

电子探针(EPMA-1600)

Electron probe microstructure analysis



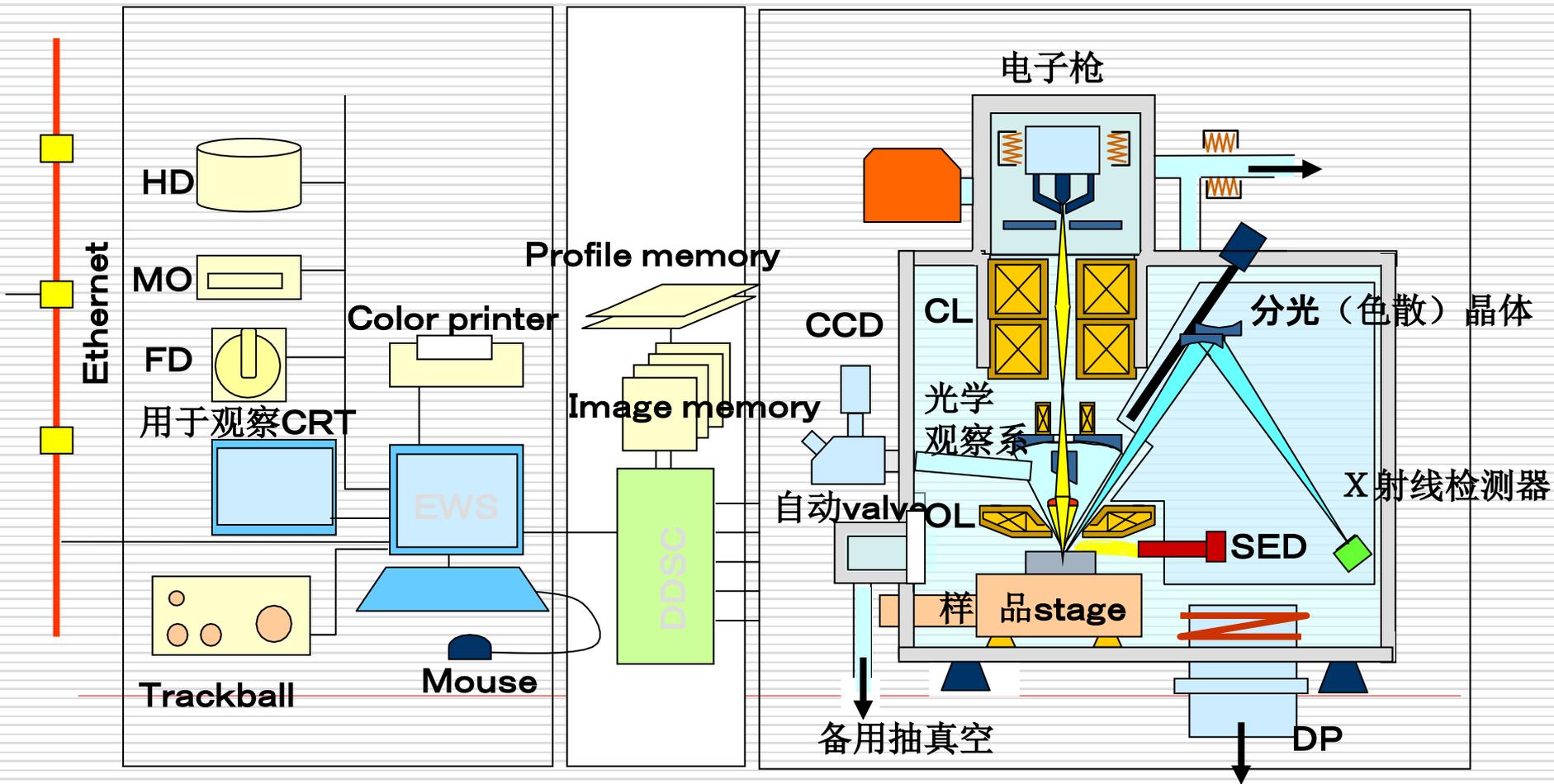
电子探针

- 1 结构
 - 2 工作原理
 - 3 分析方法 **
 - 4 应用
 - 5 实例分析 **
 - 6 样品制备 **
-

1 电子探针的结构

