

# 原位扫描电子显微镜技术的应用

►袁扬 关波

(分析测试中心电镜组 Email: yuanyang@iccas.ac.cn, guanbo@iccas.ac.cn)

## 一、概述

原位扫描电子显微镜 (*In-situ scanning electron microscope, In situ SEM*) 将高空间分辨率成像能力与原位环境调控技术相结合,能够在模拟实际工况或特定外界刺激下对材料进行观测。该技术突破了传统扫描电子显微镜只能进行“静态观测”的限制,实现了调控-表征一体化,可在微观结构演变与宏观性能响应之间建立直接关联,为揭示材料内在机理提供了动态研究手段。与传统 SEM 相比, *In-situ SEM* 的核心优势在于:一方面可模拟温度、力学载荷、电场、化学气氛等工作环境;另一方面能够捕捉相变、裂纹萌生与扩展、晶粒生长、界面演化等微观结构的动态演变过程<sup>[1-2]</sup>。

*In-situ SEM* 的发展与扫描电子显微镜技术、原位环境调控技术的进步密切相关。20 世纪 60 年代, SEM 实现商业化后,研究人员开始探索在 SEM 中引入环境调控装置,早期主要以单一力学载荷或温度调控为主,分辨率较低(微米级),仅能观察较为缓慢的宏观变化。20 世纪 90 年代至 21 世纪初,随着电子光学技术的突破, SEM 的空间分辨率提升至纳米级,同时原位样品台的设计日趋精密,实现了温度、力学载荷的精确控制,开始应用于金属材料的形变机制、高分子材料的相变等研究。该阶段的标志性进展是多参数协同调控概念的提出,为后续多场耦合原位技术奠定了基础。

*In-situ SEM* 在过去十年进入快速发展期:一方面,原位控制能力得到增强,实现了多场耦合控制,如力-热-电-化学-气氛的协同调控;另一方面,表征维度不断扩展,结合能谱分析 (Energy-dispersive X-ray spectroscopy, EDS)、电子背散射衍射 (Electron backscattered diffraction, EBSD) 等技术,实现了多维信息的同步获, *In-situ SEM* 在材料科学、能源工程、电子信息及生物医学等领域具有重要的应用价值<sup>[3]</sup>。

## 二、工作原理

### 2.1 扫描电子显微镜基础成像

*In-situ SEM* 的成像基础与传统 SEM 一致:电子枪发射的高能电子束经聚光镜、物镜聚焦后,在扫描线圈的控制下对样品表面进行逐点、逐行扫描。当高能电子与样品原子相互作用时,会激发产生多种信号,主要包括二次电子(SE)、背散射电子(BSE)、特征 X 射线等。二次电子来自样品表面浅表层(1~10 nm),对样品表面形貌变化敏感,是 SEM 形貌成像的主要信号源。背散射电子来自样品较深层(10~100 nm),其强度与样品原子序数相关,可用于成分衬度成像。探测器收集上述信号后,将其转换为电信号,经处理后与电子束的扫描同步显示在荧光屏或显示器上,形成与样品表面形貌、成分对应的图像。

## 2.2 原位调控与同步表征

*In-situ SEM* 与传统 SEM 的差异在于增设了高精度原位样品台及配套的环境调控系统,使“环境调控-信号激发-信号收集-数据同步”可协同进行。

工作流程为:首先将样品固定于原位样品台上,根据研究需求设定调控参数(如温度、力学载荷、电场强度、气氛成分等);然后启动 SEM 成像系统,电子束扫描样品表面激发信号;对原位样品台实时施加外部刺激,同时持续采集样品的形貌、成分等信号;最后数据采集系统同步记录刺激参数与表征信号,形成“刺激条件-微观结构-性能响应”的对应关系,实现动态过程的全程追踪。主要应用 *In-situ SEM* 的分类主要依据原位调控的外部刺激类型,目前主要可分为以下几类:

### 2.2.1 力学原位 SEM

力学原位 SEM 是指在 SEM 观察过程中,对样品施加拉伸、压缩、弯曲、剪切等力学载荷,实时捕捉材料形变、裂纹萌生与扩展、界面剥离等动态力学行为的表征方法。应用此技术,研究人员观察到裂纹尖端塑性区存在滑移、孪生等多种变形机制,这些微观结构效应是面心立方相基体具备优异延展性、加工硬化能力的核心原因(图 1),也是提升材料损伤容限的关键因素<sup>[4]</sup>。在针对多层 MXenes 材料的研究中,研究人员通过原位 SEM 观测结合实验数据,测定了材料的力-位移响应,并识别出弯曲、屈服及分层等破坏模式(图 2),揭示了其在单轴压缩下的复杂结构行为,并分析了破坏机理<sup>[5]</sup>。

