

# 浅谈透射电子显微镜培训教学

胡晓仙

武汉工程大学材料科学与工程学院分析测试中心, 湖北 武汉

收稿日期: 2022年7月22日; 录用日期: 2022年8月15日; 发布日期: 2022年8月24日

## 摘要

透射电子显微镜(TEM)是一种具有高分辨本领的大型精密仪器,近年来,科研和生产等领域对TEM的需求越来越大。但其结构精密、维修成本高、维修周期长、对操作人员的技术要求较高,因此存在维护难、使用效率不高、测试操作人员不足等问题。文章探索的培训教学5个步骤,不仅让学生掌握仪器测试的操作步骤,而且还学习了仪器的维护保养方法,基本能达到管理透射电镜实验室的水平。能高效完成日常测试任务和培训教学任务,还能保证电镜安全的长期正常使用。

## 关键词

透射电子显微镜, 培训教学, 使用效率, 长期使用

# Brief Probe into the Training and Teaching of Transmission Electron Microscope

Xiaoxian Hu

Analysis and Testing Center, School of Materials Science and Engineering, Wuhan Institute of Technology, Wuhan Hubei

Received: Jul. 22<sup>nd</sup>, 2022; accepted: Aug. 15<sup>th</sup>, 2022; published: Aug. 24<sup>th</sup>, 2022

## Abstract

Transmission electron microscope (TEM) is a large precision instrument with high resolution power. In recent years, the demand for TEM in the fields of scientific research and production is increasing. However, the issue of difficult maintenance, low efficiency and insufficient test operators is attributed to its precise structure, the high maintenance cost, the long maintenance cycle, and the high requirements of operator's technical. This paper explores the five steps of training and teaching which is not only enable students to master the operation steps of instrument testing, but also learn the maintenance methods of instruments, which can basically reach the level of

management of transmission electron microscope laboratory. It can efficiently complete daily testing tasks and training and teaching tasks, and ensure the safe long-term normal use of electron microscope.

## Keywords

Transmission Electron Microscope, Training and Teaching, Utilization Rate, Long-Term Use

Copyright © 2022 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 引言

透射电子显微镜(Transmission electron microscope, 缩写 TEM), 简称透射电镜[1], 是一种具有高分辨本领的电子光学仪器, 把经加速和聚集的电子束投射到非常薄的样品上, 电子与样品中的原子碰撞而改变方向, 从而产生立体角散射。散射角的大小与样品的密度、厚度相关, 因此可以形成明暗不同的影像, 影像将在放大、聚焦后在成像器件(如荧光屏、胶片、以及感光耦合组件)上显示出来。透射电镜除了观察样品的形貌和内部结构外, 还可以通过拍摄选区电子衍射和高分辨像, 对材料进行晶体结构的分析, 配合能谱仪可对元素实现定性及定量分析。因此, 透射电镜常用于在纳米尺度上研究材料的显微结构和化学组成, 已广泛应用于材料学、化学、微生物学、医学、地质学等相关领域的科研与生产实践。

在新一轮的“双一流”高校建设当中, 各大高校通过高水平科学研究培养高质量创新人才, 培养了大批硕士、博士研究生, 充分发挥建设高校基础研究主力军和重大科技突破主力军的作用。近年来, 对科学研究的要求越来越高, 高校、科研院、企业把透射电镜作为科研和分析手段的需求越来越大。但透射电子显微镜属于大型精密仪器, 价格昂贵、购置数量远远没有满足使用需求。且其结构精密、仪器操作技术性较强, 对管理者和操作者都有很高的技术要求, 有时很小的操作失误, 也可能导致仪器无法正常运行, 甚至损坏配件, 产生高昂的维护费用和很长的维修周期。

高校测试中心是不同学科的科研支撑平台, 各大型设备承担着大量科研测试和教学任务, 同时面向社会开展分析测试和技术服务。笔者的学校仅分析测试中心拥有 1 台 JEOL 公司 JEM2100 透射电子显微镜, 已使用 10 年, 日常承担着学校的科研测试任务, 同时还要进行学生助管的的教学培训, 因此, 提高操作人员的操作技能和测试技术水平, 可减少故障发生率和延缓仪器老化, 最大程度发挥其作用。透射电镜是复杂、精密的高精尖仪器, 每次使用前后都需要正确合适的维护操作以保证仪器的正常运转, 并延长其使用寿命。因此本文在探讨培训教学活动时, 不仅注重培训学生的测试操作技能, 而且还注重培训学生如何维护保养仪器, 让学生理解到大型仪器维护保养的意义和重要性, 提高其科学严谨性和责任心。该文就透射电镜的培训教学方面进行了总结与探讨。

