

## 实验四 X 射线能谱显微成分分析

### 一、实验目的

通过演示实验，使学生了解 X 射线能谱仪(简称能谱仪，英文为：Energy Dispersive Spectrometer，缩写为 EDS)的构造、工作原理、分析方法和应用。

### 二、实验原理

能谱仪利用电子束与样品作用，在一个有限深度和侧向扩展的微区体积内，激发产生 X 射线讯号，它们的波长(或能量)和强度将是表征该微区内所含元素及浓度的重要信息。能谱仪所能分析的元素可从 4Be 到 92U，但原子序数低于 12 的轻元素或超轻元素的测定，需要某些特殊的条件和技术。微区成分的定量分析，即把某元素的特征 X 射线强度换算成百分浓度。

能谱仪工作的基本原理为：

由试样出射的具有各种能量的 X 光子，相继经 Be 窗射入 Si(Li)内，在 I 区产生电子空穴对。每产生一对电子空穴对，要消耗掉 X 光子 3.8eV 能量。因此每一个能量为 E 的入射光子产生的电子-空穴对数目  $N=E/3.8$ ，入射 X 光子的能量越高，N 就越大。利用加在晶体两端的偏压收集电子空穴对，经前置放大转换成电流脉冲，电流脉冲的高度取决于 N 的大小，电流脉冲经主放大器转换成电压脉冲进入多道脉冲高度分析器。脉冲高度分析器按高度把脉冲分类并进行记数，这样就可以描出一张特征 X 射线按能量大小分布的图谱。

### 三、实验仪器设备及流程

能谱仪的基本结构：锂漂移硅 Si(Li)探测器，数字脉冲信号处理器，模数转换器，多道分析器及计算机。

### 四、实验操作步骤

- 1、试样准备：与 SEM 相同，然后放入 SEM 样品室中。
- 2、分析过程：打开 SEM 高压，调整 SEM 以观察样品的表面形貌，选择待分析的区

域,增加 SEM 的电子束束斑到能谱仪具有足够的 X 射线的强度(大于 500cps),调整 SEM 的焦距,观察到清晰的图像,然后进行选区或点,用能谱仪采集图谱,然后进行定性和定量分析,还可进行元素的线、面的成分分布分析。

## 五、数据处理

能谱仪所能分析的元素可从 4Be 到 92U,但原子序数低于 12 的轻元素或超轻元素的测定需要某些特殊的条件和技术,利用能谱仪进行微区成分的定量分析,即把元素成分经过一系列校正定量计算出来。

### (1) 化学成分分析

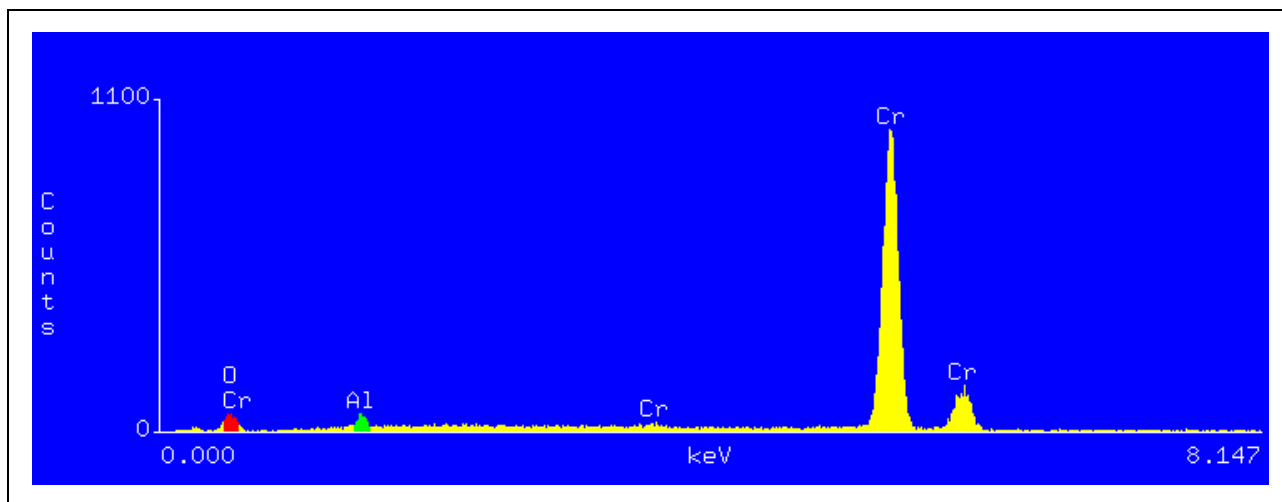
扫描电镜的能谱分析可以把样品的成分和形貌、乃至结构结合在一起进行分析。既可在较大范围区域内进行组分分析,也可对微小区域进行成分分析,最小分析区取决于 X 射线的空间分辨率(X 射线在样品中的出射区域的大小)。

### (2) 元素的 X 射线面分布

对于不同元素在试样中的分布以及它们含量的百分浓度,可以通过采集 X 射线得到面分布图(X-Ray Mapping)。

### (3)元素的 X 射线线分布

在面分布图上沿着指定的直线段提取出的 X 射线信号的强度分布曲线,称为 X 射线线扫描(X-Ray Linescan),可以获得感兴趣元素的 X 射线强度沿这条线的分布图。



Accelerating Voltage: 20 KeV

Take Off Angle: 37.4694°

Live Time:

55.42 seconds

Dead Time:

2.813

Quantitative Analysis

Filter Fit Method

Chi-sqd = 1.01 Livetime = 55.4 Sec.

