

贵州大学 SUPRA40 场发射扫描电子显微镜管理及应用案例

欧梅桂^{1,2,3}, 杨娜^{1,2,3}, 刘若絮^{1,2,3}, 梁益龙^{1,2,3}

(1.贵州大学材料与冶金学院; 2.高性能金属结构材料与制造技术国家地方联合工程实验室; 3.贵州省材料结构与强度重点实验室, 贵州 贵阳 550025)

摘要: 场发射扫描电子显微镜作为现代高分辨率电子显微技术的重要工具, 具有极高的空间分辨率和较低的样品损伤能力, 其广泛的应用涵盖了材料科学、纳米技术、生物医学、化学以及半导体工业等多个领域。本文以贵州大学材料与冶金学院 SUPRA40 场发射扫描电子显微镜仪器为案例, 从管理规范、日常维护、应用案例及所取得的成果等方面进行介绍, 相关经验可为其他仪器管理者提供参考。

关键词: 场发射电子扫描显微镜; 管理; 维护; 应用; 成果

1 引言

场发射扫描电子显微镜 (FE-SEM) 是基于电子显微技术发展起来的一种重要工具, 它结合了场发射技术和扫描电子显微技术的发展成果^[1]。自 1930 年代首次提出电子显微镜概念以来, 经过多年的技术积累, 到了 1960 年代场发射技术逐渐成熟^[2]。场发射电子显微镜使用了场发射源, 能够提供更高的分辨率和更好的图像质量, 被广泛应用于材料科学、生物学等领域的重要研究工具, 尤其是在观察纳米级材料结构和表面形貌时具有不可替代的优势^[3-5]。FE-SEM 的核心工作原理基于场发射现象和电子束扫描成像。其主要工作流程如下:

1. 场发射源 (电子发射): 与传统 SEM 不同, FE-SEM 使用场发射电子源, 通常为尖锐的金属针尖 (例如钨或尖晶石), 当施加强电场时, 电子从金属表面通过量子隧穿效应被发射出来。场发射源具有高亮度和窄能量分布, 因而可以产生非常细的电子束。

2. 电子加速: 发射出的电子通过加速电场达到非常高的速度, 通常在 0.5-30 keV 范围内, 这些高速电子束在样品表面扫描。

3. 样品表面与电子相互作用: 高速电子束撞击样品表面, 与样品中的原子相互作用, 产生二次电子、背散射电子等信号。根据这些信号的强度和分布, 可以形成样品表面的高分辨率图像。

4.图像形成：通过探测到的二次电子或背散射电子的分布，FE-SEM 能够提供样品表面形貌的精细图像。电子束在样品表面逐点扫描，产生图像数据，最终构建出完整的样品表面三维图像。

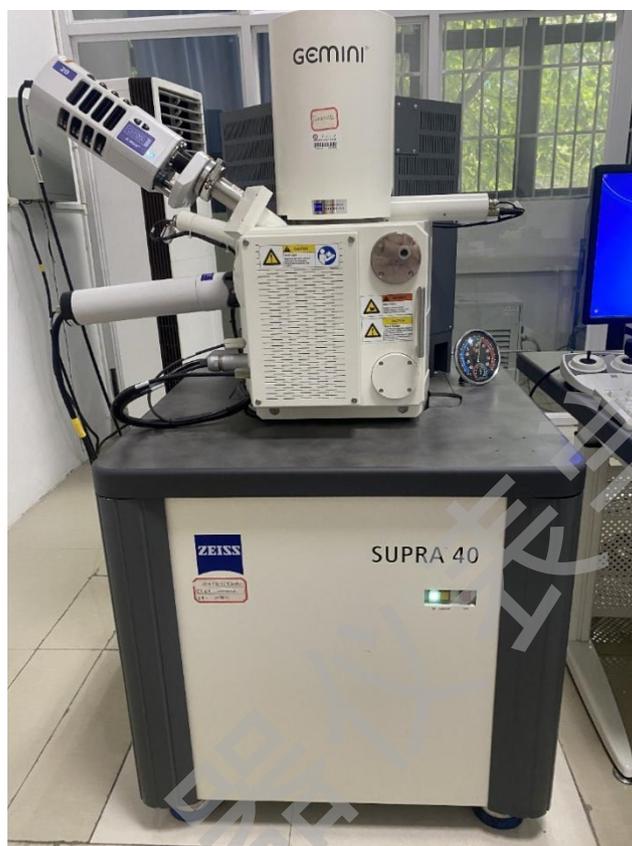


图 1 SUPRA40FE-SEM

2 管理规范

FE-SEM 是一种高精密仪器，因其复杂的工作原理和敏感的操作条件，需要进行严格的管理和维护，以确保其稳定运行并延长使用寿命。以下是贵州省材料结构与强度重点实验室对 FE-SEM 仪器管理的关键要点：

