

陶瓷材料电镜前处理制样

背景：

电子显微镜是我们目前常用的材料表征手段之一。其中透射电子显微镜（TEM）对样品大小有极高的要求，需要直径大小不超过 3mm 的薄片，因此在进行最终减薄之前，我们需要对样品进行快速有效的精细的机械减薄处理。本文中用到的样品材料是锆钛酸铅系陶瓷。

实验部分：

首先要进行仪器的准备

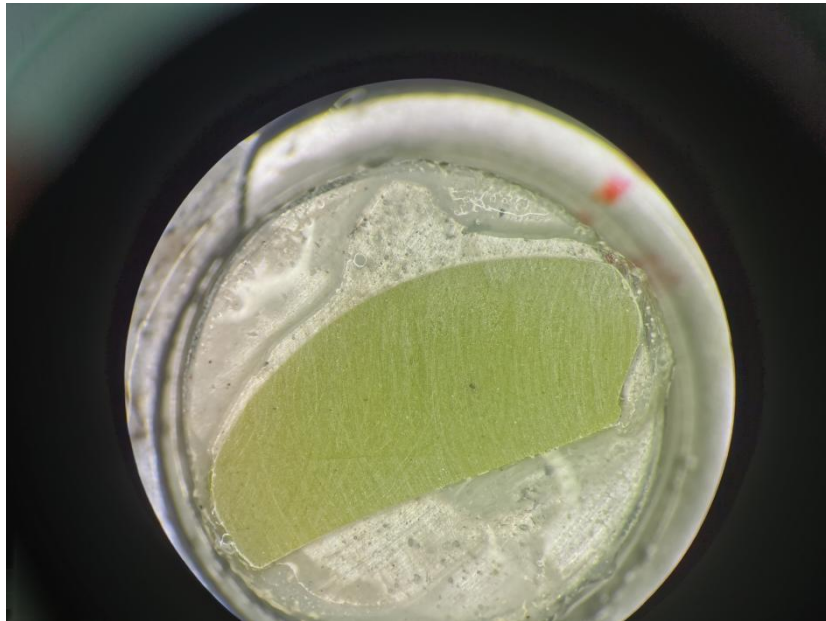
1.1 仪器设备：徕卡精研一体机（EM TXP）、徕卡超景深视频显微镜 DVM6



图一 EM TXP 图示

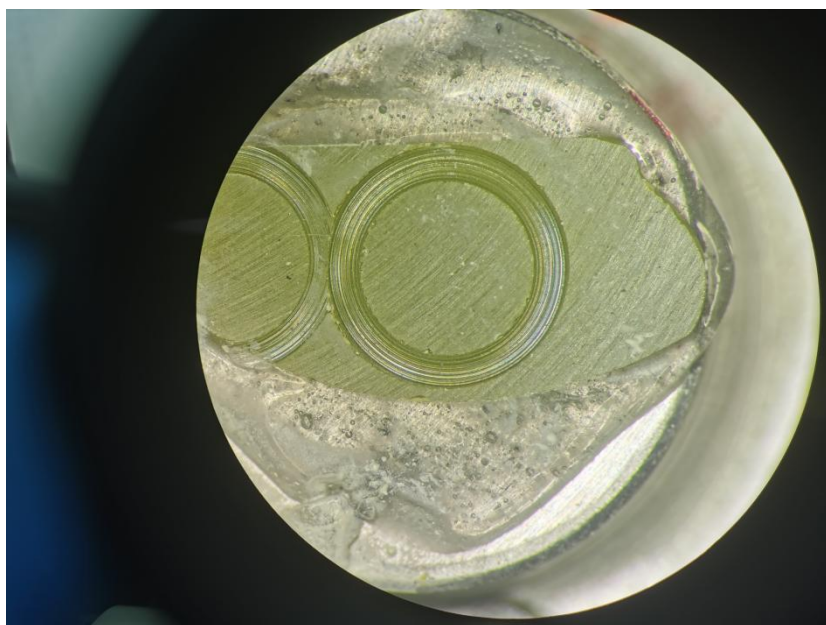
2.1 样品处理:

