

应用案例 | 徕卡超薄切片在 高分子材料中的应用

领拓仪器 2024年02月02日 17:27 广东



领拓仪器
L-Victor Tycoon

Leica

MICROSYSTEMS

领拓仪器



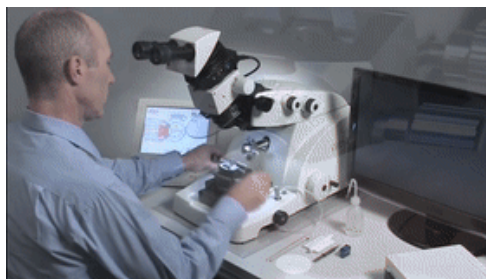
01 样品夹持

对高分子材料样品进行超薄切片时，如何做好样品夹持非常重要。

块状样品可以用通用型样品夹夹持固定；片状样品可以做成三明治结构，用样品夹具夹持固定。如有必要，样品需要进行树脂包埋。

对于极小的样品，可以用胶把它粘在AFM样品夹具表面上，也可直接用AFM样品夹具夹持。对于冷冻超薄切片，样品可以用冷冻包埋剂包埋（冷冻包埋剂EMS NO:72592）或者固定在冷冻样品Pin上。

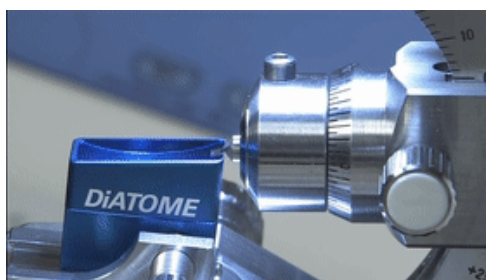
- 块状样品，切取一小块 $1\times1\times1\text{ mm}^3$ ，用饱和蔗糖溶液固定；
- 片状样品，切取一小片，用饱和蔗糖溶液固定。



02 完美修块

完美修块是得到完美切片条带的前提。

利用超薄切片机中的自动修块功能，借助修块刀可获得更加精细的样品面。样品面的造型可根据材料性质进行选择，例如修成梯形。



在切片时，第二张片子可有力推动前一张片子在水面前进；修成特殊型，可以避免片子与片子粘连在一起。



- 样品面越小越容易切片
- 样品侧面的光洁度影响切片质量
- 静电发射器调至最大，吹走碎屑

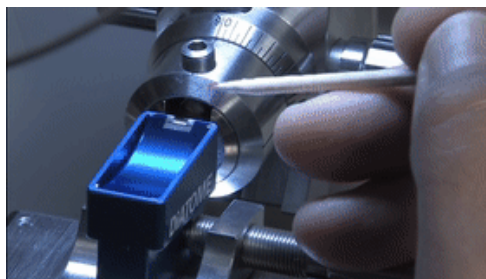
需要的超薄切片越薄，样品面需要修得越窄。其相关性如下：

切片厚度	样品面宽度
1 μm	1 mm
100 nm	0.5 mm
80 nm	0.4 mm
70 nm	0.3mm
60 nm	0.25mm
50 nm	0.2 mm

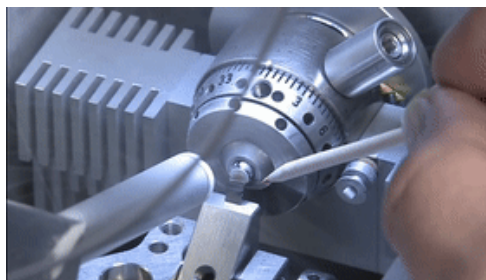
03 超薄切片取片

超薄切片取片非常关键。

常温超薄切片通常采用**湿切**的方法，即切片刀刀锋后带有水槽，切片会借助水的表面张力作用延展漂浮在水面上，取片相对简单；



冷冻超薄切片常采用**干切**的方法，其难点是冷冻切片时会产生静电，并且切片会发生卷曲，因此冷冻切片时，通过静电发生器消除荷电，用睫毛笔牵引切片非常重要，取片也相对较难。