控制 · D a t a 处理 Interface接口

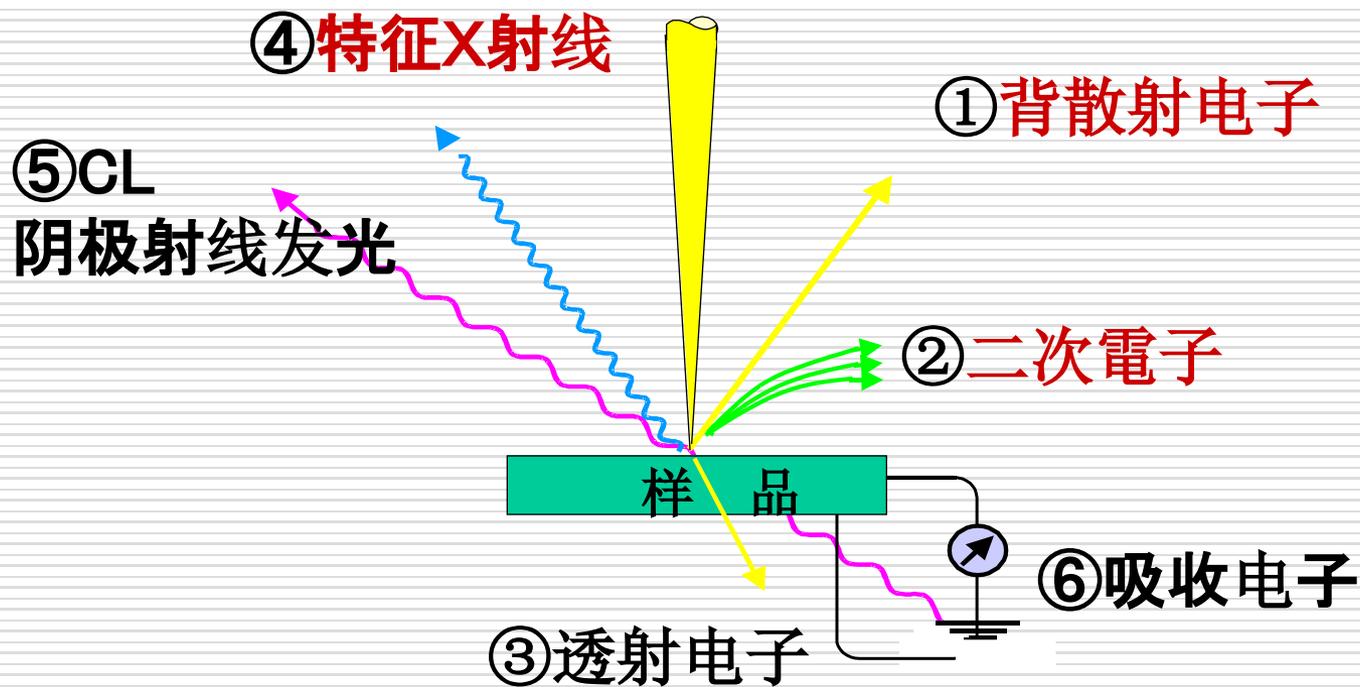
EPMA主机



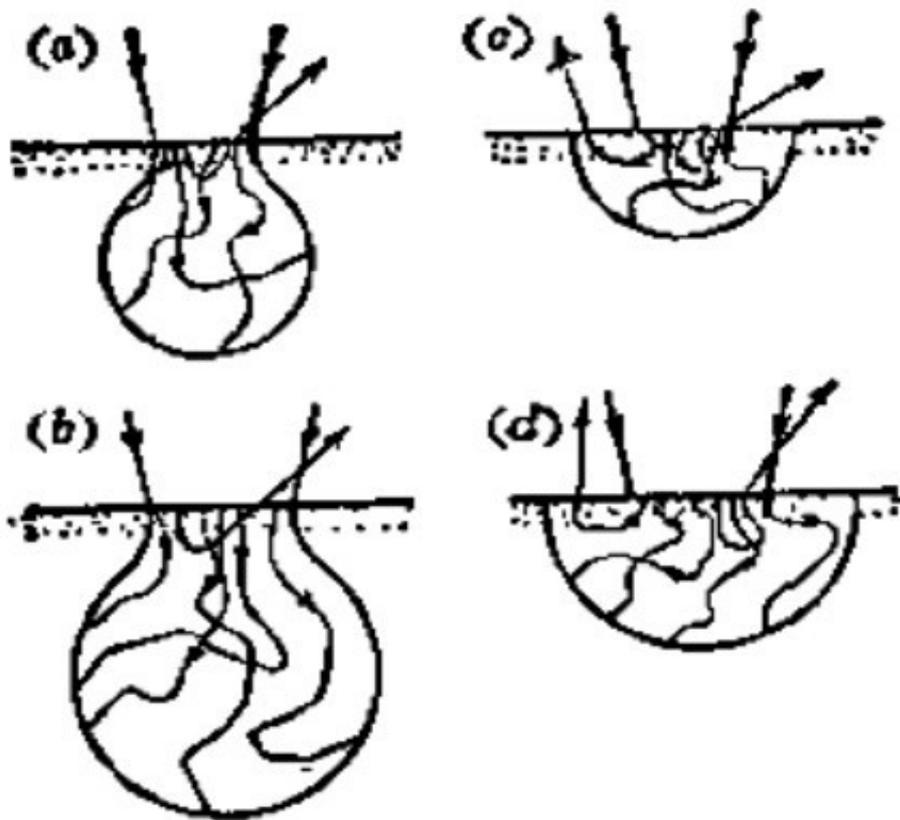
2 电子探针的工作原理（一）

- 电子探针的主要功能是通过进行微区成分分析。
 - 使用细聚焦电子束入射样品表面，激发出样品中元素的特征X射线，分析特征X射线的波长，即可知道样品中所含元素的种类。