2.1 环境管理

2.1.1 真空系统管理

真空环境的维护：FE-SEM 的正常工作依赖于高真空环境，样品室真空要达到 2×10^{-5} mbar，电子枪真空达到 1.3×10^{-9} mbar，，因此需要定期检查真空系统的工作状态，确保真空泵（如离子泵、涡轮分子泵等）运行正常，必要时清理或更换泵油及真空密封件。

防止污染：样品室和电子枪内随时保持洁净，防止污染物（如油、灰尘或挥发性化合物）进入，这些物质会严重影响场发射源的性能，甚至导致仪器故障。因此必须严格控制样品的

清洁度，完全去除散落在导电胶外的样品粉末，液体样品要进行充分的干燥处理，避免含水
分或其他挥发性物质的样品直接进入真空系统。

温度和湿度控制：FE-SEM 对实验室环境温度要求较高，通常需要在 20-25°C 的恒温环
境下工作，避免环境温度的剧烈波动，因温度变化可能导致电子枪和探测器的失准。相对湿
度应保持在 40-60% 之间，过高的湿度会导致样品表面吸附水汽，影响真空度和电子束质量，
甚至导致设备短路或损坏。因此，电镜室配备必要的空调及除湿机，常年不关，随时保证电
镜在适宜的温度和湿度条件下工作。

2.2 操作规范

2.2.1 人员培训

FE-SEM 操作人员要经过定期专业培训并考核合格后才能上岗进行操作，并需严格遵守
操作规程进行操作，以避免出现错误操作引发设备损坏。操作人员需熟悉样品制备、真空系
统管理、电子枪操作和图像分析软件的使用等方面的知识。

FE-SEM 的操作过程必须严格按照操作手册进行，包括开关机过程都有严格的操作顺序，
不规范的顺序可能会损坏场发射源或降低真空质量。样品的安装必须仔细，避免样品过大、
过重或带有污染物。特别是在处理导电性较差的样品时，应在样品表面涂覆导电涂层（如碳
或金），以减少电荷积累形成的荷电现象而导致的成像伪影。图 2-4 为贵州省材料结构与强
度重点实验室对 FE-SEM 仪器部分操作规范的文件要求及操作人员操作资格证。

