

基于透射电镜的纳米材料无损检测实践

常云鹏*, 张旭茗

(哈尔滨工程大学, 哈尔滨 150000)

摘要: 透射电镜 (Transmission electron microscope, TEM) 以其超高分辨率和多模态成像能力, 成为解析纳米材料微观结构和性能关系的关键工具。然而, 高能电子束对样品的辐射损伤及动态检测中的结构稳定性问题限制了 TEM 在无损检测领域的广泛应用。本文以纳米材料无损检测为研究核心, 系统分析了当前基于 TEM 检测技术在高分辨率成像中的电子束损伤、动态检测中的样品稳定性平衡及多维数据处理的关键技术瓶颈。针对这些问题, 提出了优化策略, 包括低电子束高精度成像技术、多模态成像的综合应用及数据智能化处理方法。研究表明, 通过优化电子束剂量、结合高灵敏探测器及低温成像, 可以在降低样品损伤的同时获得高分辨率图像; 多模态成像技术整合了 HAADF、EELS 和 EDS 等功能, 实现了对纳米材料晶体结构和化学组成的多维解析; 引入人工智能辅助的数据处理策略, 大幅提升了动态检测的效率和精确度。

关键词: 纳米材料; 无损检测; 透射电镜

0 引言

纳米材料因其独特的物理、化学和机械特性, 在新能源、电子器件、生物医药等领域具有广泛的应用, 但其性能高度依赖于其微观结构特征, 如晶体缺陷、界面行为和表面形貌, 因此, 对其进行高分辨率、精细化的结构表征是科学研究与产业应用的关键^[1]。传统的材料表征方法往往存在破坏性强、灵敏度不足或无法解析纳米尺度复杂信息不足, 限制了纳米材料研究的进一步突破。透射电镜 (Transmission electron microscope, TEM) 以其高空间分辨率和多模态表征能力, 成为解析纳米材料微观结构的核心工具^[2]。然而, TEM 检测技术在实际应用中面临诸多挑战, 例如, 电子束的高能量可能引起样品损伤或结构退化, 同时, 长时间检测可能导致样品的热效应和形貌变化^[3]。此外, 如何在动态条件下精准表征材料行为, 以及在高分辨率数据采集后实现智能化分析与可视化, 仍是亟待解决的难题^[4]。本文旨在分析基于透射电镜的纳米材料无损检测技术现状, 探讨其在高分辨率检测、动态表征及多维数据处理中的关键技术瓶颈, 并提出优化策略, 为未来纳米材料的性能优化、新材料设计及无损检测技术在工业生产、质量控制等领域的应用提供了重要参考和支持。

1 基于透射电镜的纳米材料无损检测的技术背景

透射电镜作为纳米材料研究中不可或缺的高精尖工具, 以其超高的空间分辨率和多样化的表征功能, 在揭示纳米尺度下

的微观结构和物性机制方面具有核心技术地位。TEM 能够直接观察纳米材料的内部形貌、晶体结构和缺陷分布, 同时通过电子衍射和化学分析等功能, 为材料的成分与微观结构分析提供详细信息^[5]。这些技术能力为深入理解纳米材料的尺寸效应、表面效应和量子效应提供了强有力的支持。然而, 纳米材料通常具有高表面积、复杂形貌和脆弱结构, 其表征过程中容易受到高能电子束的辐射损伤, 这使得基于 TEM 的无损检测技术成为当前研究的重要方向^[6]。通过优化电子束剂量与检测模式, 可以在高分辨率成像的同时最大限度地保护样品结构, 为材料研究提供更加真实可靠的基础数据。例如, 有研究人员开发了低剂量成像技术, 并结合电子束扫描模式的优化, 将其成功应用于碳纳米管的无损检测。这些进展为基于 TEM 的纳米材料研究开辟了新的路径, 也为未来的材料科学研究提供了更加稳固的技术支持。

纳米材料无损检测技术的理论基础主要依赖于透射电镜的电子-物质相互作用原理。在低剂量电子束的条件下, TEM 利用材料对电子束的散射特性, 通过调控加速电压和束流密度, 降低样品受损风险, 同时保留清晰的衍射和成像信息^[7]。此外, 多模态检测技术的发展使 TEM 可以结合高角环形暗场、电子能量损失谱和能量色散谱等手段, 对样品的晶体结构、化学组成及局域电子特性进行多维度无损分析。透射电镜的这一技术优势, 使其在纳米材料领域的无损检测研究中占据重要地位, 并推动了其在新材料研发中的广泛应用。