 - 分析特征X射线的强度，可知样品中对应元素的相对含量。
-

2 电子探针的工作原理（二）



2 电子探针的工作原理 (三)



当原子序数小时:

(a) 加速电压低时的情况;

(b) 加速电压高时的情况;

当原子序数大时:

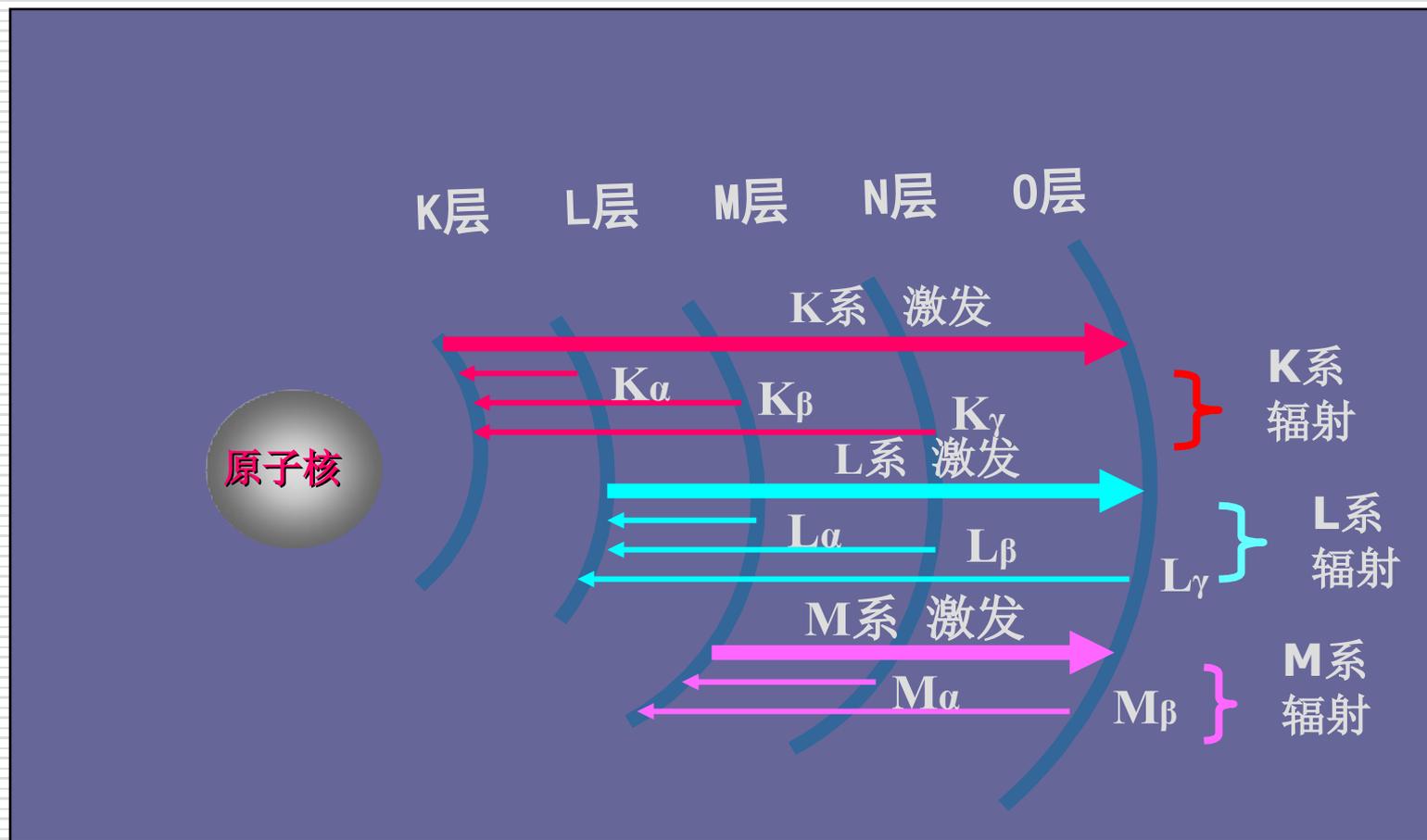
(c) 加速电压低时的情况;