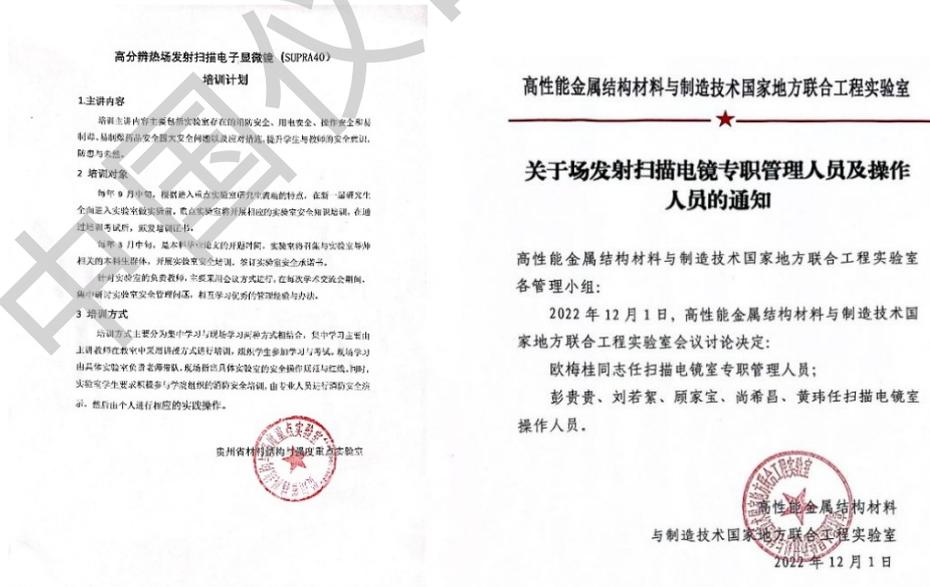


图 2 FE-SEM 实验室管理及操作人员培训规范

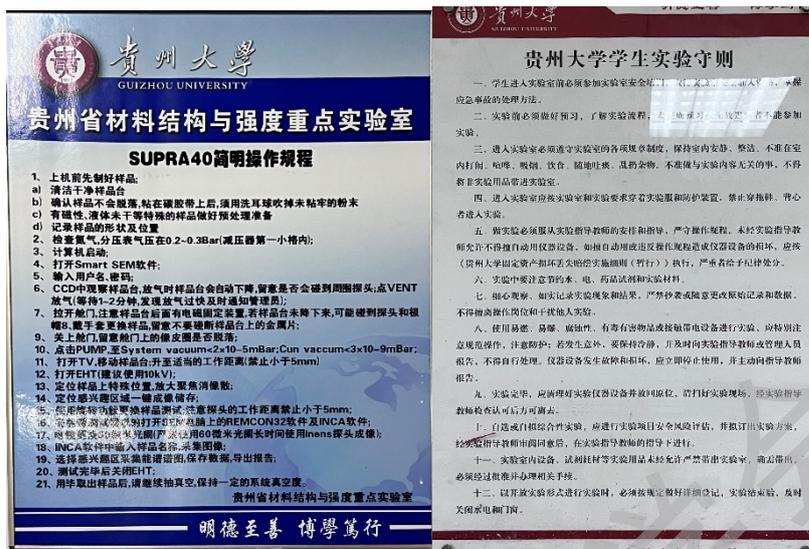


图3 FE-SEM 操作规范及学生实验守则



图4 扫描电镜操作人员资格证

2.2.2 定期校准

定期进行场发射源的电子束对准和焦距校准，以确保高分辨率图像的获取。电子束对准的细微偏差会影响成像质量。探测器系统（如二次电子探测器、背散射电子探测器等）也需要定期校准，以确保信号采集的准确性。

2.3 维护与保养

2.3.1 定期清洁

真空泵和样品舱需定期进行清洁，以去除杂质和污染物。若发现真空度下降，应立即检查真空密封件和泵的状态。场发射源对污染极其敏感，应定期清洁电子枪系统，保持其内部无灰尘、油污等污染物。此外，电子枪的使用寿命有限，定期更换场发射源也是必要的维护措施之一。

2.3.2 电子源更换

随着使用时间的增加，FE-SEM 的场发射源（如钨针或六硼化镧源）会逐渐老化，电子发射效率下降。这时应根据仪器的性能和图像质量判断是否需要更换电子源。

2.3.3 探测器维护

如发现图像信号弱、噪声增大或成像异常，可能是探测器（如二次电子或背散射电子探测器）损坏，需及时检查并维修或更换探测器。

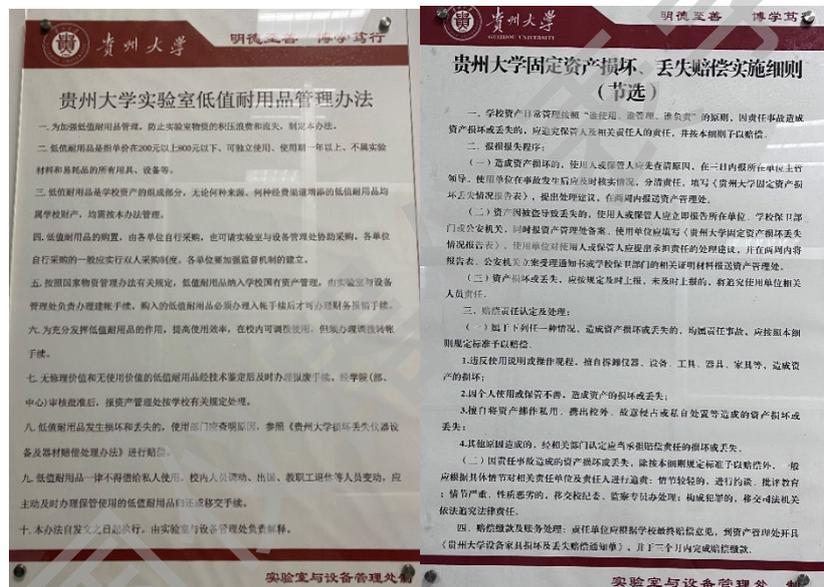


图 5 FE-SEM 实验室仪器设备管理办法

2.4 记录与监督

2.4.1 使用记录

应对 FE-SEM 的每次使用情况进行详细记录，包括使用日期、操作人员、样品类型、实验条件、成像参数及设备的运行状态，这些信息有助于后期问题追溯及仪器性能的监控。