* 通信作者: 常云鹏, 博士, 讲师, 研究方向为透射电镜、金属基复合材料。E-mail: changyunpeng@hrbeu.edu.cn

2 基于透射电镜的纳米材料无损检测的技术瓶颈

2.1 高分辨率检测中电子束损伤的普遍性

透射电镜以其亚纳米级分辨率和丰富的表征功能在纳米材料研究中具有重要地位, 但高分辨率成像过程中电子束对样品的辐射损伤是一个普遍且长期存在的问题。高能电子束与样品的相互作用会引发一系列物理和化学变化, 如原子位移、化学键断裂、样品升温和蒸发, 这些效应在轻元素材料、低维材料及有机复合材料中尤为显著。例如, 在二维材料如石墨烯或过渡金属硫化物的检测中, 电子束可能导致晶体结构中的缺陷扩大或材料局部分解, 影响表征的准确性^[8]。此外, 在金属纳米颗粒或纳米复合材料中, 电子束的加热效应可能引发颗粒团聚或相变, 从而使材料失去原始状态。尽管降低加速电压和控制剂量可以在一定程度上减轻电子束损伤, 但往往以分辨率下降为代价, 难以兼顾高精度与无损性的要求^[9]。因此, 如何在高分辨率表征的同时最大限度地减少电子束对样品的损伤, 成为 TEM 无损检测领域的关键技术瓶颈。

2.2 动态检测中样品稳定性与成像质量的平衡难题

随着对纳米材料动态行为研究需求的增加, 原位透射电镜技术应运而生, 用于实时观察材料在外场刺激下的结构演变。然而, 在动态检测中, 样品的稳定性与成像质量之间的矛盾是一个突出的技术难题。在原位实验中, 材料通常会受到电场、热场、力学载荷或化学反应环境的影响, 这些外场条件容易导致样品的机械形变、热膨胀或化学反应超出预期范围, 从而影响成像结果的可靠性^[10]。例如, 在加热实验中, 样品的热膨胀可能引起成像区域的漂移或结构失真, 而电场实验中样品与载体的耦合作用可能导致非真实行为的出现。此外, 由于 TEM 的高分辨率依赖于极高的电子光学与机械稳定性, 在动态检测条件下, 如载物台的移动或环境腔体的振动, 可能引起图像模糊和信号丢失, 进一步降低检测效果。为解决这一平衡难题, 研究人员正在探索新型样品支撑技术、高稳定性载物平台及快速成像算法, 以同步提升动态检测的成像质量和样品的操作稳定性。

2.3 数据处理与多维度表征技术的局限性

随着 TEM 检测能力的提升, 数据采集量和信息维度的增加也对数据处理技术提出了更高要求。现代 TEM 检测不仅关注二维成像, 还包括三维重构、时间分辨动态成像和多模态数据融合, 如电子能量损失谱与能量色散谱的同步表征^[11]。然而, 多维数据的获取和分析存在显著的技术局限性。首先, 在高分辨率条件下获得的大量图像数据常伴随噪声干扰, 需要依靠复杂的算法去除噪声以提升信号质量, 而传统数据处理手段在速度与精度之间的权衡难以满足实时分析需求。其次, 多模态表征需要整合不同检测手段产生的数据, 这些数据可能由于分辨率、对比度和检测条件的差异导致难以准确对齐, 进而影响材料属性的综合解析。最后, 在动态检测中, 大量时间序列数据的存储、处理和解析对硬件资源和算法优化提出了更高要求^[12]。例如, 实时捕捉

和解析纳米材料的动态行为需要人工智能辅助的快速分类与模式识别技术, 但现有算法在小样本环境下的鲁棒性和泛化能力有限。解决这一局限性需要进一步发展基于机器学习的大数据分析方法, 同时结合高效的物理建模与仿真技术, 实现多维度数据的精准解析和材料性能的全面理解。

