

扫描电子显微镜运行和管理的实践与探索

何益超, 盛国栋, 陈朝贵, 王林霞

(绍兴文理学院 化学化工学院, 浙江 绍兴 312000)

摘要: 扫描电子显微镜常用于观察样品的内部结构以及化学组成, 是材料学领域不可缺少的现代分析测试仪器。绍兴文理学院使用扫描电子显微镜已十多年, 年平均运行有效机时在 1 000 h 以上, 是学校利用率最高的仪器设备之一。结合大型仪器设备管理运行中的经验以及目前存在的一些问题, 从检测技术提升、仪器共享、评价体系等方面对仪器的管理制度进行探讨。

关键词: 扫描电子显微镜; 设备管理

中图分类号: O657; G311

文献标志码: B

文章编号: 1006-3757(2022)03-0289-04

DOI: 10.16495/j.1006-3757.2022.03.009

Practice and Exploration on Operation and Management of Scanning Electron Microscope

HE Yi-chao, SHENG Guo-dong, CHEN Chao-gui, WANG Lin-xia

(Department of Chemistry and Chemical Engineering, Shaoxing University, Shaoxing 312000, Zhejiang China)

Abstract: The scanning electron microscope (SEM) is an indispensable instrument for analyzing the internal structure and chemical composition of samples in the modern material field. SEM has been installed and running for more than 10 years in Shaoxing University and the effective testing time is over 1 000 hours per year, SEM is one of the instruments with the highest utilization rate in the school. Combined with the experience in the management and operation of large-scale instruments and some existing problems, the future management system of the instrument from the technology improvement, instrument sharing, evaluation system, etc., were discussed.

Key words: scanning electron microscope; equipment management

扫描电子显微镜(简称扫描电镜, SEM)是一种用于对材料样品进行微区分析的大型精密现代分析测试仪器^[1], 其主要通过接收电子束作用于样品表面后激发出的信号(如: 二次电子、背散射电子和特征 X 射线等)对材料的表面形貌以及成分进行分析。因 SEM 具有分辨率高、景深大、立体感强等优点, 被广泛应用于化学、材料学、土木工程学、医学

以及催化等相关领域。因此, SEM 作为一种大型精密仪器已经是许多高校跟科研院所不可缺少的材料样品表征设备^[2]。

为了满足日益增长的科研与教学工作需要, 绍兴文理学院早在 2003 年 12 月就购置了一台日本电子生产的钨灯丝扫描电子显微镜(JSM-6360LV)。目前该仪器由分析测试中心进行管理。虽然这台

收稿日期: 2022-08-10; 修订日期: 2022-08-30.

基金项目: 浙江省高校实验室工作研究项目(YB201723), 浙江省大学生科技创新活动计划暨新苗人才计划(2022R432A012) [Laboratory Work Research Project of Universities in Zhejiang(YB201723), Technology Innovation Activity Plan and New Talent Plan for University Students in Zhejiang(2022R432A012)]

作者简介: 何益超(2002-), 女, 本科, 从事化学教学工作, E-mail: 2431070220@qq.com

通信作者: 王林霞(1984-), 女, 实验师, 从事化学教学与大型设备共享管理工作, E-mail: 61950085@qq.com.

JSM-6360LV 扫描电镜在目前来讲已经是型号比较陈旧的设备,但该设备自从被分析测试中心接管后的这十余年来,仍然是分析测试中心测样数最多的仪器之一,后期又配备了牛津的 X-射线能谱仪(X-Act)附件,目前该仪器最高加速电压是 30 kV,分辨率在 500 nm 左右,可满足大部分样品的微区形貌观察以及成分分析。

大型仪器设备的管理利用率一直以来都是各高校实验中心的重要指标^[3],在扫描电镜的运行过程中,为了使其能够发挥最大的作用,如何使其对内更好的为学院的科研教学工作服务,对外加强仪器共享服务社会企业,是作为仪器管理人员亟需考虑解决的问题。本文就结合扫描电镜近十年来的使用管理情况,从扫描电镜实验室现状、管理及开放共享等方面进行分析与探讨。

