

一种电子显微原理教学装置在扫描电镜实验课中的应用

艾峥嵘^{1,2}, 于凯³, 高美琪^{1,2}, 郭丹^{1,2}, 杨波^{1,2}

(1. 东北大学材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳, 1108192. 东北大学材料各向异性与织构教育部重点实验室, 辽宁 沈阳, 1108193. 东北大学冶金学院, 辽宁 沈阳, 110819)

摘要: 扫描电镜分析是一种广泛应用于科研和生产中的重要分析表征手段, 也是理工类专业本科生和研究生仪器分析课程的重要组成部分。在实际教学中, 让学生深入、直观地认识电子束与样品的相互作用区域, 理解扫描电镜的基本原理和电子信号成像过程, 是课程的重要内容。设计了一套实验教学装置, 通过模块化的演示与教学, 将电子显微镜及能谱仪抽象的原理和使用过程简化。教学装置构造简单, 易于操作。对于学生深入理解扫描电镜原理及其今后的实际应用具有重要意义。

关键词: 扫描电镜; 电子显微原理; 能谱分析; 教学装置

中文分类号: G642.3

文献标识码:

Application of an Teaching Device in Scanning Electron Microscopy Experiment

Ai Zhengrong^{1,2}, Yu Kai³, Gao Meiqi^{1,2}, Guo Dan^{1,2}, Yang Bo^{1,2}

(1.School of Material Science and Engineering, Northeastern University, Shenyang 110819, China;2. Key Laboratory for Anisotropy and Texture of Materials (Ministry of Education), Northeastern University, Shenyang 110819, China;3.School of Metallurgy, Northeastern University, Shenyang 110819, China)

Abstract: As a widely used technique, scanning electron microscopy is very important in the experimental course of undergraduate and graduate education. During the class, it's essential to let the students understand the interaction section of electrons, basic principles of scanning electron microscopy and electronic signal imaging process. The authors design an experimental teaching device. Through modular demonstration and teaching, the abstract principle and application process of electron microscope and energy spectrometer are simplified. The teaching device is simple in construction and easy to operate. It is of great significance for students to understand the principle of scanning electron microscopy and practical application in the future.

Keywords: scanning electron microscope; electron microscopy principle; energy spectrum

analysis; teaching device

扫描电子显微镜(Scanning Electron Microscope, SEM)作为一种重要的材料表征与分析大型仪器设备,具有分辨率高、景深大、立体感强、样品制备简单、样品室空间大、放大倍数连续可调等特点,是研究和检测材料的重要手段,已被广泛应用于材料学、物理学、化学化工、生命科学、医学等领域^[1-4]。目前,扫描电镜作为一种大型综合分析工具,广泛应用于科研与教学中,许多工科院校在本科生的实验教学以及交叉学科的创新实验教学中均涉及到扫描电子显微镜实验教学课程。但教学过程中还普遍存在结构陈旧、方式单一、考核不合理、学生动手和创新能力较弱等问题。

针对当前专业认证背景下扫描电镜实验教学中存在的问题,基于“金课”的视角重新审视材料学科专业实验课程教学中存在的短板和弊端,进行了扫描电子显微镜课程实验教学改革探索,以培养“厚基础、强能力、宽适应”的创新型人才为目标,旨在提升和加强材料类专业学生的工程教育质量,培养具有创新意识和具有初步解决复杂工程问题能力的材料类专业技术人才。

1 实验教学存在的问题

1.1 空间限制

教学空间是开展实验教学的首要保障,属于教学设施建设的基本方面。SEM 等大型贵重科研仪器(简称大仪)安装条件要求苛刻,对安装场地的电场、磁场以及震动、噪声等均有较高的要求。清华大学、北京大学均发生过因地铁折返线造成振动,进而影响电子显微类仪器分析而导致设备转场的案例。因此,大仪安装的首要因素是场地合规。此外,电子显微类仪器附件较多,为避免噪音干扰,高低压设备、真空设备、制冷设备、气源等需要设置单独的操作间隔离,这会占用较多的房屋空间,造成了仪器安装场地容纳空间有限,限制了大规模教学活动的开展。