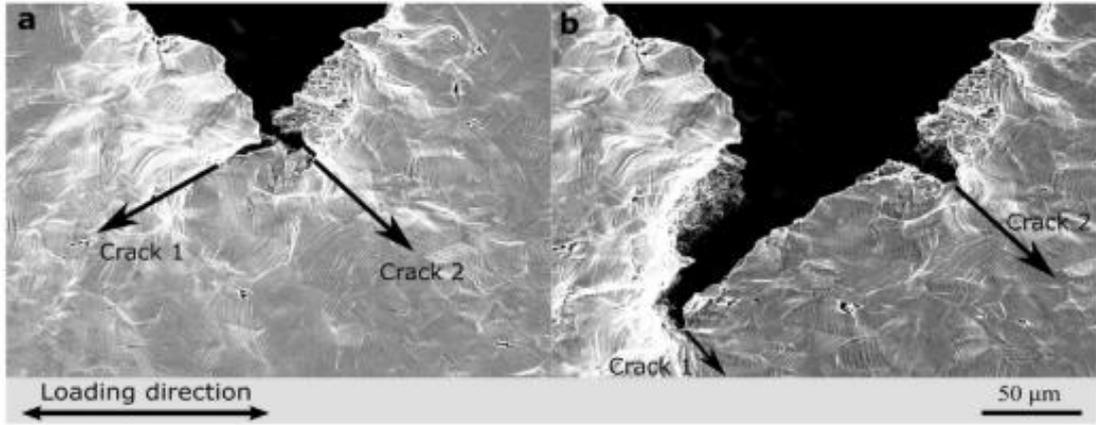


图 1、裂纹扩展初期观察到的裂纹分支现象：（a）第一时刻出现两个裂纹分支（裂纹 1 和裂纹 2）（b）随后时刻，裂纹 1 成为主要裂纹

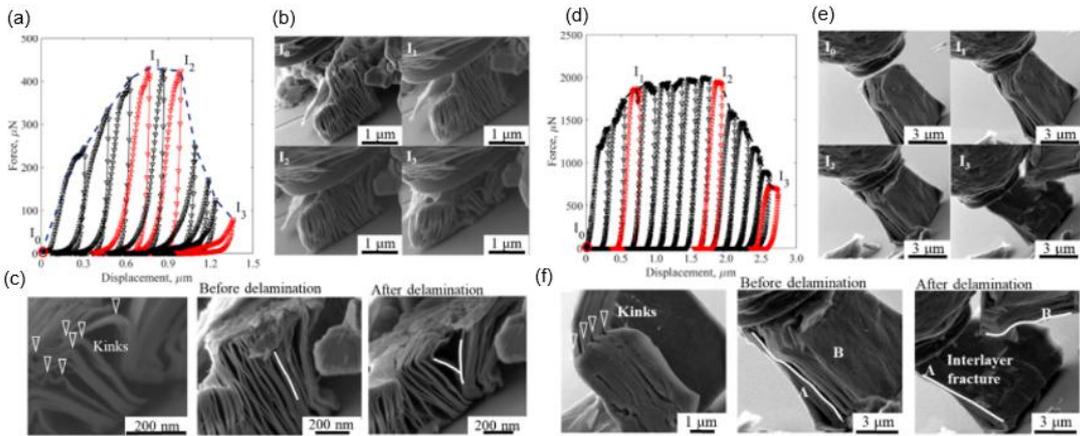


图 2、MXene 微粒的面内压痕：（a） $Ti_2CT_x$  的力-位移响应（b） $Ti_2CT_x$  在**临界状态**时的 SEM 图像（c） $Ti_2CT_x$  失效后界面的 SEM 图像（d） $Ti_3C_2Tx$  的力-位移响应（e） $Ti_3C_2Tx$  在**临界事状态**的 SEM 图像（f） $Ti_3C_2Tx$  失效后界面的 SEM 图像

### 2.2.2 热原位 SEM

热原位 SEM 通过对样品施加升温或冷却处理，可实时观察材料在温度变化过程中的物理化学行为，为材料热性能与微观结构演化的关联研究提供直接可视化证据。王竹君等<sup>[6]</sup>利用环境扫描电子显微镜（Environmental scanning electron microscope, ESEM）探究了极端条件下材料的氧化行为。研究发现，在富氧高温环境中，单层石墨烯的抗氧化稳定性极差，曝光不足 1 s 即发生失效（图 3a）；而经双层石墨烯修饰的铜，其完全氧化过程耗时超过 120 min（图 3a~f）。研

究明确了石墨烯层数对铜基材料抗氧化性能的调控作用,拓展了铜在极端温度与富氧环境下的应用场景。

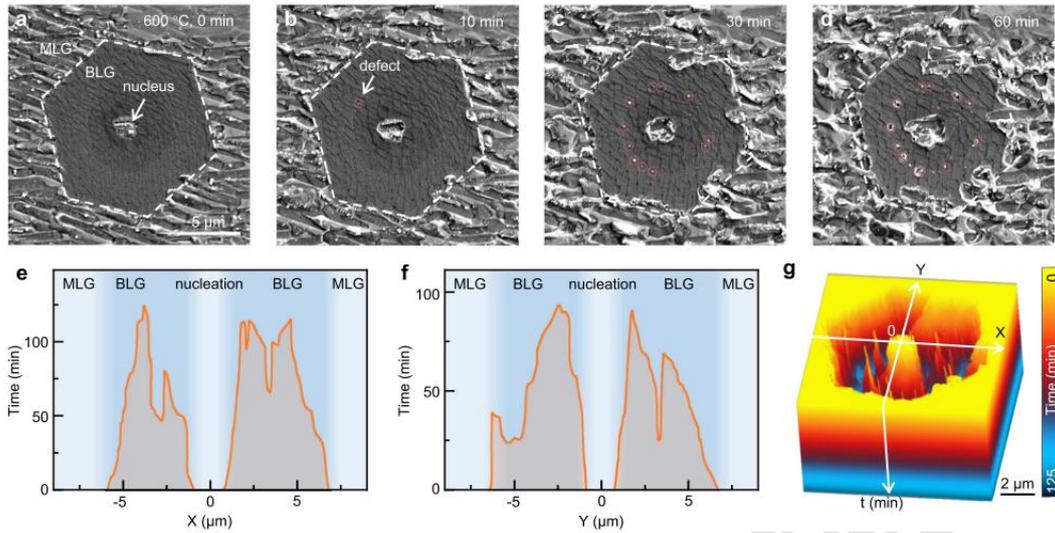


图3、用石墨烯涂层原位表征铜的氧化过程:(a-d) 单层和双层石墨烯包覆的铜表面在 600 °C、150Pa O<sub>2</sub> 和 80Pa H<sub>2</sub> 下氧化的原位扫描电子显微镜图像,氧化过程中产生的缺陷用红色圆圈标记 (e-f) 单层石墨烯(MLG)和双层石墨烯 (BLG) 沿 X 轴、Y 轴的氧化过程的随时间的演化图及 (g) 三维彩色图