2.4.2 故障记录与反馈

一旦仪器出现故障，应及时记录故障现象及处理过程，并反馈给相关的技术人员或厂家进行技术支持。

日期	星期	设备运行情况			卫生是否干净		未关门窗异常		安全风险		特殊说明		签到签字
		无运行	运行有人	运行无人	是	否	无异常不填写	有异常不填写	无风险不填写	有风险不填写	无特殊说明不填写	有特殊说明	
7月2日			✓										曹林
8月7日			✓										杨成
8月10日			✓										杨成
8月17日			✓										曹林
8月20日			✓										曹林
8月24日			✓										曹林
8月25日			✓										曹林
8月27日			✓										曹林
8月28日			✓										曹林

月	日	工作内容 (用途、检测项目)	使用单位	使用机时数			测试样品数	使用状况	使用人 签名
				教学	科研	其它			
8	26	SEM + EDS	高纯(冶金)					正常	杨成
8	27	SEM + EDX	李学(冶金)					正常	杨成
8	28	SEM + EDX	李学(冶金)					正常	杨成
8	22	SEM + EDX	李学(冶金)					正常	杨成
9	1	SEM + EDX	李学(冶金)					正常	杨成
9	4	SEM + EDX	李学(冶金)					正常	杨成
9	4	SEM + EDX + EDS	李学(冶金)					正常	杨成
9	5	SEM + EDS	李学(冶金)					正常	杨成
9	6	SEM + EDS	李学(冶金)					正常	杨成
9	7	SEM	李学(冶金)					正常	曹林
9	10	SEM	李学(冶金)					正常	杨成
9	11	SEM + EDX	李学(冶金)					正常	杨成
9	12	SEM + EDX	李学(冶金)					正常	曹林

图6 FE-SEM实验室部分巡查记录及使用记录

2.5 安全管理

2.5.1 操作安全

FE-SEM 涉及高压操作，因此操作时必须严格遵守安全操作规程，防止电击事故发生。设备的电源部分必须有良好的接地，并且在任何维护或检修前确保设备断电。在维护真空系统时，应特别小心处理真空泵及其管道，避免误操作导致真空泄漏或设备损坏。

2.5.2 化学品与样品处理

在制备导电涂层或其他样品处理过程中，涉及到的化学品（如金、铂涂层）应妥善处理，避免对环境或人体产生危害。处理化学品时需佩戴相应的防护设备，并在通风良好的环境中进行。



图7 FE-SEM实验室安全管理办法及消防设施

FE-SEM 作为一种高精度、高分辨率的显微成像设备，科学的管理和维护至关重要。通过严格的环境控制、规范的操作流程、定期的维护保养和设备记录，可以有效延长设备的使

使用寿命，确保其在科学研究和工业应用中提供可靠的数据和图像。同时，合规的安全操作也能避免不必要事故的发生。

3 日常维护

FE-SEM 的真空系统是其核心组成部分之一，直接影响显微镜的性能、成像质量和电子枪的工作稳定性。对真空系统进行维护对于确保显微镜的正常运行、延长设备寿命以及获得高质量成像具有至关重要的意义。

3.1 样品室及电子枪真空异常

样品室无法抽到设定的高真空，真空度停留在较高的压力范围内。真空泵工作时间异常长，但真空度提升缓慢或没有变化。仪器提示“无法达到设定真空度”或“真空度不稳定”的错误信息。电子枪的真空度无法达到设定的超高真空真空度停留在较高水平，且长时间无法进一步降低。显示屏或系统提示“无法达到电子枪真空度”或“真空未达到设定要求”的报错信息。

