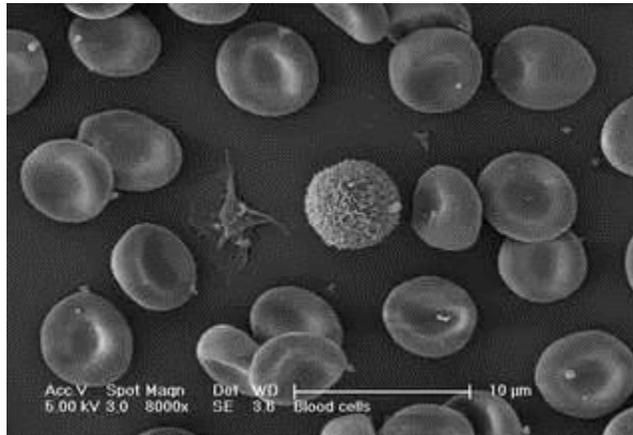


# 苦于样品干燥时受损？手动操作再现性低？临界点干燥让制样的小船不再说翻就翻！



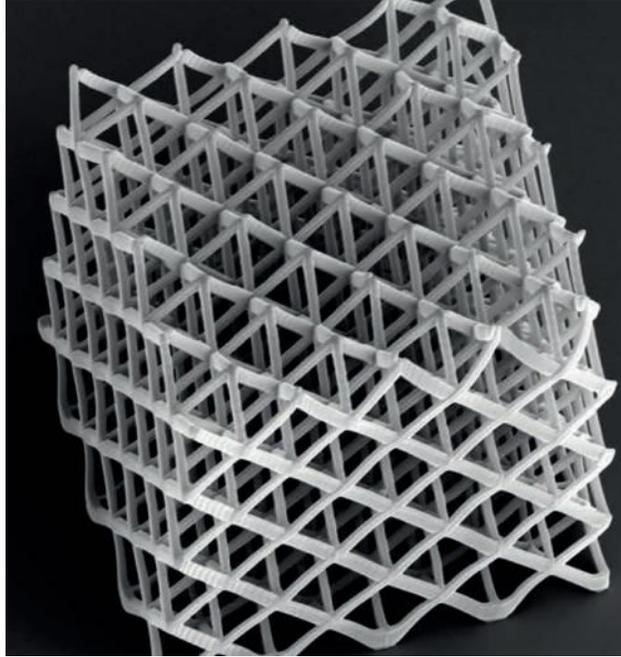
临界点干燥技术是对易损样品进行干燥处理，以便用于扫描电子显微镜检测的有效方法。它能够保护试样的表面结构，在试样经历从液态到气态的转变过程中，避免其表面结构因表面张力而受到损伤。过去，使用临界点干燥技术非常耗时，因为需要进行诸多手动操作，导致试样的再现性非常低。进行干燥前，通常需要对很多生物样品进行固定和脱水处理，干燥后，利用黄金、铂金或钯等金属进行镀膜，令样品表面具备导电性，以供扫描电子显微镜分析之用。

## 导论

扫描电子显微镜 (SEM) 的用途之一就是生物学领域的表面形态研究，这项研究需要保留试样的表面细节。由于电子显微镜 (EM) 需在真空条件下正常工作，因此，用于电子显微镜成像的样品必须经过干燥处理。样品的水分子会影响真空镜筒，进而妨碍样品成像，此外，它还会在研究中造成样品出现较大程度的变形或受损。水对空气有较大的表面张力。在蒸发（自然干燥）过程中，液、气相界面产生表面张力，会造成切向力，从而对试样的纳米和微观结构发生作用。