常温超薄切片取片方法

▲ 盖片法

优点：简单

缺点：可能会有切片重叠

▲ 捞片法

优点：切片平整，位置可控，视野中央

缺点：左右手配合要好，铜网需要亲水

备注：徕卡EM ACE系列镀膜可以选配或加配辉光放电功能，用于铜网亲水化

▲ 利用捞片圈

优点：简单，切片平整

缺点：位置可能偏离中心

冷冻超薄切片取片方法

01

利用捞片圈，蘸一滴2.3M蔗糖溶液，即将固化时取片，室温融化后，转移到铜网上。

优点：成本低，操作简单

缺点：样品接触水和蔗糖；由于吸附于球面的蔗糖溶液表面，表面张力会促使切片扩张变形。

02

利用一片铜网直接取片，之后利用另外一片铜网压平切片。

优点：样品不受污染

缺点：切片不平，操作困难，用镊子固定铜网过程中碰到刀锋的风险性很高

03

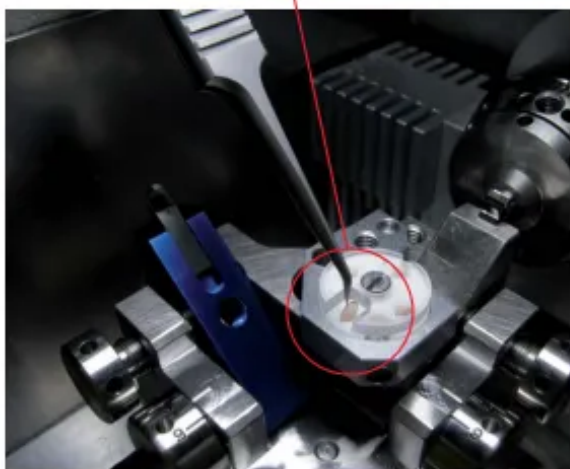
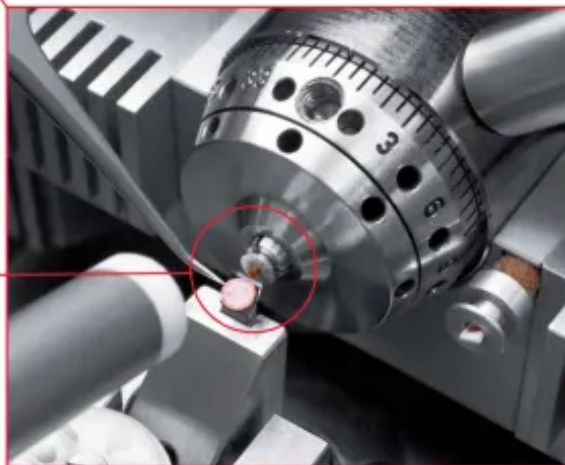
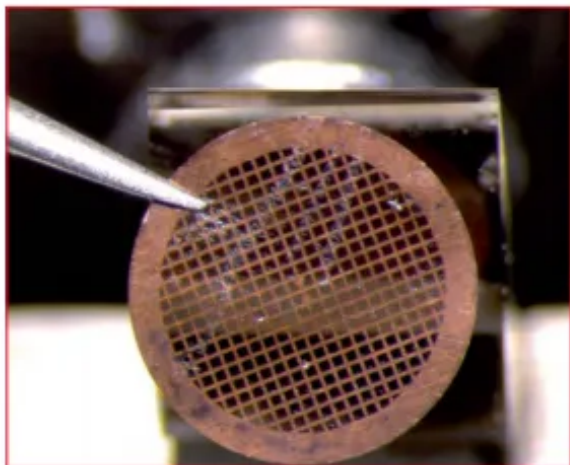
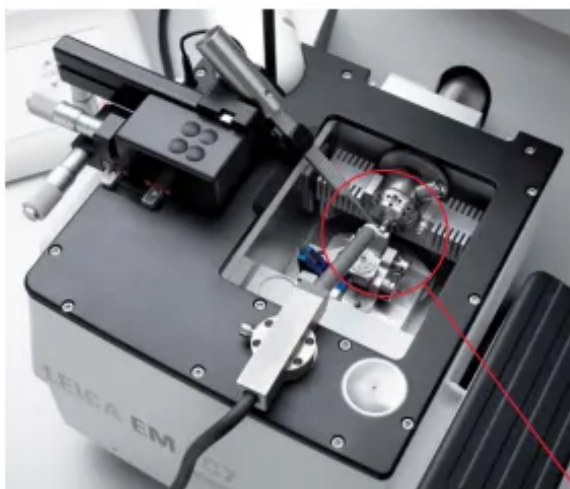
采用微操作器进行冷冻切片收集。

优点：收集冷冻切片，无污染，无变形；借助静电发生器充荷电功能，可使冷冻切片平整吸附于铜网表面

缺点：造价较高

微操作器的使用步骤

- 1.利用专用镊子，夹住一片铜网
- 2.通过微操作器，移动铜网x, y, x方向位置
- 3.使得铜网处于钻石刀口合适位置，然后整体一步回撤铜网至安全位置
- 4.切片，并用睫毛笔牵引切片条带
- 5.将铜网整体一步推行至原调好的位置，将切片条带放在铜网上，切换至施加负电荷模式，将切片吸附在铜网上
- 6.多次重复，得到多条切片条带



备注

在冷冻切片过程中，静电发生器调节至关重要。冷冻切片时，样品与钻石易于与表面摩擦会产生电荷，导致切片无法顺利成条带，因此需要调节静电发生器消除荷电。具体调节方法如下：

如果切片上扬需要降低电压强度；

如果切片粘在刀口上则需要进行以下操作：

- 增加电压强度
- 减小样品面宽
- 减少电极与刀口距离



领拓仪器可以提供更多电镜制样解决方案，满足电镜制样多样需求，欢迎留言交流。

更多品牌信息



领拓客服



视频号



领拓检测



领拓检测



领拓检测

L-Victor Tycoon



点分享



点收藏



点点赞



点分享

应用案例 · 目录

上一篇

应用案例 | 钢铁中碳硫氧氮氢成分分析方法

下一篇

应用案例 | 低温超导材料NbTi的金相制备