将样品用低温蜡粘在样品台上，调节角度使样品面平行于磨盘，使得磨抛时有平整面。



图二 样品研磨之前图示

采用直径 3mm 的高速钻头对样品进行钻孔，钻孔深度 150um。



图三 样品钻孔图示

样品经过钻孔后将样品取下并翻面贴回样品台，再设置好自动研磨功能，采用定量研磨功能，将样品磨穿，得到直径 3mm 的小圆片就可以了。

研磨参数：

压力阈值：8N

研磨步进：0.5um

转速：2500rpm

移动速率：0.3mm/s

60um：磨到小圆片露出，每向下磨 100um 换一张



30um：2 张，每 20um 一张



9um：1 张，磨 10um



3um：1 张，磨 3um

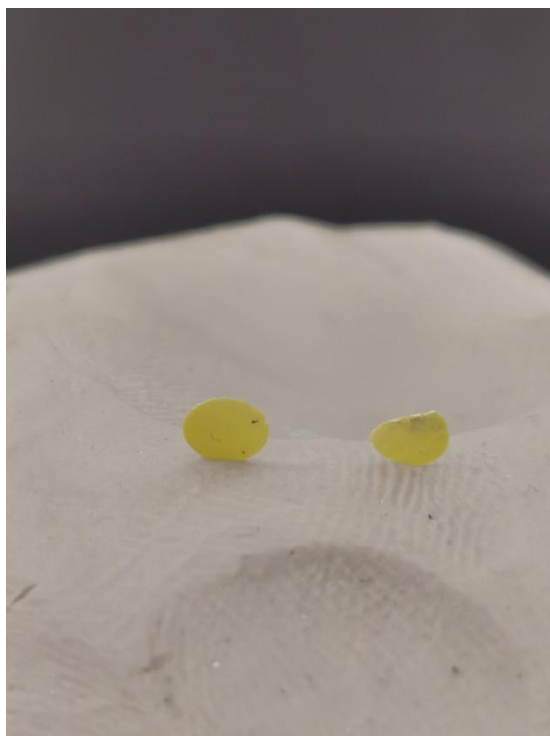


0.5um：1 张

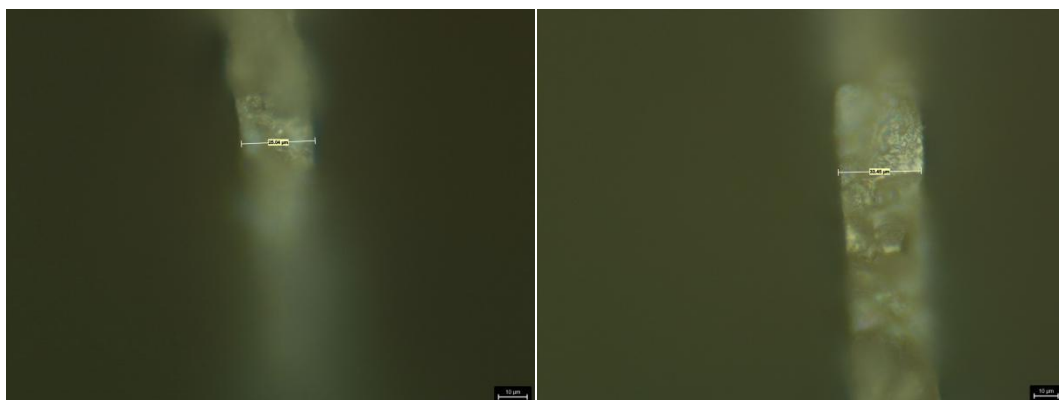
结果与讨论：

3.1 样品结果

经过研磨，最终我们得到了 3mm 直径的小圆片，再通过显微镜观察，可以测量出它们的厚度在 20-30um。



图四 直径 3mm 小圆片



图五 高倍镜下样品侧面

总结：本文采用了徕卡 EM TXP 精研一体机，对于处理像陶瓷片这类易碎的样品，我们可以使用它的自动研磨功能，设置好需要磨削的厚度，磨削速率、压力阈值等条件后，使其进行自动磨削，有效地防止样品在研磨时候的碎裂。徕卡精研一体机能精细快速有效地将小样品进行研磨切割处理而不对其造成损伤。