3 基于透射电镜的纳米材料无损检测技术的优化策略

3.1 基于低电子束的高精度成像技术改进

在透射电镜无损检测中, 电子束对样品的辐射损伤是限制其应用的重要技术瓶颈。尤其在高分辨率成像条件下, 高能电子束对轻元素材料、二维材料和有机复合材料的损伤尤为显著。为实现高分辨率与无损性的兼容, 低电子束成像技术的改进策略成为研究重点。第一, 通过调控电子束的加速电压, 可以显著降低电子-样品相互作用引起的辐射效应。以 30 kV 甚至更低的加速电压替代传统的 200 kV 以上高电压, 不仅减少了电子对样品的动量传递, 还减轻了由原子位移和化学键断裂导致的样品结构破坏^[13]。然而, 低电压可能导致电子衍射强度减弱和信噪比下降, 为此需要结合高灵敏度探测器, 如直接电子探测器(Direct electron detector, DED), 以提高低电压条件下的图像质量。第二, 逐像素采样技术应用可以为进一步降低电子束剂量提供技术支持。在该模式下, 电子束仅作用于成像区域的特定像素, 未采样区域则完全避开电子辐照, 通过减小样品暴露面积, 有效降低了整体辐射损伤。第三, 与逐像素采样技术配合的快速扫描成像技术, 可以在短时间内完成大范围低剂量扫描, 并通过后续数据处理算法提升图像分辨率。通过优化电子束的聚焦与偏转技术, 也能够实现对样品局部区域的精细化探测, 避免对非目标区域的有效辐射。第四, 结合低温条件下的 TEM 成像, 可以进一步减少因热效应导致的样品分解。低温不仅提升了样品的稳定性, 还降低了电子束作用下的化学反应速率。

3.2 多模态成像技术的综合应用

在纳米材料研究中, 单一成像模式往往难以全面揭示材料的结构、成分和性能, 因此多模态成像技术的应用成为提升 TEM 无损检测能力的重要方向。多模态成像通过整合多种 TEM 表征手段, 如高角环形暗场(High angle annular dark field, HAADF)成像、电子能量损失谱(Electron energy loss spectroscopy, EELS)和能量色散谱(Energy dispersive spectrometer, EDS), 能够从多维度解析纳米材料的内部结构及其功能特性。HAADF 成像利用电子散射的质量对比特点, 可以直观显示不同原子种类的分布^[14]; EELS 能够提供局部化学环境及电子结构信息; EDS 则能对元素组成进行定量分析。为了充分发挥这些技术的协同优势, 多模态成像技术的实践路径主要围绕硬件整合和数据融合展开。

在硬件整合方面, 多探测器系统的快速切换技术是实现多模态成像的关键。例如, 通过在同一光路上集成 HAADF

探测器与 EELS 和 EDS 探测器,能够在单次实验中同时采集多种数据,有效缩短样品的电子束暴露时间,降低辐射损伤。此外,借助高速扫描电镜技术,可实现多模态数据的同步获取,避免因不同模式切换导致的空间位置偏移。在数据融合方面,联合数据分析方法的应用至关重要。当前基于人工智能的图像配准和特征提取技术已经能够有效解决不同模态数据之间分辨率与对比度不匹配的问题。例如,深度学习模型可以通过大样本训练实现对 HAADF 与 EELS 数据的精准对齐,并挖掘不同模态之间的潜在关联^[15]。实践表明,通过多模态成像技术的综合应用,可以同时获取纳米材料的晶体结构、化学组成及电子特性,为无损检测技术赋予更广泛的应用可能性。

3.3 数据智能化处理的前沿探索

随着 TEM 检测能力的提升,数据量的爆炸式增长对数据处理技术提出了更高的要求。智能化数据处理策略的核心在于通过人工智能与大数据技术,提升数据分析的效率和精确度,为无损检测的多维表征提供支持^[16]。

第一,在图像优化方面,基于深度学习的去噪与分辨率增强技术为低电子剂量成像提供了可靠保障。第二,在特征提取与模式识别的应用中,AI 算法不仅提高了数据解析效率,还为复杂的纳米材料表征提供了新的解决方案。通过采用基于迁移学习的深度学习模型,可以在不同实验条件下迅速识别图像中的晶体缺陷、界面行为及相变特征^[17]。这些模型通过在大规模数据集上进行训练,具备了较强的适应性和鲁棒性,能够在样品变化较大或实验环境复杂的情况下保持较高的识别准确性^[18]。第三,动态检测中产生的海量时间序列数据对传统计算方式提出了挑战,边缘计算和云计算的结合为解决这一问题提供了有效途径。边缘计算通过在 TEM 设备端实时处理关键数据,能及时提供反馈,而云计算平台则能够通过高性能计算集群对复杂数据进行深度分析,进一步提升数据处理效率和精度^[19]。第四,多模态数据融合平台的出现,使得 HAADF、EELS 和 EDS 等技术相结合,能够构建更加精准的三维可视化模型,全面展示纳米材料的微观结构、成分及性能,为无损检测提供了更直观的分析工具。