1.2 时间限制

SEM 做为物质结构研究的重要手段,应用领域广泛,服务需求饱满。随着国家对大型仪器投入的增加,虽然国内高校 SEM 购置数量逐年增多,但是相对比学生人数,仍存在人均台套数不足的问题。除此之外,受到仪器故障等不确定因素的影响,尤其是维修周期长带来的机时浪费问题,更加剧了仪器资源短缺的局面。因此,在高校扫描电子显微镜实验教学开展过程中,一般只能提供有限的操作时间,无法满足学生多样化的使用需求。

1.3 使用限制

SEM 属于大型贵重仪器,价值昂贵,一般配备能谱仪(EDS)、背散射电子衍射仪(EBSD)的设备均值在 300 万元以上,且操作复杂,注意事项较多,缺乏理论基础与上机实践很难短时间熟练使用。因此,在高校传统“电子显微方法及应用”实验教学过程中,一般仅对仪器原理进行阐述,对实物进行短时间、小范围参观,无法满足每位学生动手操作的教学目标,只能由负责教师或者个别学生进行演示操作,实操阶段学生的参与程度不高,无法锻炼学生的动手能力,制约了相关课程实验教学目标与开放性实验设计的安排。

2 教学装置在实验课中的应用情况

该教学装置为“电子显微及能谱原理实验教学装置”,应用于我校材料科学与工程学院《材料表征技术》课程的实验教学中,依托的实验教学项目为“扫描电子显微镜图像分析”,教学学时为 2 学时,实验目的主要为:1)了解扫描电子显微镜的结构和基本原理;2)了解扫描电子显微镜电子信号的成像过程;3)学习用扫描电子显微镜对材料的形貌、微区成分进行分析。教学装置实物图如图 1 所示。



图 1 教学装置实物图

2.1 扫描电子显微镜的结构和基本原理教学部分

概括起来,扫描电子显微镜包括电子光学系统(电子枪、电磁透镜、扫描线圈、消像散器、光阑、样品室等),信号收集及显示系统,真空系统,电源及控制系统。所有以电子作为激发源的设备正常运行都需要维持一定的真空条件。通常,电子显微类设备在镜筒和样品仓之间会设置气动阀门(电子束开关)。在取换样品时阀门关闭,镜筒与样品仓隔离为相互独立的体系;当样品仓真空条件符合使用要求后,阀门打开,镜筒与样品仓连通,电子可由镜筒出射至样品仓,与样品仓内样品进行相互作用,从而获得信号^[5]。在本部分教学过程中,除通过电镜室内的实体扫描电镜向同学们讲授电镜的主要结构外,通过该教学装置着重向同

学们强调可变真空及电子束开关操作过程逻辑关系，如图 2 所示。



图 2 可变真空逻辑关系

2.2 扫描电子显微镜电子信号的成像过程教学部分

扫描电子显微镜的工作原理是由电子枪发出的电子束在加速电压（通常 200V~30kV）的作用下，经过 2-3 个电磁透镜组成的电子光学系统，电子束被聚成纳米尺度的束斑聚焦到试样表面。由于该部分教学内容是封闭在电镜镜筒内部，无法用肉眼直接观察到的，利用可见光模拟电子光源，演示电子束由 30 μm 左右的电子束最终被汇聚为直径 1 nm 的束斑过程，如图 3 所示。