Barreau 等人<sup>[8]</sup>首次采用高温环境扫描电子显微镜研究了材料表面在奥氏体化过程中的演化机制。通过在 ESEM 腔体内精准复现奥氏体化温度区间,清晰界定了 650~800 °C 为主要形貌变化阶段,该现象与铝元素同二元及三元 Fe-Al-Si 相之间的多重反应直接相关(图 4)。同时,研究进一步证实加热速率是影响材料表面形貌演化的关键参数,为精准调控材料热加工过程中的表面性能提供了重要参考<sup>[7]</sup>。在另一项相关研究中,科研人员借助原位 SEM 成像技术,全程追踪了热处理过程中铁素体/珠光体向奥氏体的相变历程,捕获了奥氏体在原始组织中的形核时间与空间分布特征,为通过优化热处理工艺参数、调控材料微观组织及提升综合性能提供了直接实验依据。

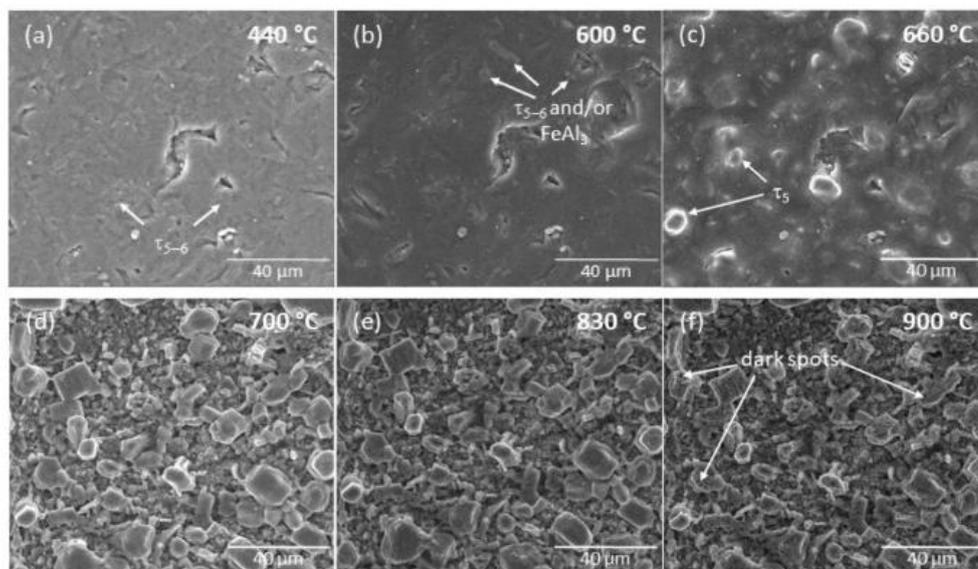


图 4、铝硅涂层 22MnB<sub>5</sub> 钢在 200Pa 空气中进行原位热处理时记录的 ESEM 图像: (a)440 °C (b) 600 °C (c) 660 °C (d) 700 °C (e) 830 °C (f) 900 °C

### 2.2.3 电化学原位 SEM

电化学原位 SEM 可模拟电池、电解池等典型电化学环境，在施加电场与电解液共存的条件下，实时追踪电极材料的氧化还原反应、离子嵌入/脱嵌、锂枝晶生长及电极界面演化等关键电化学过程。Y. Kamikawa 团队<sup>[9]</sup>借助原位 SEM 实时观察发现，Ag-C 复合阳极中各组分的亲锂活性与扩散性之间的平衡对电极性能调控起着关键作用（图 5）。通过强化并精准调控该复合结构的上述特性，可突破传统单一合金化金属基阳极的固有局限，为开发高性能替代阳极材料开辟了新路径。在另一项研究中<sup>[10]</sup>，利用搭载纳米探针系统的环境扫描电子显微镜，成功实现了微型全固态锂氧电池充放电过程的直接可视化，首先对电池在-3 V 恒定电位、200 Pa 氧分压条件下的放电过程进行了观察，实时捕获了放电产物 Li<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 的生长过程与形态演变特征（图 6）。同时，还通过完整的电化学循环实验，系统追踪了 Li<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 的形成与分解全过程。