排查原因：1.机械泵或分子泵效能下降，无法快速抽除样品室内的气体；2.真空管路或过滤器存在阻塞或污染，导致气流不畅；3.样品室或密封件、电子枪腔的密封件存在漏气现象，导致抽真空过程缓慢。解决办法：1.检查机械泵或分子泵是否需要维护或清洁，泵油是否需要更换，确认泵的运行效率是否正常；2.检查真空管路和过滤器，清理可能的阻塞物，确保气体顺畅流通；3.检查样品室和真空管路连接部位的密封情况，确保无漏气现象；4.请教工程师检查分析。

3.2 真空系统日常维护要点

机械泵：需要使用泵油来润滑和密封，随着使用时间的增加，泵油会因杂质和水汽的吸入而逐渐污染，降低泵效。因此，需要定期更换泵油，通常每 3-6 个月更换一次。

清洁泵腔：定期拆解泵腔，清理内部的污垢和油泥，检查密封件的磨损情况，确保密封效果良好。

分子泵：定期检查转子、叶片和轴承的磨损情况，避免由于长期使用导致的磨损或失效。

离子泵：通过电离气体并捕捉离子来维持超高真空，电极表面随着使用时间可能会产生污染物，需要定期检查和清洁电极。

电源电压监测：定期监测泵电源电压，确保泵在正常工作电压范围内运行。

超高真空环境维护：场发射电子枪对超高真空的依赖极强。应定期检查电子枪腔的真空状态，确保其真空度在规定范围内。

定期清除污染物：由于电子枪发射点极为精细，任何污染物都会影响电子束的稳定性。因此，需要定期检查电子枪，特别是在真空度下降或成像不稳定时，必要时对腔体进行清洁或更换电子源。

定期培训操作人员：确保操作人员掌握真空系统的基础维护知识，如何正确更换泵油、检测真空泄漏和观察真空计的读数。这有助于及时发现问题并进行简单的维护操作，减少因误操作导致的设备故障。

4 应用案例

FE-SEM 在材料表面微观组织的表征中具有至关重要的作用，尤其在纳米和微米尺度上。它的高分辨率、精确的成像能力以及对复杂形貌的细致解析，使其成为金属材料研究中的核心工具。FE-SEM 在材料表面微观形貌的充分利用，为实验室乃至整个贵州大学的教学及科研工作提供了便利，极大地推动了科研工作者对微观世界的探索和创新。以下是部分 SUPRA40 电子显微镜的应用案例。

4.1 分析金属材料表面晶粒结构、相结构和析出物

金属材料的晶粒结构对其力学性能、腐蚀行为和热处理后的特性有着重要影响。通过 SEM 观察金属表面的晶粒结构，可以分析晶粒的大小、形状及其分布。这些信息对于理解金属的性能（如强度、韧性、延展性）至关重要^[6]。

利用 FE-SEM 对不同热处理钛合金进行微观结构表征，可以分析不同相的形成与演变（如图 8,9 所示），帮助优化相结构以提升性能。SEM 与 X 射线能量损失谱（EDS）或背散射电子衍射技术（EBSD）联用，可以分析合金元素的成分分析及合金相的含量及取向分布，从而了解合金元素的加入如何影响相变行为和相的稳定性。图 8 和图 9 所示对钛合金的组织及形貌分析相关结果分别发表于 *Rare Metals*, 2021, 40(5): 1173-1181; *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, 2021, 28(2): 296-304.