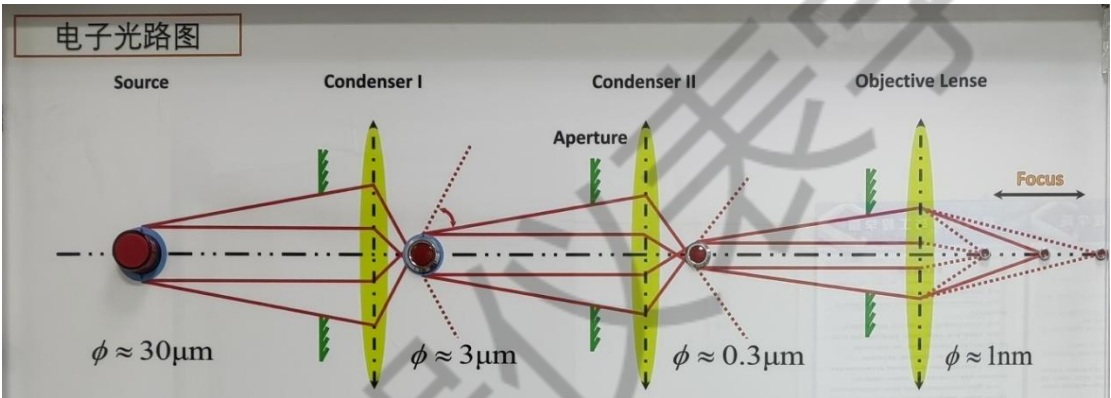


图 3 电子光路

电子枪产生的高能电子束轰击试样表面时，入射电子与试样的原子核和核外电子产生弹性散射和非弹性散射作用。高能电子束激发出反映试样形貌、结构和成分的各种信号（图 4），如二次电子（SE）、背散射电子（BSE）、透射电子（TE）、俄歇电子、特征 X 射线、连续 X 射线（轫致辐射）、阴极荧光（CL）、吸收电子（AE）、电子束感生电流等。在图 4 的教学部分着重向同学们强调二次电子、背散射电子及特征 X 射线所能实现的检测功能。

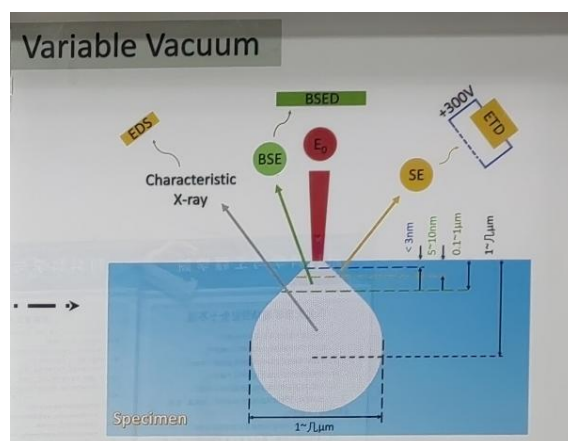


图4 扫描电子显微镜中用于成像和检测的主要信号源

电子光源成像不能直接观察，电子与试样表面相互作用产生的信号被相应的探测器接收，经过放大器、调制解调器处理后，在显示器相应位置显示不同的亮度，形成符合我们人类观察习惯的反映试样二维形貌的图像或者其他可以理解的反差机制图像。电子显微成像过程为逐行扫描、逐点成像，扫描成像过程如图5所示，通过该过程的演示可以帮助同学们更容易地理解图像扫描的过程。

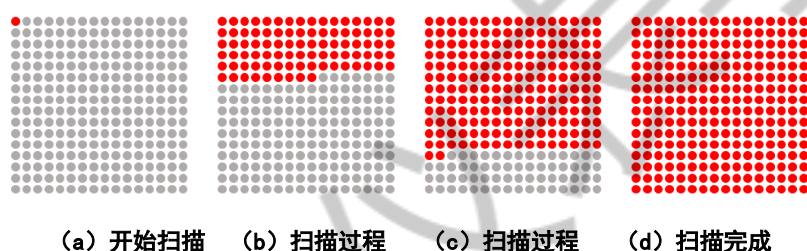


图5 电子扫描成像过程示意图

电子光源成像时，如果样品所在位置的微区处于电子束汇聚最亮斑的区域内，那么此处信号亮度最高，图像最清晰；反之，图像模糊。通过该装置的动态演示过程，使同学们更好地理解正焦、过焦及欠焦时电子束的聚焦位置，同时结合在电镜端操作的实际图像加深对该部分内容的理解。