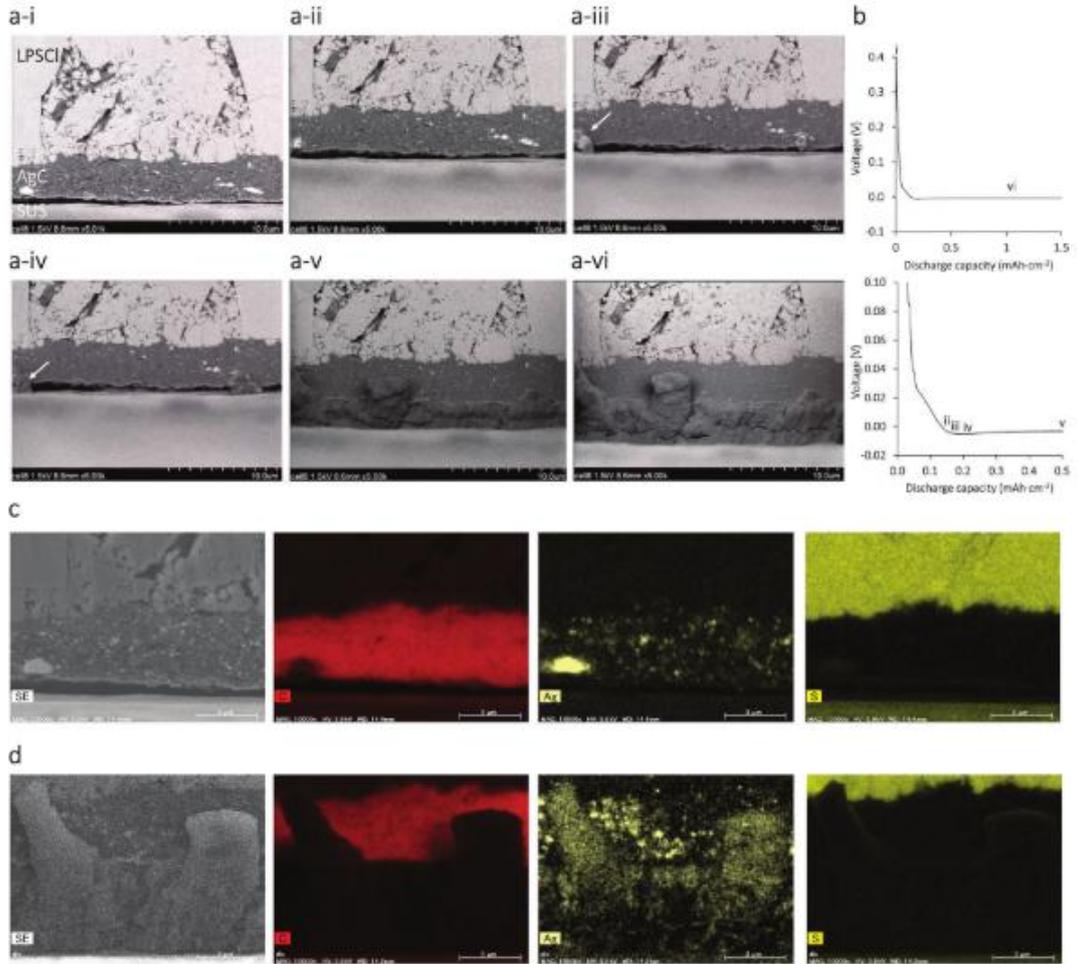


图 5、(a) Ag-C 阳极放电过程中的实时原位 SEM 观察 (b) Ag-C 阳极的放电曲线 (c) Ag-C 阳极的 SEM-EDS 分析 (d) 放电容量为  $1.5 \text{ mAh cm}^{-2}$  时的形貌

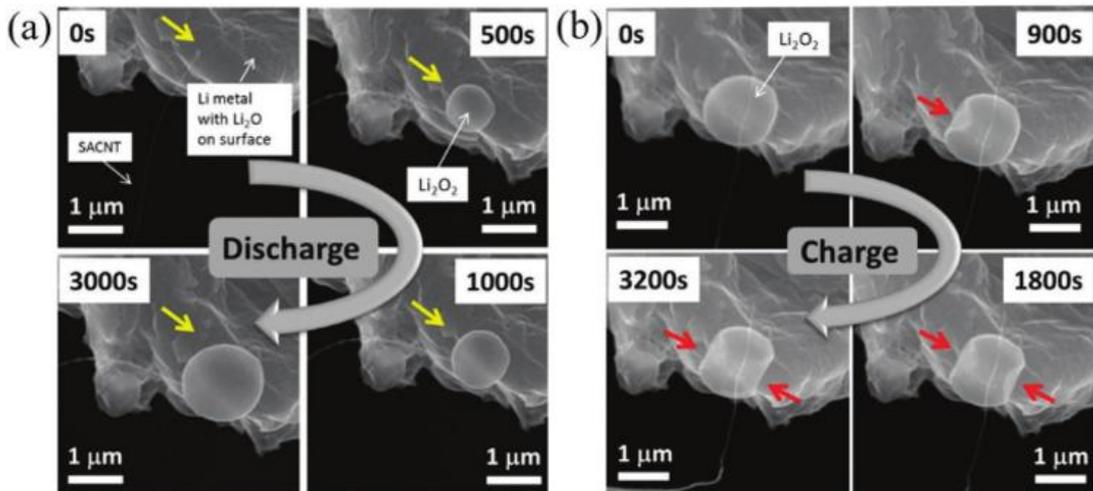


图 6、全固态锂氧电池电化学循环过程中  $\text{Li}_2\text{O}_2$  形成和分解的 ESEM 原位观察：(a) 在放电过程中，球形粒子在碳纳米管-固态电解质-氧三项界面处长大，如黄色箭头所示 (b) 相同颗粒的分解在表面局部开始，并在充电过程中进入整体，红色箭头表示粒子分解的位置