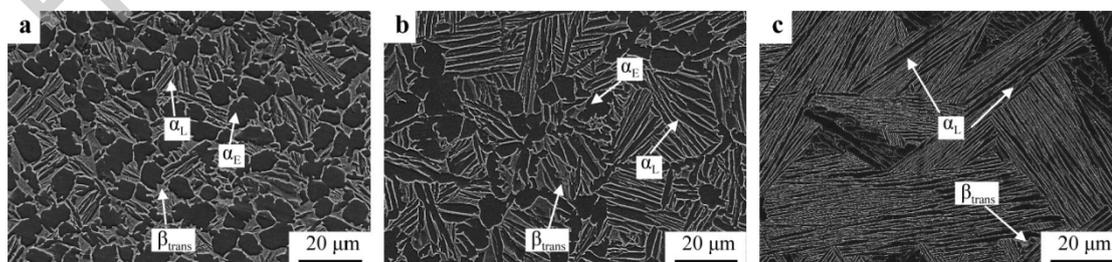


图 8 钛合金不同相组织 SEM 表征

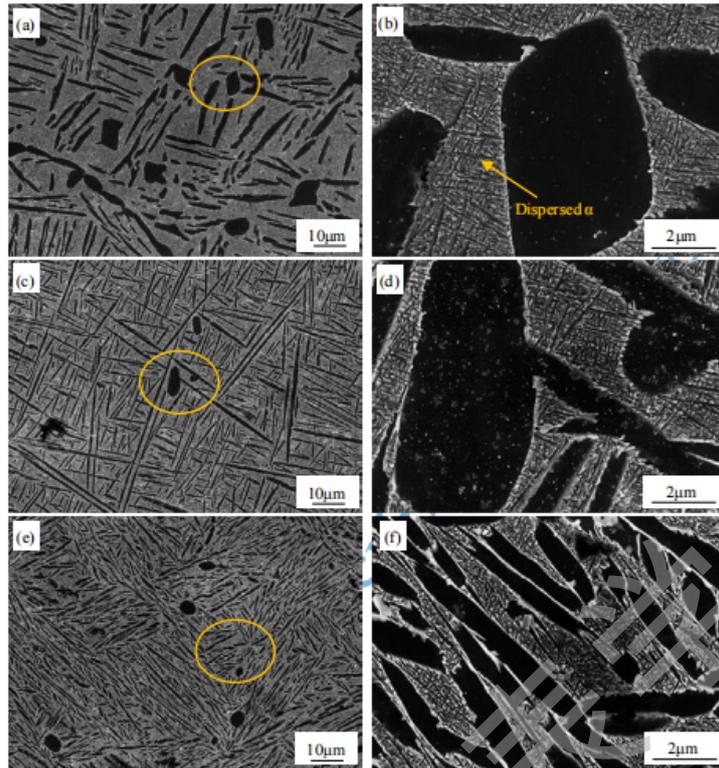


图9 不同热处理钛合金的表面微观结构 SEM 表征

4.2 分析金属材料表面腐蚀行为

在材料的腐蚀行为研究中，SEM 可以用来检测材料表面可能是腐蚀产物的微观缺陷，如裂纹、孔洞和沉积物等，SEM 图像可以帮助确定腐蚀的类型（例如点蚀、均匀腐蚀或应力腐蚀）。

图 10 显示利用 FE-SEM 对不同梯度结构铝合金的抗腐蚀性进行表征。从图 10 a 可以看出，试样是腐蚀最严重的试样，试样表面有明显的腐蚀坑，并伴有剥落现象。相比之下，图 10b 中试样表面出现了一定数量的浅腐蚀坑，图 10c,d 中没有看到剥落现象。图 10f 试样表面比较完整，没有明显的腐蚀坑。由此可见，不同梯度结构可以提高材料的耐腐蚀性。此外，图 10c 试样产生了腐蚀裂纹和连续的腐蚀坑，其腐蚀程度比 b 试样更严重。该研究成果已被发表于 *Journal of Alloys and Compounds*, 2022, 911: 165009。