Standardless Analysis

Element	Relative k-ratio	Error (1-Sigma)	Net Counts	Error (1-Sigma)
Al-K	0.00763	+/- 0.00060	638	+/- 50
Cr-K	0.99237	+/- 0.00823	29659	+/- 246

Adjustment Factors

	K	L	M
Z-Balance:	0.00000	0.00000	0.00000
Shell:	1.00000	1.00000	1.00000

PROZA Correction Acc.Volt.= 20 kV Take-off Angle=37.47 deg

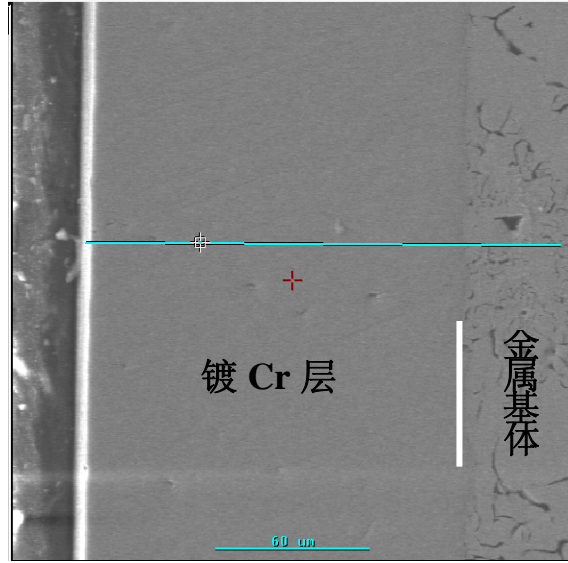
Number of Iterations = 3

Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Err. (1-Sigma)	Compound Formula	Compound Wt %	No. of Cations
Al-K	0.0074	2.233	3.04	1.65	+/- 0.13	Al2O3	3.12	16.000
Cr-K	0.9625	1.006	92.41	96.88	+/- 0.80	Cr	96.88	486.858
O -K	---	1.402	4.56	1.47	S	---	---	---
Total			100.00	100.00			100.00	502.858

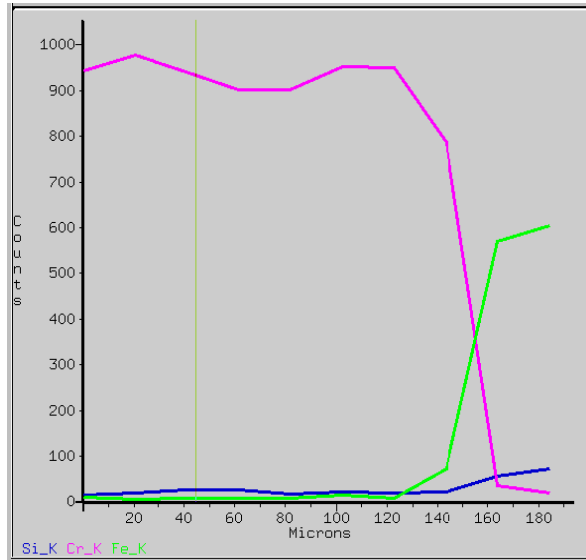
The number of cation results are based upon 24 Oxygen atoms

Table Symbols: S -- Wt.% calculated by Stoichiometry

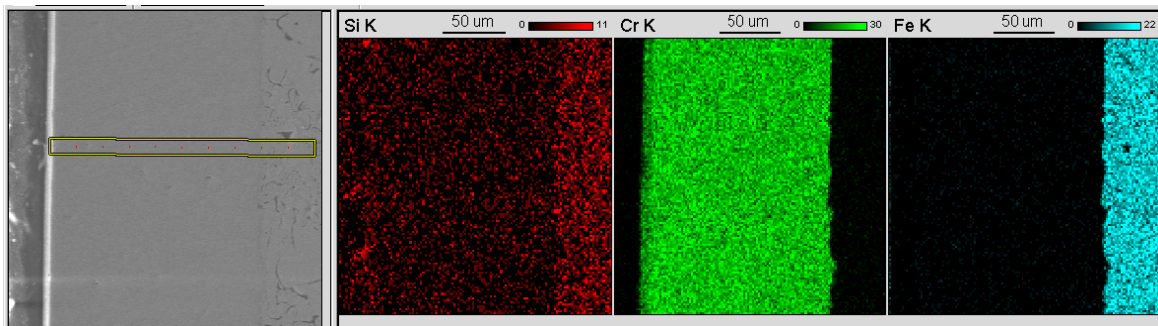
图 1. 能谱仪的定性及定量分析结果



(a) 渗浸 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 陶瓷层活塞环横断面扫描电镜二次电子像(SEI)



(b) 图(a)中横线位置的镀 Cr 层和金属基体中元素的线分布图



(c) 镀 Cr 层-金属基体中元素的面分布图(EDS)

图 2. 能谱仪与 SEM 结合进行元素的线扫描、面扫描分布分析

## 六、分析讨论题

1. 能谱仪的构造有哪些部分？其基本工作原理是什么？
2. 能谱仪具有哪些分析功能？
3. 能谱仪进行定性分析的基本原理是什么？

(执笔人：施书哲)