4 结束语

基于透射电镜的纳米材料无损检测技术,已成为解析纳米材料微观结构、揭示性能机制的重要工具。本文通过低电子束成像、多模态成像和智能化数据处理技术的优化,解决了高分辨率检测中样品损伤、动态检测中样品稳定性与成像质量平衡,以及多维数据处理效率等关键问题,为纳米材料的设计优化和性能提升提供了可靠的理论依据和实践支持,彰显了其在科学研究和工程应用中的重要价值。未来,透射电镜无损检测技术的相关研究将致力于探索提高成像分辨率和速度的新方法,并深度融合多模态成像与人工智能技术,为如纳米医学、能源材料、环境科学等

领域的创新和进步提供新的工具和方法。

参考文献

- [1] 赵晓然,江俊楠,储淑芬,等.原位透射电镜在纳米多孔金原子尺度变形研究中的应用[J].电子显微学报,2023,42(04):515-525.
- [2] 张革,崔云,赵娇玲,等.样品倾转角度对透射电镜表征纳米薄膜的影响[J].光学学报,2024,44(02):320-325.
- [3] 陈晓,徐开兵.一维硫化铋纳米结构锂化过程体积变化的原位透射电镜研究[J].化工新型材料,2024,52(06):170-172.
- [4] 编辑部.三维透射电镜技术为纳米金属材料拍出 3D 照片[J].粉末冶金工业,2023,33(06):156.
- [5] 陈晓,徐开兵.一维硫化铋纳米结构锂化过程体积变化的原位透射电镜研究[J].化工新型材料,2024,52(06):170-172.
- [6] 马晓丽,刘礼.透射电镜图像处理的晶面间距测量系统设计[J].电子显微学报,2022,41(02):123-127.
- [7] 陈超宇,宋泉荣,徐恩泽,等.可充电便携式透射电镜样品电动真空移样器研制[J].工程与试验,2022,62(01):54-56.
- [8] 徐开兵,崔哲,陈晓,等.原位透射电镜研究 MOF 裂解过程中金属颗粒的析出与迁移过程[J].实验室研究与探索,2021,40(07):23-26.
- [9] 王磊,曲迪,姬静远,等.基于 FIB-SEM 制备尖晶石微米颗粒的球差校正透射电镜样品[J].电子显微学报,2021,40(01):50-54.
- [10] 王霖,邱娟,郑金桔.透射电镜在应用型本科实验教学中的应用探索[J].宁波工程学院学报,2020,32(04):126-130.
- [11] 许国光,王琪,苏毅,等.原位透射电镜研究正交相五氧化二铋纳米片的电化学储钠机制[J].物理化学学报,2022,38(08):21-27.
- [12] 皇甫磊磊,翟阿敏,田鹤,等.碳纳米纤维储钠机制的原位透射电镜研究[J].电子显微学报,2019,38(06):593-599.
- [13] 蔺萌,王亚婷,朱美霖,等.外泌体透射电镜样品的制备方法[J].山西医科大学学报,2019,50(10):1482-1484.
- [14] 王春省,封振宇.磁性微纳米材料透射电镜测试的简单制样方法[J].实验技术与管理,2019,36(08):49-51.
- [15] 徐开兵,沈越年,李志豪,等.NiCo₂O₄ 纳米线的原位透射电镜研究[J].实验室研究与探索,2019,38(08):31-33.
- [16] 高智逊,马路路,邢华丹,等.基于透射电镜晶格图像数字云纹的应变测量方法[J].实验力学,2019,34(02):191-199.
- [17] 董干兴,金传洪.借助液体透射电镜原位分析钡纳米棒的可控性氧化刻蚀[J].物理化学学报,2019,35(01):15-21.
- [18] 张伟,李思涵,王军,等.透射电镜在金属纳米颗粒形貌演化中的应用[J].纳米科技,2023,41(03):112-118.
- [19] 孙浩,刘伟,张建,等.基于透射电镜的纳米材料表面修饰及其对性能影响的研究[J].材料科学与工程,2023,58(10):134-139.