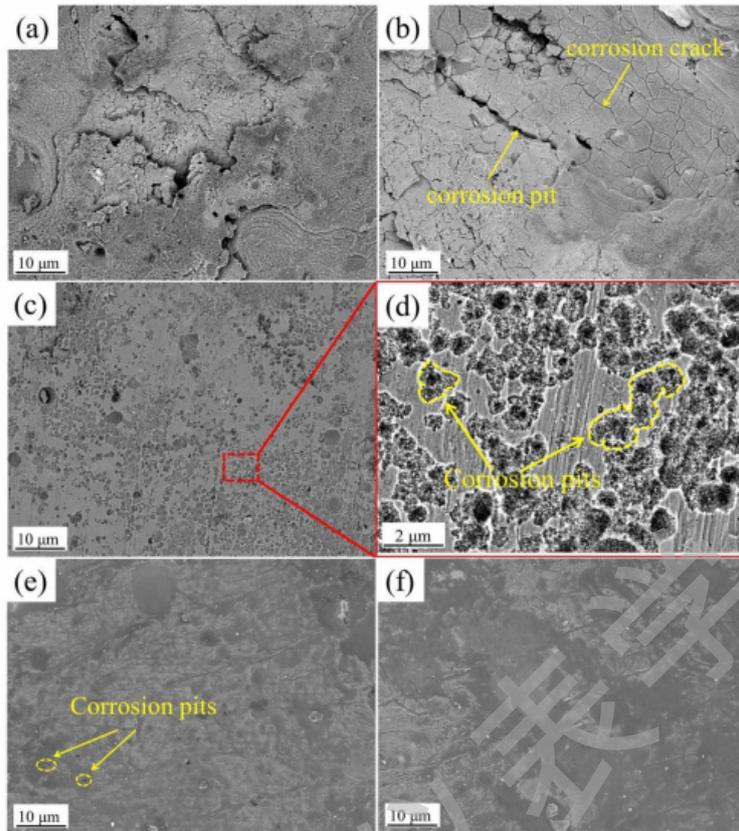


图 10 铝合金表面腐蚀形貌 SEM 表征

4.3 表征铜合金表面梯度结构

EBSD 是一种结合 SEM 使用的分析技术，用于研究材料的晶体结构、晶粒取向和微观组织结构。它在材料科学、地质学以及工程领域中得到了广泛应用，特别是在金属、合金和陶瓷等多晶材料的微观结构表征中具有重要作用^[7]。

图 11 显示了 FE-SEM 与 EBSD 联合使用对纯铜表面梯度结构进行表征。从图 11 中可以直观地看到梯度结构铜不同尺寸晶粒的分布情况，这对于研究材料的细晶强化行为（例如力学性能和腐蚀行为）非常重要。EBSD 也可以用来检测变形材料中的局部应变与应力（如图 12 所示）。通过 EBSD 图所体现出来的形变程度（KAM 值），可以推断出晶体在加载或热处理后是否产生了塑性变形或残余应力。此外，通过 EBSD 得到的图 13 显示了变形（轧制或滚压）纯铜材料的织构（即晶粒的择优取向分布）情况，这种织构组织对材料的宏观性能（如力学、导电或导热性能）有显著的影响。该研究成果已发表于 *Journal of Materials Research and Technology*, 2024, 30: 5474-5485。