## 2.2.4 气氛原位 SEM

气氛原位 SEM 可通过在样品室中引入特定气体氛围，实时观测材料在气体环境下的各类反应过程。研究团队<sup>[11]</sup>借助气氛原位 SEM，首先对铸态 AZ91 镁合金在水蒸气气氛中微滴周围的产氢过程进行观察，其次探究了铁在水蒸气、湿空气、干燥空气中的氧化行为，明确水对氧化过程的影响。图 7 为铁在水蒸气环境中暴露 17 min 和 24 min 后的表面形态演化特征。王等人<sup>[12]</sup>通过环境 SEM 实现了单层石墨烯等温生长与刻蚀实验的原位成像（图 8）。研究中，先以  $C_2H_4$  为气源，在环境 SEM 腔体内通过恒温化学气相沉积工艺，在多晶铂衬底上成功生长石墨烯薄膜。随后在  $900\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $25\text{ Pa}$  氢气氛条件下，对少层石墨烯的刻蚀过程进行原位监测，同步表征石墨烯层的形状与尺寸演变规律。

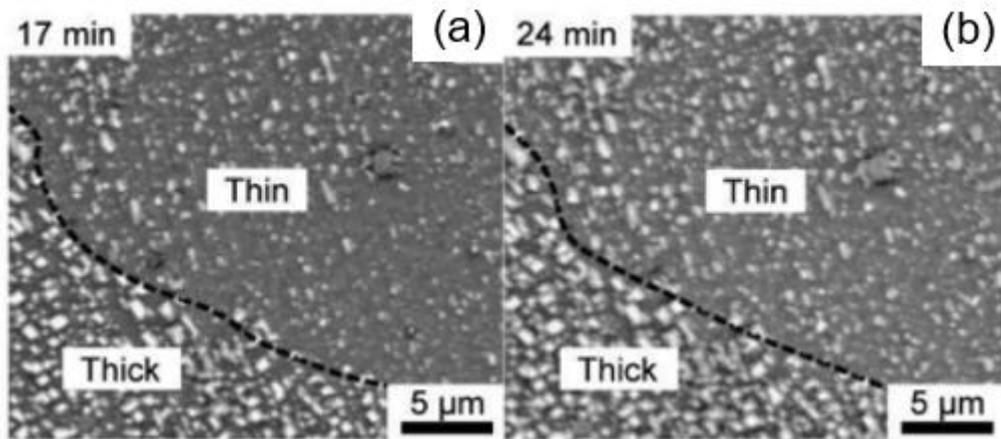


图 7、暴露在水蒸气中的铁表面形貌图，实验在  $500\text{ }^\circ\text{C}$  低真空度下进行：（a）和（b）分别显示了曝光 17 min 和 24 min 后的表面形貌。黑色虚线表示不同厚度的两个区域之间的边界。

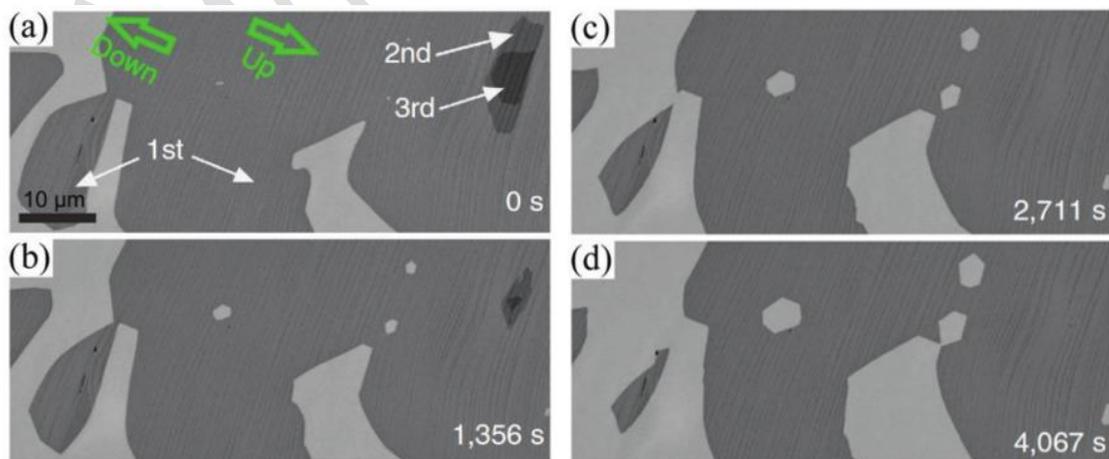


图 8、在 500 °C、25 Pa 氢气气氛中原位观察氢气刻蚀石墨烯过程中石墨烯的形状演变。(a-d) 时间推移图像序列显示了单层石墨烯、双层石墨烯和三层石墨烯中最顶层的刻蚀。绿色箭头表示铂的上升和下降方向。

### 2.2.5 液相原位 SEM

液相原位 SEM 技术，通过微流控芯片或封闭式液相样品池，将液体封装在芯片或样品池中，在隔绝电镜高真空环境的条件下，利用电子束穿透薄层液体实现对液相样品的高空间分辨率成像。陈等人<sup>[14]</sup>通过液相原位 SEM 观察了液滴的生长和颗粒的运动过程，对快速跟踪 Au 纳米颗粒的水平动态运动行为方法进行了探索，同时采集 SE 模式、SE/BSE 混合模式和 BSE 模式对 Au 纳米颗粒进行图像采集及对比（图 9）。