1 分析测试中心扫描电镜实验室现状

目前,扫描电镜作为现代分析测试的大型仪器之一,无法做到像本科生教学实验仪器那样人手一台,通常情况下,学生尤其是本科生只负责送样,而测试任务则由专职负责教师完成,这样的运行模式存在一些弊端:(1)送样学生如果是研究生,虽然熟悉样品性质,但是不会仪器操作。专职负责教师虽熟悉仪器,但是不了解样品,在拍摄过程中样品位置选择或者拍摄需求上存在偏差,拍摄时间较长,效率较低。(2)专职负责教师每天大量时间用于测试不同样品,对于仪器新功能的技术开发及自身科研水平的提升容易被忽略,长此以往,成为单纯测样机器,自身科研素质得不到有效提高。(3)高等院校人才培养目标得不到加强,应用型创新性综合人才越来越成为社会发展的需求^[4],对用到的大型科研仪器不熟悉,不了解,这违背了人才培养的目的。此外,随着仪器使用年限的延长,在仪器使用过程中,不标准的操作就会导致仪器发生故障,而大型仪器的维修周期一般都比较长,直接影响仪器的使用。

由此可见,改变现有的扫描电镜运行模式,探索合理的大型仪器运行管理模式十分必要。

2 新形势下扫描电镜室的管理方法探讨

2.1 开展特色教学培训,培养综合型人才

首先,在每学年的开学之初,分析测试中心都

会面对大二的本科生和研究生举办大型仪器培训班和现场实操技能课程^[5]。课程的主要内容是普及扫描电镜知识,结合扫描电镜的工作原理、基本结构、应用领域等方面展开讲解,尤其是在新材料方面的应用,学生们最感兴趣^[6]。课程结束后,建立微信学习群,学生可以在群里踊跃交流,甚至对自身科研中遇到的有关于扫描电镜方面问题可以直接与老师交流,加深对仪器应用的理解。

为保证每位学生有足够的上机操作时间,将对其进行分组,一般每 10 人为一组,有序进入扫描电镜实验室进行观摩教学。学生重点掌握样品制备以及上机操作流程。针对样品制备中的常见问题,教学时会根据样品形态(块状、粉末状或薄膜类等)、化学性质(无机或有机)、密实程度(疏松或致密)等进行分类讲解并当堂制备样品。对仪器的基本操作,教师采取先演示教学,每个学生都至少有一次上机操作的机会。加深学生对该门课程知识点的理解,便于后期利用扫描电镜开展科学研究,符合高素质人才培养的理念。

2.2 制度上墙,科学管理,定期维护

完善的管理制度是实验室正常运行的保障^[7]。本分析测试中心自运行这十多年来,积累了丰富的仪器运行管理经验。学校也高度重视实验室工作的正常运行,先后出台了《绍兴文理学院实验室安全管理条例》及《绍兴文理学院实验室安全和环保管理条例》,并结合分析测试中心的实际情况,制定“实验室仪器预约管理办法”“实验室仪器收费标准”等规章制度,每台仪器旁边都配有标准的操作说明及注意事项说明书,确保测试过程中,测试人员规范上机,保障仪器正常运行,此外,为了避免仪器故障的频发,还会定期邀请专业工程师上门维护保养。

2.3 整合大型仪器资源,合理使用大仪共享平台预约机制

大型仪器设备共享平台可以整合全省的仪器资源,打破院校界线,是提高仪器有效利用率的重要途径^[8]。扫描电镜的日常运行管理模式如图 1 所示。送样单位或者个人提前三天预约,使用浙江政务网账号登录浙江大仪共享平台网完成预约。之后专职负责教师会接收到预约短信,而后双方取得联系,沟通测样的具体日期,一般是在测试当天提前 1 h 送样制备,缩短等待时间。测试完成后,专职教

师将结果、机时、收费统一填入系统,用户自行下载查看并对本次服务进行评价,评价结果可作为该专职负责教师年终评价的一部分。自从使用预约系统之后,有效地避免扎堆测试,仪器的有效测样机时明显提高,测试过程中遇到的问题及时得到沟通,资源得到更加优化配置。