图 11 纯铜表面梯度结构 EBSD 表征

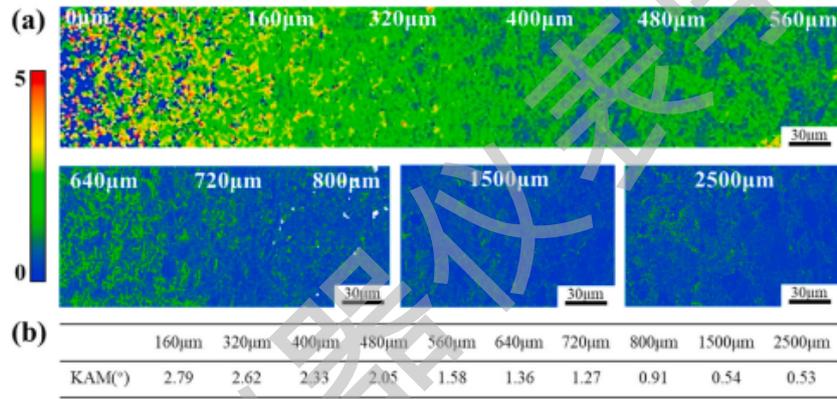


图 12 纯铜表面梯度结构 KAM 图

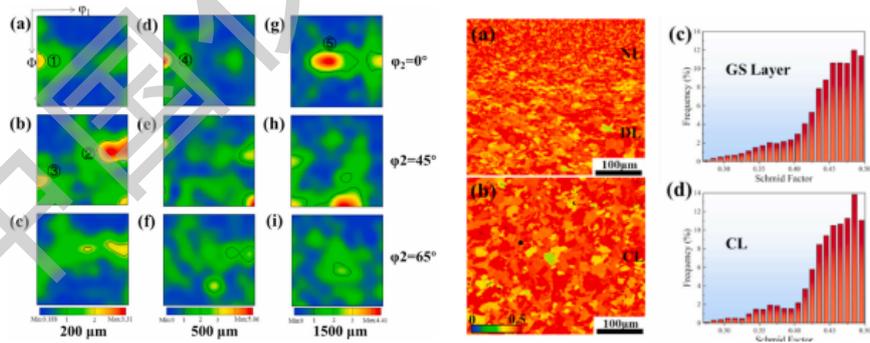


图 13 纯铜表面梯度结构取向图

5 取得的成果

实验室以学校工作计划及方针为指导，努力做好 FE-SEM 的管理工作。通过严格制定仪器设备管理标准，明确各类仪器设备的使用、保养和维修流程，建立完善的仪器设备使

用记录及台账，极大提高了大型仪器设备的管理的规范性和使用效率，实现了对仪器设备的全面掌控和有效使用。经过多年的努力，FE-SEM 管理取得丰硕的成果。

实验室 FE-SEM 仪器近 3 年设备服务项目总数大于 2000 项，校内外服务总收入达到 57 万元，年均收入达到 15 万元以上。每年发表三大检索论文 20 篇以上，获得国家自然科学及省级科研项目至少 10 项。近 3 年机时数总额为 4100 小时，年机时数均达到 1000 小时以上。每年服务教学实验及创新实践人数均超过 100 人，年培养具备独立操作权的人员数大于 2 人。连续多年荣获贵州大学大型仪器设备效益考核优秀机组奖（图 14）。



图 14 贵州大学大型仪器设备效益考核优秀机组奖

在充分利用 FE-SEM 等大型仪器设备的基础之上，作为连接高校和企业之间产学研合作的研发平台，高性能金属结构材料与制造技术国家地方联合实验室以产出重大原创成果为导向，凝练方向、促进交叉，在应用技术研究方面所取得的一些成果。与贵州省大型制造企业开展产业化应用技术合作研究，相关项目包含了以高温合金，钛合金，铝合金及高强钢等材料在内，产品包含高速列车弹簧，钛合金紧固件，高端变速箱传动件，高温合金连接件，多丝大直径钢绞线，输变电缆在内的 10 多项金属关键零部件产品。实验室与中航重机，航天十院，航天科工，中车集团，贵州钢绳，南方电网等大型国企下属制造企业开展了深入的合作，产品涉及高速列车车轮、车轴，钢绞线，传动件，紧固件等十多类产品。同时与固达集团，中安科技，航宇科技等民营企业开展产学研合作，为地方产业链的完善与强化贡献了重要作用。实验室近年来获教育部高校科研成果奖二等奖 1 项，贵州省科技进步一等奖 2 项，科技进步二等奖 2 项，科技进步三等奖 1 项，贵州省专利优秀奖 1 项。2021 年以来，新增贵州省核心省管专家 1 人、省管专家 3 人、“百层次人才”3 人、“千层次人才”1 人、“优秀青年科技人才”2 人、贵州省金师 2 人。



图 15 所获省部级科技进步奖证书

6 总结

随着纳米技术的发展，对纳米尺度观察和分析的需求日益增长，FE-SEM 的技术也在不断发展。未来可能会出现更高分辨率、更灵敏的场发射显微镜，同时，在样品制备、图像处理和分析软件方面也会不断改进，提升其在多领域的应用能力。SUPRA40FE-SEM 的合理管理及有效使用也将继续为贵州大学的双一流建设、为学校的教学与科研再上新台阶贡献力量。

参考文献:

- [1] 陈文雄,徐军,张会珍.高分辨扫描电子显微学[J].电子显微学报, 1998, (05): 13-16.
- [2] 廖乾初.改善场发射扫描电镜分辨本领的原理和展望[J].电子显微学报, 2000, (05): 709-716.
- [3] 周固,陈晓波.在扫描电镜上实现 STEM 模式的一种方法及应用[J].北京师范大学学报(自然科学版),2013,49(06):578-581.

- [4] 王洁如,赵建江.日立 S-4800 场发射扫描电镜常见故障的维修案例分析[J].电子显微学报,2019, 38(04): 416-419.
- [5] 陈佳阳,陈耀文.蔡司 GeminiSEM 300 型场发射扫描电镜常见故障的预防、排除和磁性样品的测试方法[J] 电子显微学报,2020,39(04):423-425.
- [6] 何伟,卢毓华,王海舟.高通量(场发射)扫描电子显微镜技术进展[J].电子显微学报,2023,42(02):230-237.
- [7] 梁梦斐,李静宇,刘艳红,等.EBSD 技术及其在金属材料中的研究应用[J].河南冶金,2023,31(01):9-12+29.

中国仪器仪表教学网