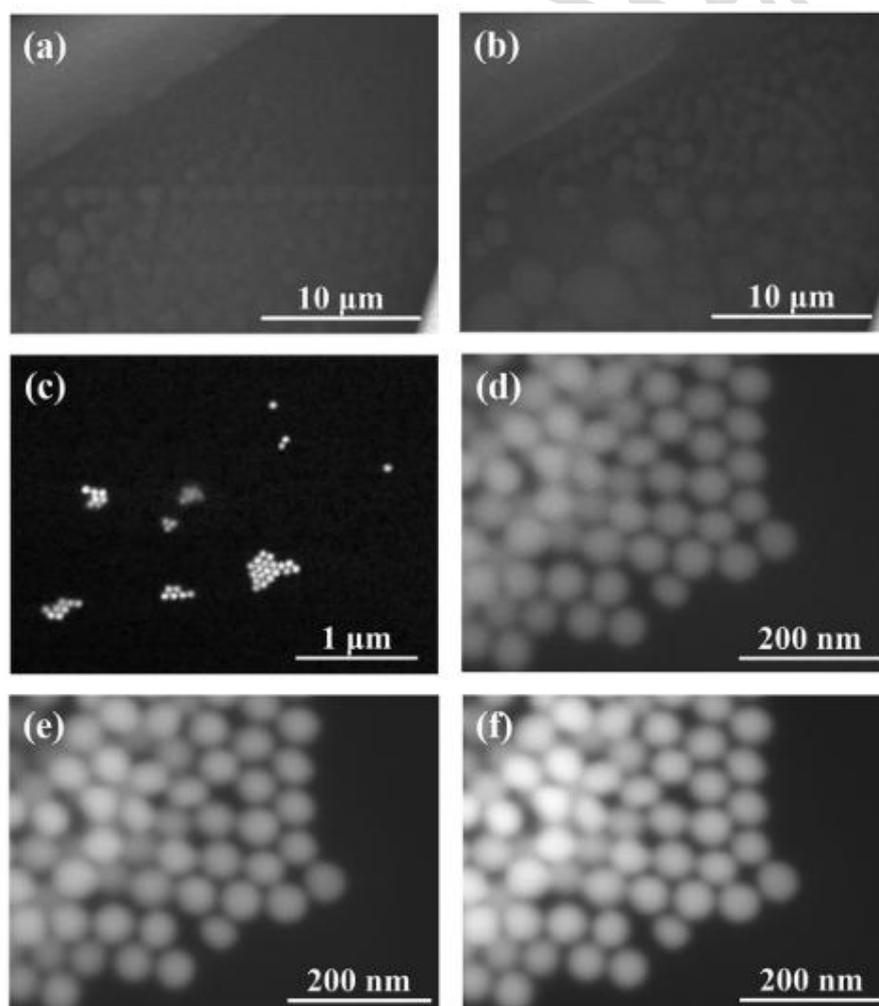


图 9、乳液及金纳米颗粒的原位液相 SEM 图像：(a-b) OA 乳剂的动态原位 SEM 图像 (c) 金纳米粒子在油酸乳剂中的原位 SEM 图像 (d-f) 高倍率原位 SEM 图像：(d) SE 模式 (e)

## SE/BSE 混合模式 (f) BSE 模式

### 2.2.6 多场耦合原位 SEM

多场耦合原位扫描电子显微镜 (SEM) 技术能够同时施加两种及以上外部刺激 (如力-热、电-热、力-电-化学等), 模拟材料在真实服役过程中面临的复杂环境, 直观、实时地揭示多场协同作用下材料的微观结构演化规律与失效机制。

在力-热耦合场景的研究中, Heijden 等人<sup>[15]</sup>搭建了集成于 SEM 内的拉伸-温度调控系统, 对推进剂样品开展原位拉伸测试 (图 10)。该系统可在施加拉力的同时精准控制测试温度, 实现了推进剂材料在不同温度-拉力耦合条件下的实时原位 SEM 观测, 明确了其失效机制的温度依赖性, 为推进剂材料的服役稳定性设计提供了直接的微观证据<sup>[13]</sup>。

另有研究团队<sup>[14]</sup>借助原位 SEM 高温疲劳试验机, 针对镍基单晶合金开展了 950 °C 与 1050 °C 下的高温疲劳测试, 系统探究了疲劳微裂纹的萌生与扩展机制。在 950 °C 时, 合金变形主要受滑移及裂纹剪切 $\gamma/\gamma'$ 相主导, 裂纹扩展呈现 I 型模式 (图 11); 而在 105 °C 时, 裂纹撕裂行为发生于平行于加载方向的 $\gamma$ 相及垂直于加载方向的 $\gamma/\gamma'$ 界面 (图 12), 先呈现垂直于加载轴的 II 阶段扩展模式, 随后在加速扩展阶段转变为 I 型模式, 清晰揭示了温度对镍基单晶疲劳裂纹演化路径的调控作用。

除力-热耦合外, 热场与气氛场耦合下的材料微观演化研究也借助原位 SEM 技术取得重要进展。纳米多孔材料的热稳定性是拓展其应用的关键瓶颈, 研究发现向纳米多孔材料中引入铂可有效抑制脱合金化及氧化后处理过程中的粗化现象。基于此, Perovic 等人<sup>[16]</sup>针对不同前驱体生长的纳米多孔层, 开展了热粗化过程形貌演变的原位 STEM/SEM 对比研究。为排除氧化物种对 NPG-铂中铂相的干扰, 测试全程采用氢气气氛构建还原环境, 精准捕捉了不同前驱体衍生纳米多孔层的热粗化规律, 为纳米多孔材料-铂材料的热稳定性优化提供了微观调控依据。