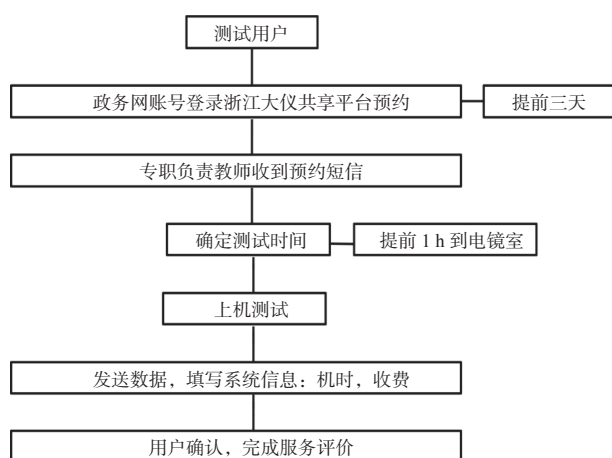


图1 扫描电镜的预约流程图

Fig. 1 Appointment flow chart of scanning electron microscope

2.4 加强测试中心人才队伍建设, 提升整体科研水平

大型仪器功能开发需要专职负责教师不断开发, 高等院校不断提升综合办学能力, 需要购置更多先进的仪器, 需要更高端的人才, 所以需要注重实验室人才队伍建设^[9]。以绍兴文理学院为例, 每年学院的资产设备处都会发文鼓励青年实验技术人员继续研修博士学位, 或前往企业挂职或前往省部属类院校的重点实验室中心或科研院所进修。除此之外, 定期召开技术交流会, 鼓励实验技术人员走出去参加各种大型仪器技术设备应用年会, 实现经验共享, 提升自身业务能力。近5年来, 分析测试中心实验技术人员外出进修人数占比57%, 主持省级以上课题3项, 参与学院科研教师课题数十项之多, 实验人员整体科研水平得到极大提高。

2.5 跟踪测试数据, 完善仪器效益评价体系

大型仪器的效益评价一直是各个高校的管理重点, 评价方式各有不同^[10], 我院针对这一情况专门制定了《绍兴文理学院大型仪器设备使用效益评价考核细则》, 在每年的九月开学之初进行, 主要从设备基本情况、使用机时和测样个数(包括科研、教学

和社会服务)、培训人员数、科研成果、参与课题数目、获奖或专利情况等方面, 评价实行百分制, 分别对应优、良、合格、不合格4个等级^[11]。自从效益评价政策实施以来, 扫描电镜考核一直获得优的评价结果。但是该评价体系也存在一定的缺点, 没有考虑到仪器的使用年限和新旧更替, 后续还需要进一步完善。

3 未来仪器管理方案探究

针对仪器运行过程中存在拍摄效率低, 专职教师无精力集中于新功能开发及科研水平提高、人才培养目标无法达标的问题, 近几年来分析测试中心借鉴兄弟院校的管理经验^[5,12], 提出改变扫描电镜测试模式的解决方案。将扫描电镜由原来的专职教师提供测试模式转变为培训学生自主测试。针对性的对教师 and 学生的科研要求进行特定的培训, 这样不但可以提高学生的自主操作能力, 还能提高仪器的使用效率。该模式目前已经在化学化工学院多个课题组内进行试点试行, 获得大家的认可。通过培训, 学生不仅掌握了电镜的基本操作技能, 也加深了对所测试样品的形貌和结构的认识。专职教师可以从已发表的论文中获知什么样的图片和数据是可以使用的, 以此来指导测试, 提高所拍摄照片的有效性。而且, 专职教师通过阅读这些文献资料也能了解课题组的研究方向, 提高专业素养, 与科研教师联系合作, 共同开发仪器新功能并参与到相应的科研项目中。下一步我们会认真总结完善这一措施, 争取推广到整个学校的大型仪器管理当中。

4 结语

简要总结了我校分析测试中心扫描电镜近十年来的运行情况及基本现状, 探讨目前学校针对大型仪器的管理运行模式以及不足, 为制定科学合理的管理运行模式提供参考和依据, 从而提高大型仪器设备的运行效率。

参考文献:

- [1] 于川茗, 李海霞. 基于扫描电镜的大型仪器管理方法探讨[J]. 实验技术与管理, 2019, 36(6): 300-303.
- [YU Chuan-ming, LI Hai-xia. Discussion on management method of large-scale instruments based on scanning electron microscope[J]. Experimental Techno-

