

# 冷场发射扫描电镜常用制样规范

## 纺织样品制样方法

通常的纺织样品，常为纤维、织物。但随着科技发展、交叉学科的不断渗透，现代意义上的纺织样品，已经非常广，但主要是一些非导电的有机类样品，比如：纳米级静电纺纤维、含有纳米颗粒的改性溶液、丝素蛋白生物材料等等。针对于这些样品，在制样过程中也需要一些实际的技巧如下：

### 1. 纺织类样品制样常用工具

(1) 样品台：不同 SEM 样品台有所区别，常用为铝制后带孔圆片形物件。根据样品需要，也有专门的断面样品台，斜面样品台，分区样品台等。各种式样的样品台，只要满足样品仓的需要都可以使用。也有一些特殊的 SEM 厂家需要使用样品杯，在杯中再放入样品台。我院扫描电镜推荐使用直径为 1 英寸、1.5 英寸、2 英寸的铝制后带孔圆片形样品台。

(2) 导电胶：导电胶常用为碳导电胶带、铝箔导电胶带、导电银胶等。我们常用的导电胶是碳胶带。

(3) 切片器：纺织上常用哈氏切片器，主要看纤维的断面。使用树脂把纤维包埋在一起并固定在切片器中，凝固后，使用锋利的刀片做切片然后再粘贴到样品台上。这种方法在光学显微镜时代比较通用，在电镜上也可以用，不过使用专用的断面样品台可以直接放置到把断面放置到样品台中。对于纺织生物样品主要使用超薄切片器，或者使用液氮冷冻以后再切片。

(4) 离子溅射仪：俗称喷金仪。当然也不局限于喷金，也有喷铂、喷碳、喷等溅射其它金属导电层。为了增强样品的导电性，一般使用离子溅射仪对样品进行镀膜处理。离子溅射仪常用参数有两个，电流与时间。电流常用 10mA，过高容易损伤样品，时间根据样品的不导电情况进行选择。纺织上常用的样品喷金即可，对于某些具有 10nm 甚至更小细节的样品，则谨慎喷金，也可以喷更加细腻的铂金。

(5) 背底片：需要拍摄清晰干净背景的 SEM 照片时，可以使用硅片、导电玻璃片、铝箔等粘贴在样品台上。

### 2 纺织类样品制样通用原则

(1) 单纤维类样品：纺织类单纤维类样品首先把导电胶带贴到样品台上，而后直接把纤维粘结到导电胶上，或者把纤维两端粘上导电胶（如图 1A、B）。粘贴过程中一定要保证粘贴牢固，避免样品在样品仓内飘动或被电子枪镜头吸附。在低真空模式、减轻电荷模式下可以不喷金直接观看。也可以喷金 30S，再拍摄，获得更好效果。

(2) 纤维束/纱线样品：纺织类纤维束/纱线类样品由于导电性差，使用导电胶难以接触到所有的纤维，一般需要喷金 60S，再拍摄。在制样过程中，保持纱线松散，竟可能让每根纤维能够喷到金。如果只是为了看其中的纤维，建议直接从纱线中拆下单根纤维制样。

(3) 织物类样品：织物类样品一般使用视频显微镜就足够观察。实在需要上 SEM，则把导电胶带贴到样品台上，剪很小一块样贴在导电胶上。然后喷金。同样如果是为了看织物上的纤维改性情况，把纱线或纤维拆开以纤维制样即可。

(4) 静电纺丝样品：纺织中静电纺丝样品多为亚纳米级纤维组成的纤维毡。如为了观察纤维毡纤维与纤维的关系，可以直接剪下一块纤维毡粘贴在导电胶上，再粘贴到样品台中（如图 1C），但不宜过厚，越厚的纤维毡需要喷金越多。如果为了观察与分析其中单根纤维的结构，则使用导电胶黏贴纤维毡上的一点纤维即可，然后再粘贴到样品台上，如果量少可以不喷金，量多需要喷金。

(5) 粉末、块状固体样品：普通较小粉末样品，可以使用牙签挑一点撒在贴上导电胶的样品台上（如图 1D）。使用吸尔球或者压缩空气吹落多余未粘牢的样品。有纳米细节或者分散不好的样品可以使用不溶解、不反应的液体超声分散，而后直接滴在样品台上，或者到硅片再粘到样品台上，再喷金。对于较大块状物体，无特别需要，建议把它粉碎后作为一般小粉末样品处理。

(6) 溶液样品：直接滴在样品台上，或者滴到硅片、导电玻璃上，再粘到样品台上（如图 1E）。保证溶液干透后再喷金。

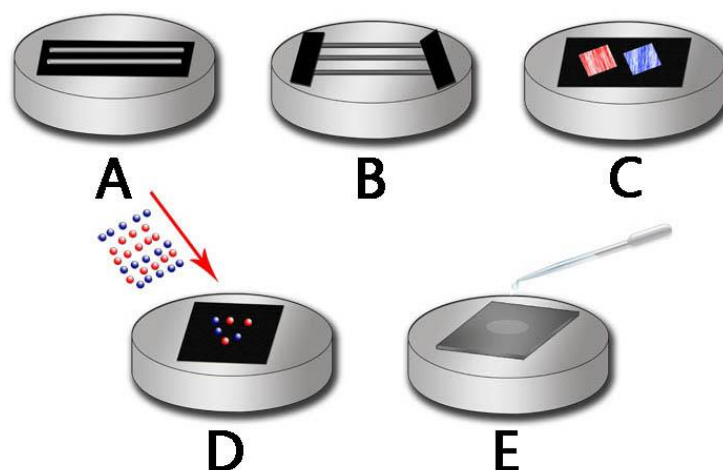


图 1 各种制样方法

A、B 粘贴纤维制样；C 粘贴织物、非织材料制样；D 固体粉末制样；E 溶液制样