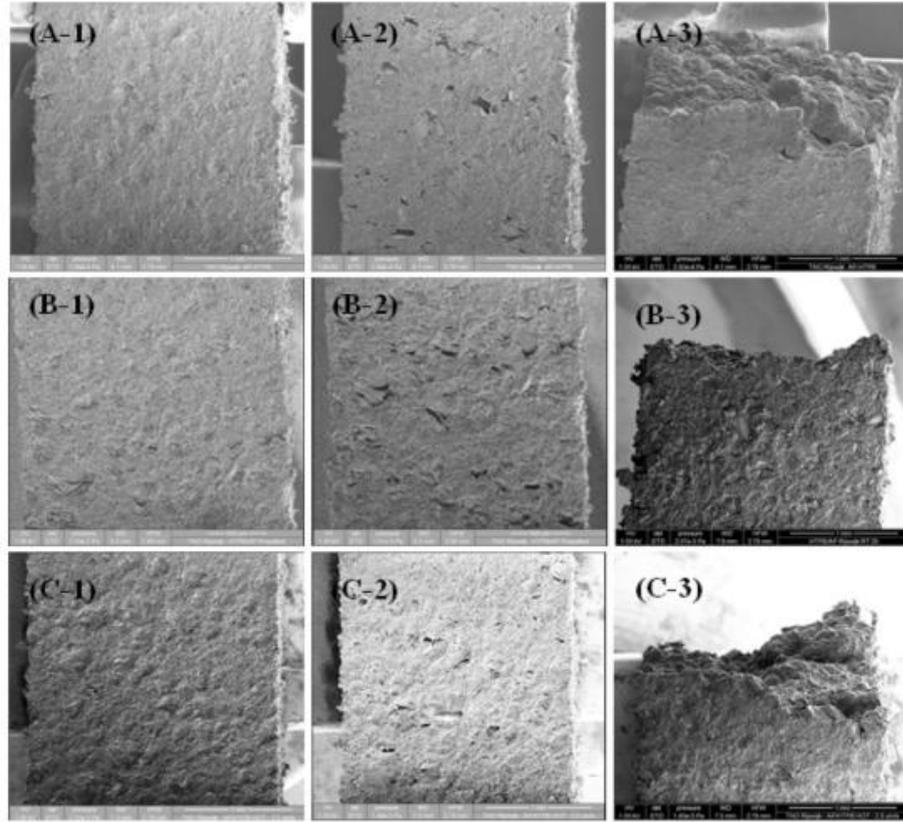


图 10、在不同温度下以 150 mm/min 的应变速率进行原位单轴拉伸试验时的 SEM 图像：  
 (a) -54 °C (b) +25 °C (c) +40 °C

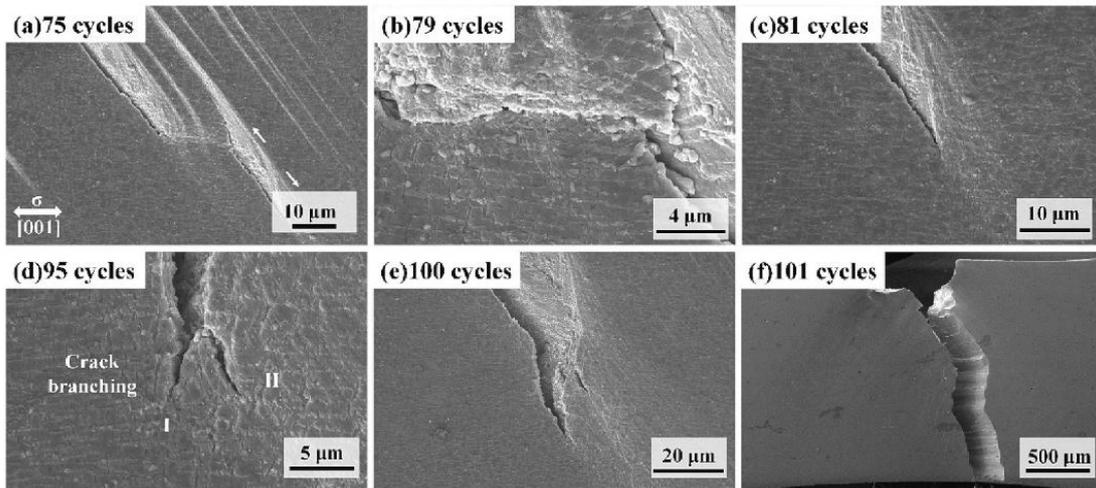


图 11、在 950°下对镍基单晶的疲劳裂纹扩展过程进行的原位观察：(a) 5 次循环 (b) 79 次循环 (c) 81 次循环 (d) 95 次循环 (e) 100 次循环 (f) 101 次循环