## 临界点干燥技术

**临界点干燥技术是保护样品形貌的最先进方法。**在临界点处，液相和气相的物理特性无法区分。当化合物处于临界点时，液相与气相的界面消失，液相或气相可相互转化，且能够保持样品不受损。利用处于临界点的水对样品进行脱水的方法不可行，因为水的临界温度是 374 °C，临界压力是 229 个大气压，在这种条件下，任何生物样品都将被破坏。为克服这一难题，可以用液态二氧化碳 (CO<sub>2</sub>) 代替水，它的临界温度是 31 °C，临界压力是 74 个大气压，更适用于所有生物领域，从技术层面说，也相对容易维持。

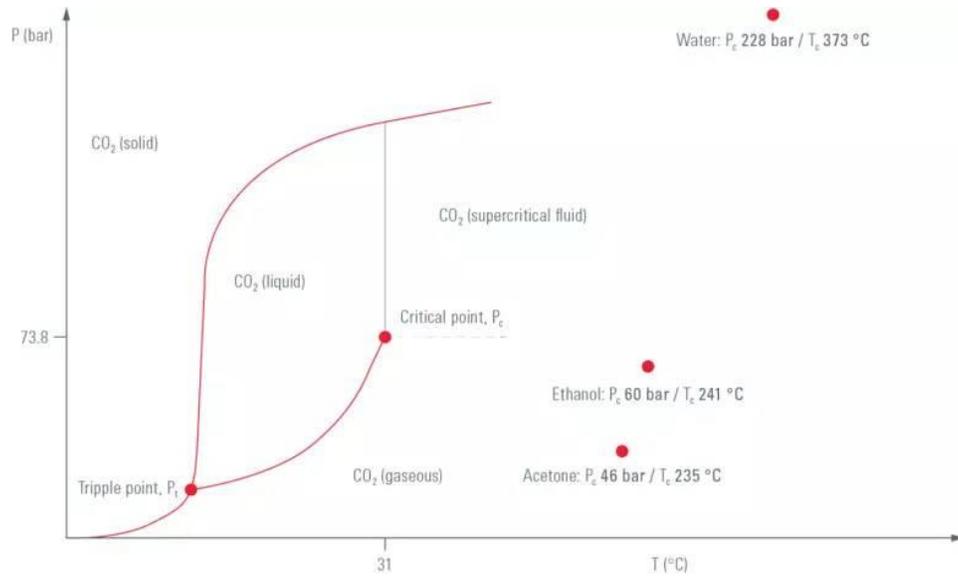


但是， $\text{CO}_2$  充当过渡液存在一个严重的缺陷；它不可与水混溶。因此，必须用能够同时与水和液态  $\text{CO}_2$  混溶的交换液来代替水，例如，乙醇、丙酮等。上述交换液的临界点温度较高（乙醇：临界压力：60 个大气压/临界温度：241 °C；丙酮：临界压力：46 个大气压/临界温度：235 °C），因此，不可用于临界点干燥技术。

在样品预处理步骤中，用交换液代替水，然后再用液态  $\text{CO}_2$  代替交换液，随后，液态  $\text{CO}_2$  将达到其临界点，保持恒定的超临界点温度，降低压强，即可让  $\text{CO}_2$  从液相转变成气相。

### $\text{CO}_2$ 压力/温度相图

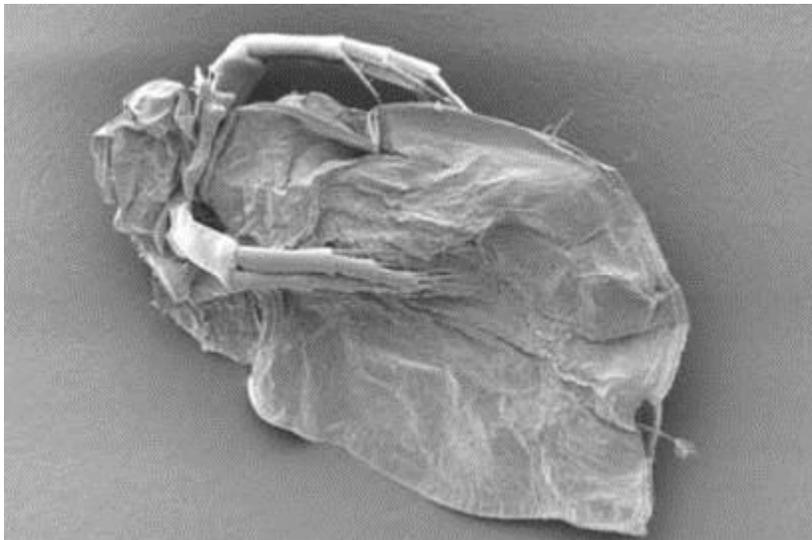
三相点：固态、液态和气态三相物理特性处于共存状态；  
临界点/超临界液体：液态和气态共存状态