## 2. 透射电镜的培训教学

考虑到透镜设备较精密、透镜操作较复杂, 因此透镜的培训教学周期较长。一般录用课余时间较多、责任心强、动手能力强的研一学生来勤工俭学做助管, 可缓解上机测试人员不足及长时间测试导致眼睛疲劳的问题, 同时也可培养透射电镜领域的后备人才, 提高学生的科学素养。以往的透镜培训教学较注重仪器测试的操作步骤, 如: 开/关电子枪、找待测物、放大/缩小合适倍速、聚焦、拍照, 很少培训透射

电镜的维护保养方法，但恰当的仪器维护方式是保障电镜测试性能优异的关键和前提。

## 2.1. 视频学习

经过多年的透射电镜培训教学，发现微视频能快速让同学们了解仪器的工作原理、功能应用、仪器构造、仪器操作步骤及要领、仪器测试时的状态、结果分析、样品制备等内容。让学生们直观地了解仪器的结构及应用，可以加深对所学知识的理解，特别是没有用过透镜进行测试样品的同学，不知道透射电镜和扫描电镜的区别，送样测试时常常出现预约的测试项目不符合预期的情况，更不知道如何制备透射电镜测试的样品。通过反复观看视频，可以掌握使用透射电镜的必备技术知识。

## 2.2. 测试观摩

学生完成观看培训视频后，就可以在透射电镜旁现场观看老师测试样品，仔细观察老师的每一步操作，同时思考为什么要这样操作？不这样操作会怎么样？这个样品为什么要这样测？如何才能更好地展示样品的形貌和性质？这种方式的优点是让学生进一步理解透射电镜的作用和操作技能，并对仪器产生兴趣和敬畏，对于操作仪器跃跃欲试、迫不及待。

## 2.3. 操作讲解

通过前期的视频学习和测试观摩培训步骤后，透射电镜管理老师还会对测试的全套流程进行分模块降解，比如：样品制备的注意事项、放样品时要如何夹铜网并固定好样品台、插入样品杆和拔出样品杆的注意事项及可能遇到的问题要如何解决、测试过程中如何找样品、选择合适的倍数和聚焦等。这样做一方面可以让学生熟悉仪器的操作要点和使用性能，避免因操作不当造成仪器故障或仪器损坏，影响正常的科研和教学秩序；另一方面可以尽快让学生熟练操作仪器，缩短单个样品的测试时间，提高效率。

学生在理解如何操作仪器后，还应学习仪器正常使用之前需要做的准备工作：一、检查系统状态：1) 循环水箱的水温低于 20℃，循环水箱中有 4 根水管流水；2) 空压机正常工作，真空低于参考值会停止工作；3) 绝缘气体压力正常(高压箱压力 > 0.01 MPa，电子枪压力 > 0.31 MPa)，若发现压力数值低于警戒值，需要补充相应的绝缘气体。4) 仪器真空度高：离子泵的真空值小于  $5 \times 10^{-5}$ 。二、往冷阱里加液氮以提高镜筒的真空度，先确保电镜观察窗的盖子已盖上，最好用遮挡物将冷阱下方的操作面板盖住，然后取下冷阱口的白色塞子，放入漏斗，第一次向冷阱里加入液氮至溢出，取下漏斗不盖盖子，等待约 3 min 有大量气体喷出后，再第二次向冷阱里加满液氮，取下漏斗盖上冷阱塞子。

## 2.4. 上机实操

通过前期的 3 个培训步骤，学生已经做好操作仪器的心理准备和知识技能准备，此时教师进行一次完整测试流程的示范性操作。然后，让学生亲自操作，此时学生还是会感觉不知如何下手，管理老师会仔细观察学生的状态和动作，并进行口头指导和动手协助，学生一般能初步完成仪器的基本操作，进行样品的简单测试。当学生完成电镜整套操作流程后，已初步掌握了仪器的操作步骤及注意事项。上机实操的好处：学生不仅体验到操作大型精密仪器的感觉，而且对测试样品的微观形貌有更直观的认识，能了解到材料具备不同的微观形貌可能会影响材料的性能及应用方向，从而加深对材料的理解，为以后的科研工作提供思路 and 想法。

当天的测试任务和培训教学工作完成后，仪器使用结束，需要将放大倍数拧至小于 X20K，关掉灯丝电流、将样品杆位置归零、拔出样品杆、退出物镜光阑和聚光镜光阑、关掉高压，盖上观察窗盖子。若当天向冷阱加了液氮，此时需要将冷阱 ACD 烘烤：取下冷阱塞子，插入冷阱加热棒时接上插销。在电镜控制电脑的 MAINTENANCE 菜单，找到 ACD/BAKEOUT 选项，选择 ACD，点击 on。ACD 烘烤结束后会