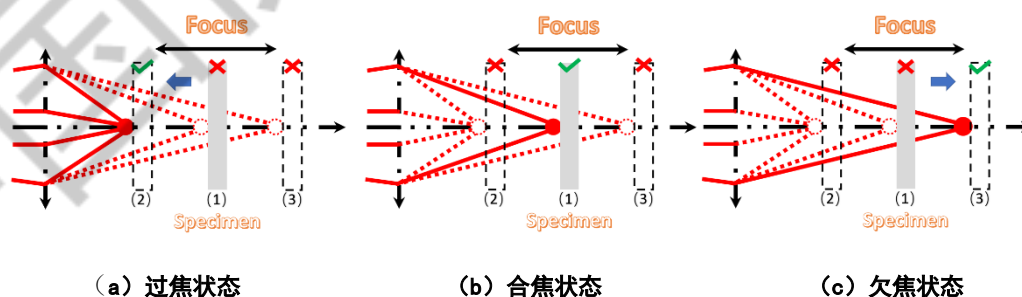


图6 电子束聚焦过程示意图

2.3 扫描电子显微镜微区成分分析教学部分

能谱仪通过识别元素受激后产生的特征 X 射线能量，定性和定量分析元素的种类与含量，响应速度快，分析准确，已成为微区分析的重要手段^[6]。信号产生机理如图 7(a) 所示，通过教学装置上的该部分，帮助同学们复习重要理论知识的同时，还可以结合实际操作实验，理解能谱成分分析的相关知识点。

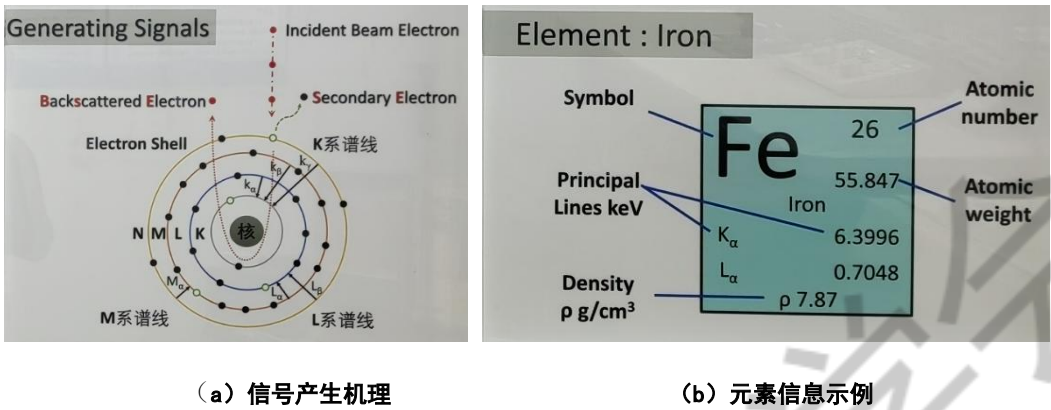


图 7 成分分析教学部分

3 结语

针对电子显微镜实验教学过程中原理抽象、操作繁琐等问题，自行设计、制作了“电子显微及能谱原理实验教学装置”，将电子显微过程的重点、难点通过原理演示模块体现，将使用过程中涉及的主要操作逻辑，通过应用演示模块体现，将涉及的主要基础理论知识，通过教学模块体现。该装置已在《材料表征技术》课程的“扫描电子显微镜图像分析”实验项目中应用了 3 年，教学效果良好。

参考文献:

- [1] 李桂英, 李建开, 刘政鹏. 扫描电镜在钢铁质量控制方面的应用[J]. 山东冶金, 2021, 43(4): 37-39.
- [2] 焦淑静, 薛东川, 周晓峰, 等. 页岩有机碳含量的扫描电镜估算方法[J]. 电子显微学报, 2021, 40(4): 406-413.
- [3] 于川茗, 李林, 蔡毅超. 扫描电镜在电池材料领域的应用[J]. 电子显微学报, 2021, 40(3): 339-345.
- [4] 杨梅花, 郑新开, 刘升学, 等. 4 种睡莲花粉形态的扫描电镜观察[J]. 电子显微学报, 2022, 41(1): 61-64.

[5] 于凯, 艾峥嵘, 杨澈, 等. 电子显微及能谱原理实验教学装置设计[J]. 中国现代教育装备, 2022, (387): 68-71.

[6] 张大同. 扫描电镜与能谱仪分析技术[M]. 广州: 华南理工大学出版社, 2009.

中国仪器仪表杂志