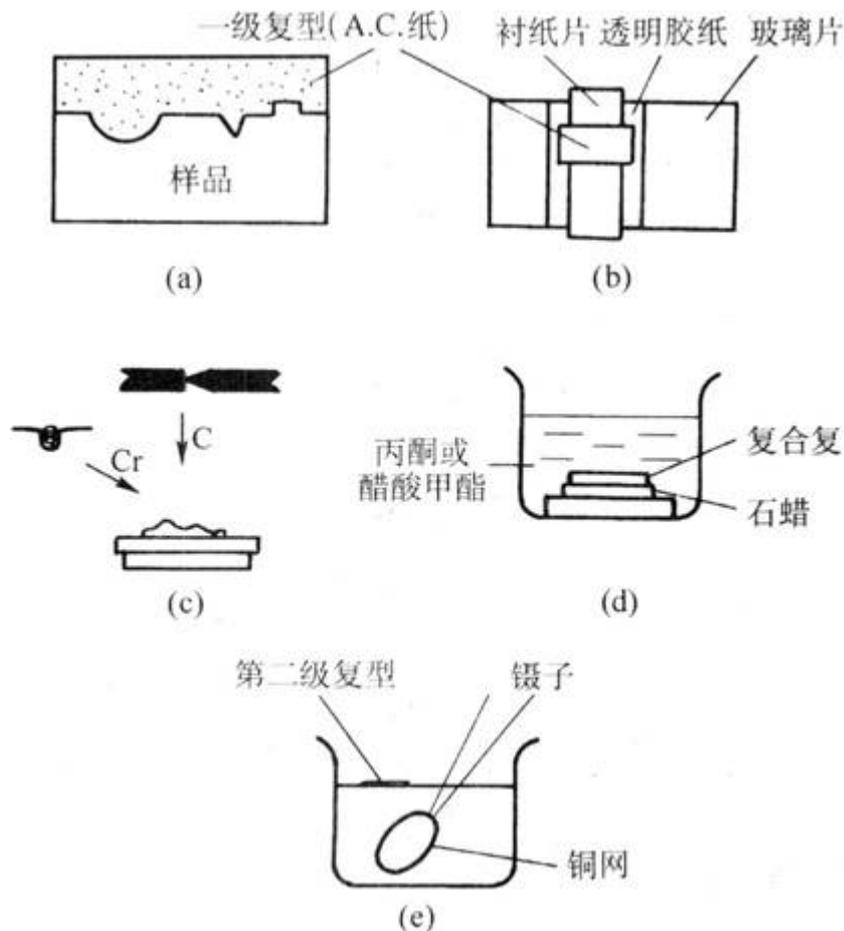
特点：碳粒子直径小，分辨直径可达 2nm；而且，碳膜厚度均匀；

3、塑料-碳二级复型法（目前应用最广）

1、在样品表面滴一滴丙酮，然后贴上一片与样品大小相近的 AC 纸（1-6% 醋酸纤维素丙酮溶液薄膜），如图中 a 所示。注意不要留下气泡或皱折。待 AC 纸干透后小心揭下。反复贴 AC 纸 3-4 次以去除腐蚀产物，将最后一片 AC 纸留下，这片 AC 纸就是所需要的塑料一级复型。

2、将 AC 纸复型面朝上平整地贴在衬有纸片的胶带纸上，如图 b 所示。将固定好的塑料复型放入真空镀膜装置中，先以倾斜方向“投影”重金属（图中的 Cr），再以垂直方向喷碳即得二级复型（如图中 c 所示）。碳膜厚用乳白色瓷片表面颜色变化估计，一般变成浅褐色时为宜。

3、将醋酸纤维-碳复合膜剪成小于样品铜网的小片，将生物切片石蜡溶化后滴在小玻璃片上，然后将小方块喷碳一面贴在烘热的小玻璃片上的石蜡上。待玻璃片冷却和石蜡凝固后，放在盛有丙酮或醋酸甲酯的有盖容器中，如图 d 所示，将第一级复型慢慢溶解。待醋酸纤维素溶解后，用铜网布制成的小勺把二级复型转移到清洁的丙酮中洗涤，最后转移到蒸馏水中，靠水的表面张力使二级复型平展并漂浮在水面上，在用镊子夹住样品铜网将二级复型捞起，如图 e 所示，放到滤纸上，吸水干燥后即可放入电镜中观察。



图五 塑料-碳二级复型法过程示意图

特点:

- 1、制备过程中不破坏样品原始表面。
- 2、最终复型是带有重金属投影的碳膜，稳定性和导电导热性好。
- 3、分辨率与塑料一级复型相当。

4、萃取复型法（可用于对第二相粒子的形状、大小和分布进行分析，同时还可对第二相粒子进行物相及晶体结构分析）

制备方法与碳一级复型相似，只是在金相试样腐蚀时应进行深度腐蚀，使第二相的粒子从基体中剥落。此外，进行喷镀镀碳时，厚度应稍厚，约为 20nm，以便把第二相粒子包络起来。蒸镀过碳膜的试样用电解法或电化学溶化基体，因此带有第二相粒子的萃取膜和试样脱开，膜上第二相粒子的形状、大小和分布仍保持原来的状态。

二、粉末试样的制备

1、胶粉混合法

在干净玻璃片上滴火棉胶溶液，然后在玻璃片胶液上放少许粉末并搅拌，再将另一玻璃片压上，两玻璃片对研并突然抽开，稍候，膜干。用刀片划成小方格，将玻璃片斜插入水杯中，在水面上下空插，膜片逐渐脱落，用铜网将方形膜捞出，待观察。

2、支持膜分散粉末法（待测粉末颗粒尺寸远小于铜网小孔）

先制备对电子束透明的支持膜，常用的有火棉胶膜、碳膜、火棉胶-碳复合支持膜。后将支持膜放在通网上，再把粉末放在膜上送入电镜分析。通过使用超声波搅拌器把带观察的粉末试样加水或溶剂搅拌成悬浮液，然后用滴管把悬浮液放一滴在黏附有支持膜的样品铜网上，静置干燥后即可观察。为防粉末样品被电子束打落而污染镜筒，可在粉末上喷一层薄碳膜，使粉末夹在两层膜中间。

三、薄膜制备技术

样品要求：

- 1、薄膜应对电子束“透明”，制得的薄膜应当保持与大块样品相同的组织结构。
- 2、薄膜得到的图像应当便于分析，所以即使在高压电子显微镜中也不宜采用太厚的样品，减薄过程做到尽可能的均匀。薄膜应具有适当的强度和刚性。
- 3、薄膜制备方法必须便于控制，具备足够的可靠性和重复性。

样品制备：

- 1、线切割：制备厚度约 0.20-0.30mm 的薄片。
- 2、机械研磨预减薄：用金相砂纸研磨至 100 μm 左右，不可太薄防止损伤贯穿薄片。
- 3、化学抛光预减薄：从圆片的一侧或两则将圆片中心区域减薄至数 100 μm 左右，从薄片上切取直径为 3mm 的圆片。
- 4、电解抛光最终减薄。