(d) 加速电压高时的情况

加速电压大扩散区域大
原子序数小扩散区域大

- 电子束扩散区域的范围大小, 由电子束直径、加速电压、原子序数和样品本身密度等性质决定

2 电子探针的工作原理（四）



特征X射线谱线的命名:

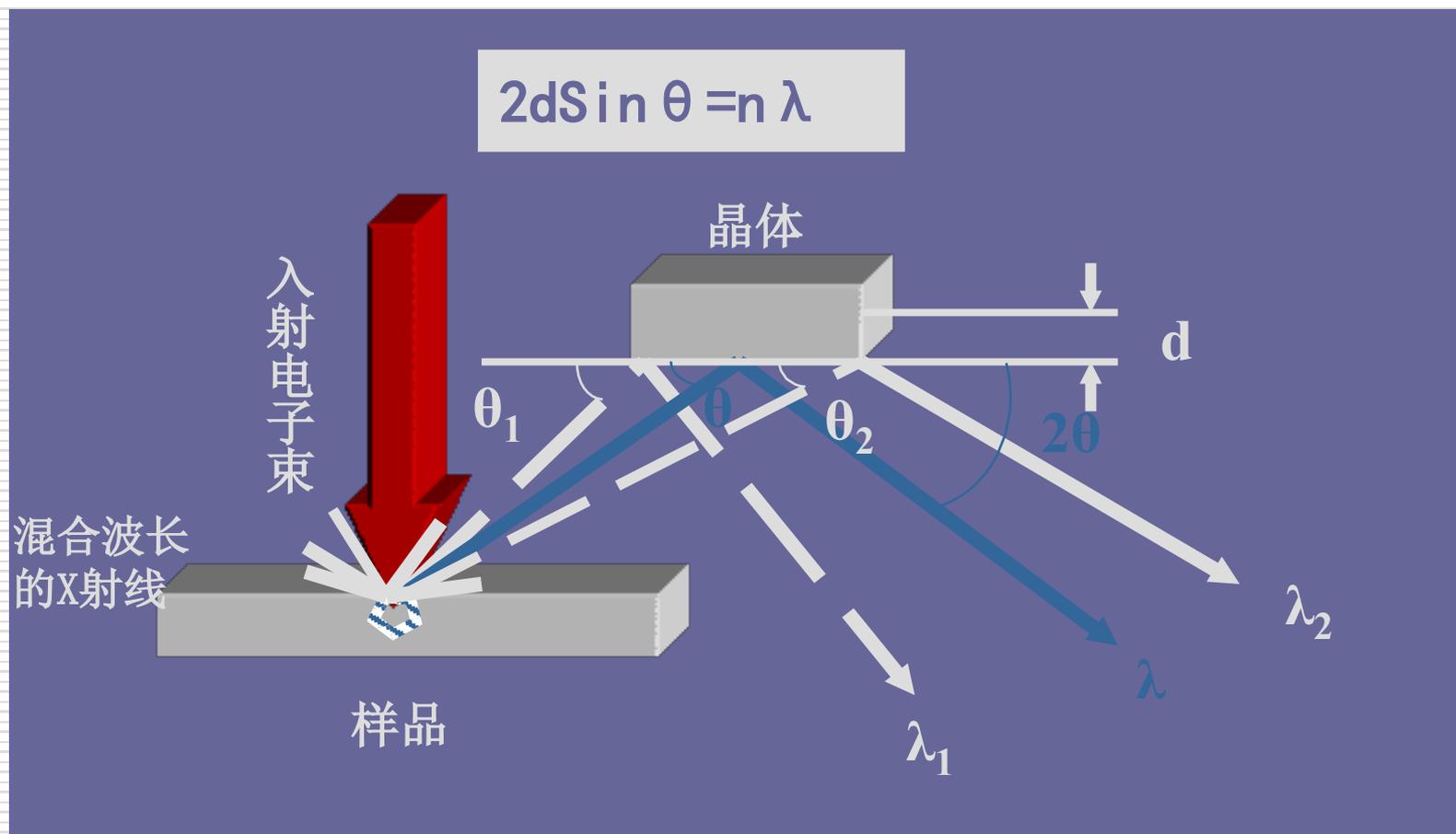
跃迁始态为K激发态所发射的特征X射线统称为K系谱线；L、M系等依次类推

2 电子探针的工作原理（四）

- $5 \leq Z < 32$ 的较轻元素，只出现一个K α 双峰和一个较高能量的K β 峰，用K线系计算；
 - $32 \leq Z \leq 72$ 的较重元素，增加了几个L峰，它们大多数有一个K α 双峰，其后跟随具有更高能量的 β 、 γ 群，用L线系计算；
 - $72 < Z \leq 92$ 的重元素，没有K峰，除L峰外还有出现M峰，通常用M线系计算。
-

2 电子探针的工作原理（五）

□ 波谱仪



2 电子探针的工作原理（六）

□ 波谱仪与能谱仪的区别

	波谱仪	能谱仪