自动停下来[2] [3] [4]。

在学生刚开始操作仪器的一段时间内，管理老师需要在一旁看着学生操作及时纠正不当操作、并告知操作技巧，防止因操作不熟练或操作不到位引起仪器故障，影响仪器正常使用。待学生可以独立地熟练操作完成测试流程时，才可让其单独操作仪器。

## 2.5. 技能拓展

在完成上述 4 个步骤培训教学的学生中，我们会选取对透射电镜产生浓厚的兴趣并且具有很强的仪器操作能力、具备严谨认真的测试素质、责任心强的学生进行重点培训对象，为电镜领域不断地培养人才。此时，学生需要学习更多的电镜维护知识，慢慢达到独立管理透射电镜实验室的知识和技术水平。

电镜光路的定期维护：每周进行 1 次合轴，每月进行 1 次辅助合轴，矫正仪器光路，提高仪器使用性能，使 TEM 仪器在良好状态下正常运转。

空压机的定期维护：空气中的水蒸气通过压缩机压缩，水分会被带入到机体内，使铁管生锈导致出水管堵塞，排水不畅易引发空压机故障等。需每周通过空压机最底下的排水阀放水，并及时给空压机的吸气过滤网除尘。

镜筒的定期维护：每隔 1~3 个月需对镜筒烘烤 1 次，因为电镜使用一段时间，每次进样会将灰尘、样品等带入到镜筒，使镜筒内壁变脏同时真空度也变差，最终导致拍摄质量变差。烘烤前要确保拔出样品杆、高压关闭、物镜光阑和聚光镜光阑都退出、能谱等探头已退出、LENS 是开启状态[5]。

循环水的定期维护：每月检查 1 次水位，一年左右更换 1 次水。首先要保证循环水的水温小于  $20^{\circ}\text{C}$ ，当水位低于警戒线时要添加纯净水，当发现水质不好变得混浊马上更换干净的循环水，防止生成铜绿堵塞管道，影响正常的冷却功能。

机械泵的定期维护：每月通过机械泵上方的玻璃窗观察油量和颜色、地面上是否漏油。若发现油量低于警戒线或颜色很深，需及时添加机械泵油或更换新油。若机械泵运行时有皮带摩擦的噪音需更换皮带。

高压绝缘气体的定期维护：要每月检查 1 次高压箱中的绝缘气体压力值，若低于  $0.01\text{ Mpa}$ ，需要充绝缘气体  $\text{SF}_6$ 。充气前先排出气管中残留的气体，然后对着高压箱的充气口吹一吹，将气管中残留的空气排出，并清洁高压箱充气口。充气的速度要慢，保证绝缘气体压力值不超过  $0.015\text{ Mpa}$ 。充气后至少等半小时才能加高压。当电子枪中的绝缘气体压力值低时，也要及时添加绝缘气。

学生通过步骤 1 视频学习：了解透射电镜的工作原理、功能应用、仪器构造；通过步骤 2 测试观摩：现场感受透射测试过程和状态，及步骤 3 操作讲解：学习了仪器正常使用前的准备工作，仪器操作步骤及要领、结果分析、样品制备等内容；通过步骤 4 上机实操：能简单完成整个测试流程及仪器使用结束时的维护步骤；通过步骤 5 技能拓展：能达到独立管理透射电镜实验室的水平。

## 3. 结语

作为昂贵的大型精密设备，透射电子显微镜 TEM 可用于样品的微观分析，其测试需求和使用率很高，但其结构复杂、维修成本高、维修周期长，因此在教学培训方面要谨慎进行，本文中探索的培训教学 5 个步骤，不仅让学生学会仪器测试的操作步骤，而且还掌握了仪器的维护保养方法，能合理有效地完成日常测试任务和培训教学任务，提高仪器使用效率，还能保证电镜能安全的长期正常使用。今后，还需不断总结经验，进一步优化透射电镜的培训教学流程，同时还要提高自身的技术水平。

## 参考文献

[1] 李斗星. 透射电子显微学的新进展 I 透射电子显微镜及相关部件的发展及应用[J]. 电子显微学报, 2004, 23(3):

269-277.

- [2] 郭新秋, 王瑞斌, 童刚生. 浅谈 JEM-2010 型透射电镜日常维护[J]. 实验室研究与探索, 2012, 31(10): 305, 402.
- [3] 刘文波, 张丽霞. JEM-1400 型透射电镜维护体会[J]. 现代科学仪器, 2008(5): 126-127.
- [4] 陈木子, 高伟建, 张勇, 等. 浅谈扫描电子显微镜的结构及维护[J]. 分析仪器, 2013(4): 91-93.
- [5] 陈大兴. JEM-2100 透射电镜的管理与维护[J]. 分析仪器, 2018(5): 162-165.