- logy and Management, 2019, 36 (6): 300-303.]
- [2] 梁国弘, 靳凤民, 邹少兰, 何清. 高校电子显微镜的培训教学与开放管理的探讨[J]. 广州化工, 2018, 46(13): 133-135. [LIANG Guo-hong, JIN Feng-min, ZOU Shao-lan, HE Qing. Exploration on training and management mechanisms of transmission electron microscopy[J]. Guangzhou Chemical Industry, 2018, 46 (13): 133-135.]
- [3] 权茂华, 孙建林, 毛璟红, 薛润东. 加强大型仪器服务平台建设提高共享服务能力[J]. 实验技术与管理, 2019, 36(2): 238-240. [QUAN Mao-hua, SUN Jian-lin, MAO Jing-hong, XUE Run-dong. Strengthening construction of large-scale instrument service platform and improving sharing service ability[J]. Experimental Technology and Management, 2019, 36 (2): 238-240.]
- [4] 武瑞芳, 王永钊, 赵永祥. 透射电镜的管理维护与故障处理探讨[J]. 实验室科学, 2022, 25(1): 210-213. [WU Rui-fang, WANG Yong-zhao, ZHAO Yong-xiang. Discussion on management maintenance and troubleshooting of transmission electron microscope[J]. Laboratory Science, 2022, 25 (1): 210-213.]
- [5] 张露. 透射电子显微镜运行和管理的实践与探索[J]. 实验技术与管理, 2020, 37(2): 261-263. [ZHANG Lu. Practice and exploration on operation and management of transmission electron microscopy[J]. Experimental Technology and Management, 2020, 37 (2): 261-263.]
- [6] 黄艳萍. 学院仪器共享平台场发射扫描电镜的开放与管理实践[J]. 上海化工, 2021, 46(6): 40-43. [HUANG Yan-ping. Management and sharing exploration practice for field emission scanning electron microscopy based on college sharing platform[J]. Shanghai Chemical Industry, 2021, 46 (6): 40-43.]
- [7] 元文涛, 陈盼, 高然. 高校大型科研仪器开放共享运行机制探究[J]. 分析测试技术与仪器, 2022, 28(2): 167-172. [QI Wen-tao, CHEN Pan, GAO Ran. Study on open sharing operation mechanism of large-scale scientific instruments in colleges and universities[J]. Analysis and Testing Technology and Instruments, 2022, 28 (2): 167-172.]
- [8] 王肖波. 大型科研仪器平台的可持续管理[J]. 分析测试技术与仪器, 2020, 26(3): 196-203. [WANG Xiao-bo. Sustainable management in large-scale scientific instruments platform[J]. Analysis and Testing Technology and Instruments, 2020, 26 (3): 196-203.]
- [9] 郭毅, 张滢滢, 沈烈. 开放式大型仪器平台管理探索与实践[J]. 分析测试技术与仪器, 2021, 27(1): 56-60. [GUO Yi, ZHANG Ying-ying, SHEN Lie. Exploration and practice on opening management of large scale equipment[J]. Analysis and Testing Technology and Instruments, 2021, 27 (1): 56-60.]
- [10] 张国云, 刘衍晟, 简利茹, 姬燕. 现代新型扫描电镜灯丝的维护[J]. 分析仪器, 2011(3): 104-106. [ZHANG Guo-yun, LIU Yan-sheng, JIAN Li-ru, JI Yan. Maintenance of tungsten filament of modern electron microscope[J]. Analytical Instrumentation, 2011 (3): 104-106.]
- [11] 金仁东, 柯红岩, 崔家瑞. 高校大型仪器设备共享平台建设与管理实践[J]. 实验技术与管理, 2018, 35(1): 21-24. [JIN Ren-dong, KE Hong-yan, CUI Jiarui. Practice on construction and management of sharing platform for large-scale instruments and equipment in colleges and universities[J]. Experimental Technology and Management, 2018, 35 (1): 21-24.]
- [12] 马晓丽, 李晓玲. 学院公共平台场发射透射电镜管理模式的探讨[J]. 实验技术与管理, 2020, 37(2): 257-260. [MA Xiao-li, LI Xiao-ling, Exploration on management mode of field emission transmission electron microscope on college public platform[J]. Experimental Technology and Management, 2020, 37(2): 257-260.]