## 对比

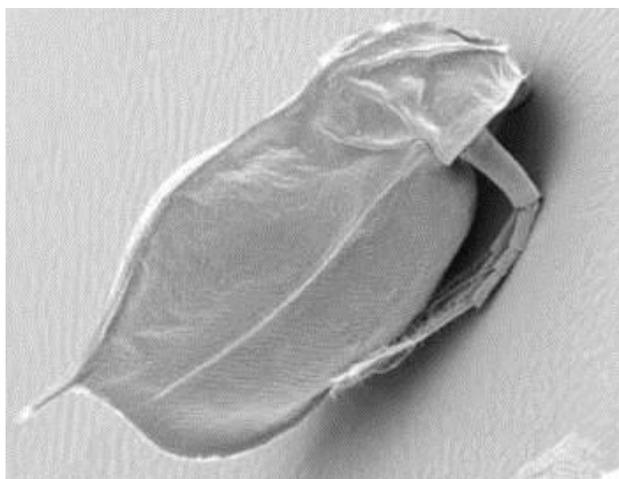
空气干燥法与临界点干燥技术之间的对比：

空气干燥法制备的样品（水蚤）



临界点干燥技术制备的样品

（水蚤）

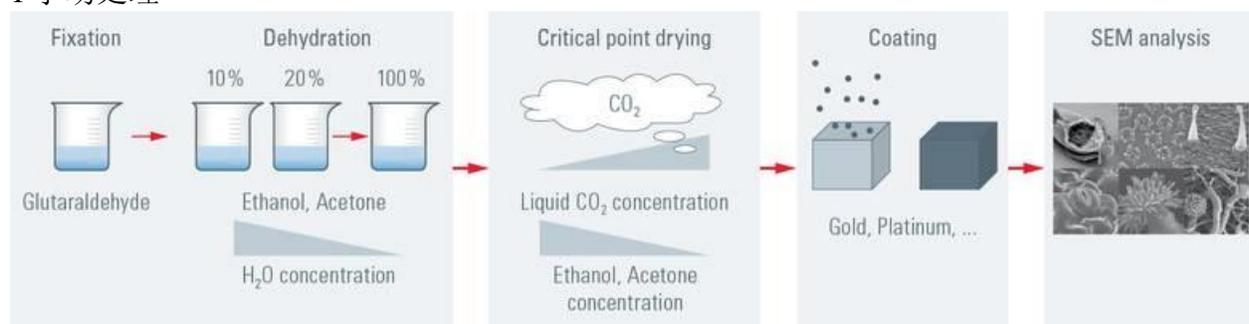


## 分析的工作流程

### CO<sub>2</sub> 压力/温度相图

标题

#### 1 手动处理



#### 2 自动处理

固定：交联蛋白，增强机械稳定性和热稳定性。脱水：逐步提高交换液浓度以替换样品中的水。CPD：用液态 CO<sub>2</sub>（清洗）代替交换液，随后进行临界点干燥。镀膜：令样品具有导电性，以便进行 SEM 分析。



本文经 Leica Microsystems Science Lab 许可翻译。若需引用或转载，请联系我们，注明源自徕卡显微系统，并保留徕卡显微系统、Science Lab 及原作者相关版权信息。

**徕卡服务热线：400 820 8932**