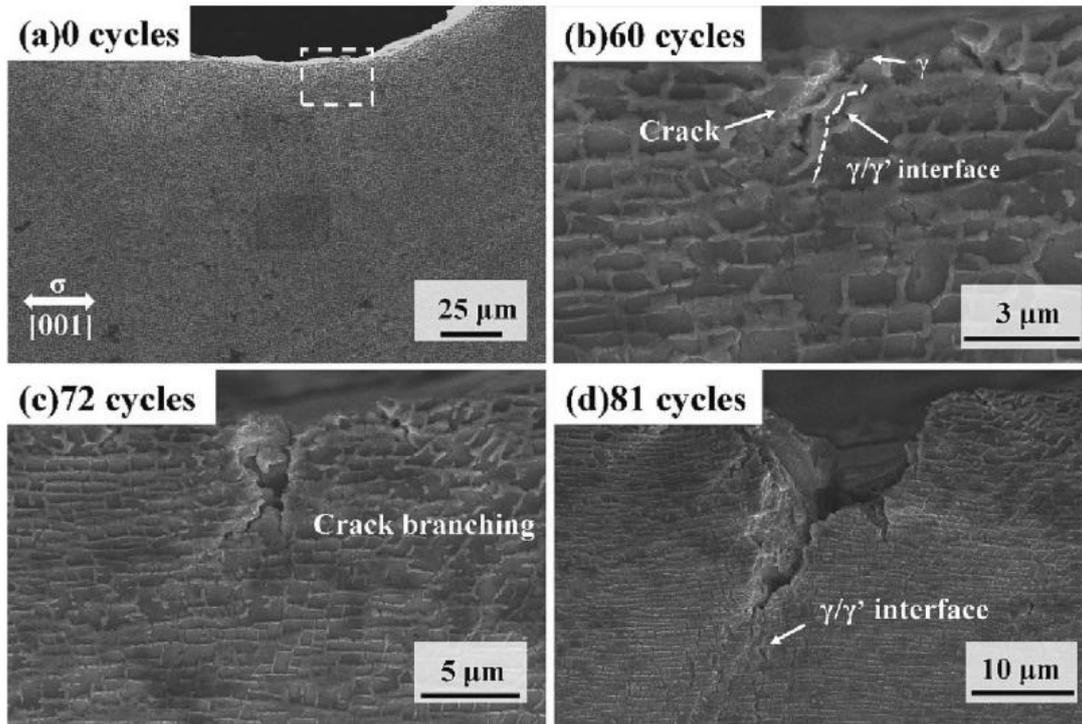


图 12、在 1050 °C（加载方向为水平方向）下，原位观察了镍基单晶的疲劳裂纹萌生过程：  
 (a) 0 个循环 (b) 60 个循环 (c) 72 个循环 (d) 81 个循环。

### 三、技术挑战与局限性

原位电子显微镜技术的发展仍面临诸多挑战，核心难点在于如何建立可靠的原位环境，并在原位环境下保证高空间分辨率成像。虽然已在扫描电镜中是实现了力、热、电、气氛等多种原位环境，但是目前还无法实现一些实际反应的原位条件，例如很难实现高压的气体和液体条件，以及液相、加热并通入气体等复杂的原位环境，需要发展新的技术以实现更多的原位动态过程的微观结构演变表征。同时，电子光学系统依赖高真空环境以确保电子束聚焦并减少散射，而引入气体或液体环境会引发电子束散射，电子束在环境介质中传输时会产生信号衰减与噪音，导致图像分辨率和对比度下降。此外，由于高能电子束可能对样品产生加热、电离等作用，所以在原位实验中需要考虑电子束对反应过程的影响。

## 参考文献:

1. Chandra, S.E., et al., Advancements in transmission and scanning electron microscopy for nanomaterials: Insights into structural, morphological, and functional characteristics. *Appl. Mater. Today.*, **2025**, *45*, 102829.
2. Renu, S., et al., Perspective and prospects of in situ transmission/scanning transmission electron microscopy. *Microscopy.*, **2024**, *73*, 79.
3. Zheng, H.M., et al., Perspectives on in situ electron microscopy. *Ultramicroscopy.* **2017**, *180*, 188196.
4. Li, W.P., et al., Fracture mechanisms of a Mo alloyed CoCrFeNi high entropy alloy: In-situ SEM investigation. *Mater. Sci. Eng. A.*, **2018**, *723*, 79.
5. Li, Y.X., et al., In-situ SEM compression accordion-like multilayer MXenes. *Extreme. Mech. Lett.*, **2020**, *41*, 101054.
6. Zhao, M.Z., et al., Enhanced copper anticorrosion from Janus-doped bilayer graphene. *Nat. Commun.*, **2023**, *14*, 7447.
7. Barreau, M., et al., In situ surface imaging: High temperature environmental SEM study of the surface changes during heat treatment of an AlSi coated boron steel. *Mater. Charact.*, **2020**, *163*, 110266.
8. Rhiannon, H., et al., Investigating Iron Alloy Phase Changes Using High Temperature In Situ SEM Techniques. *Materials.*, **2022**, *15*, 3921.
9. Kamikawa, Y., Unraveling the Mechanisms of Lithium-Alloy Plating in Ag–C Anode: In situ SEM Study. *Adv. Sci.*, **2025**, *12*, 2404840.
10. Zheng, H., et al., New Insight in Understanding Oxygen Reduction and Evolution in Solid-State Lithium–Oxygen Batteries Using an in Situ Environmental Scanning Electron Microscope. *Nano. Lett.*, **2014**, *14*, 4245.
11. Jonsson, T., et al., An ESEM in situ investigation of the influence of H<sub>2</sub>O on iron oxidation at 500 °C. *Corros. Sci.*, **2009**, *51*, 1914.
12. Wang, Z.J., et al., Stacking sequence and interlayer coupling in few-layer graphene revealed by in situ imaging. *Nat. Commun.*, **2016**, *7*, 13256.
13. Giuseppe, L., et al., In-Situ Tensile Testing of Propellants in SEM: Influence of Temperature. *Propellants. Explos. Pyrotech.*, **2017**, *42*, 1396.

14. Chen, X., et al., In situ liquid cell SEM observation of dynamic processes of Au nanoparticles. *Microsc Res Tech.*, **2023**, *86*, 1057.
15. Zhou, J.L., et al., In-situ SEM study on fatigue crack behavior of a nickel-based single crystal alloy at 950 °C and 1050 °C. *Mater. Character.*, **2023**, *199*, 112763.
16. El-Zoka, A.A., et al., In situ STEM/SEM study of the coarsening of nanoporous gold. *Acta, Mater.*, **2019**, *162*, 67.

**致谢:**

感谢分析测试中心丁丽萍老师对稿件的多次审读和编辑加工!