探测效率	需要大束流，探测效率低常用B.C电流在20nA以上	不受聚焦圆的限制，探测器可以靠近试样放置，可用小束流获得较多的X射线，探测效率高。常用B.C电流7nA左右
峰值分辨率	好，谱线能分离，峰背比高	不好，谱线有重叠现象，峰背比低。
探测灵敏度	对块状试样，由于峰背比高，最好情况下最小探测限度可达0.001wt%；	对块状试样，由于峰背比低，最好情况下最小探测限度可达0.01wt%；
谱线显示	可同时使用4道波谱仪，显示所有谱线，定性分析时间长，1-20分钟时间才完成。	同时显示所有谱线，定性分析速度快，几十秒时间可完成。
分析范围	分析范围小（直径1~100 μm ），不宜做大面积内的平均成分分析。	分析范围大（最大可至5mm左右）
定量分析	精度高，能做轻元素及有重峰存在时的分析。	对中等浓度的元素可得到良好的分析精度。
定性分析	擅长做线分析和面分析，点分析速度慢	获得全谱的速度快，做点分析方便。线面分析不太好。
其他	有复杂的机械系统，操作麻烦复杂，不易掌握，售价贵。	基本无可动部件操作，简单易操作，售价便宜。

3 电子探针的微区成分分析方法

- (一) 定量点分析
 - (二) 定性分析
 - (1) 点分析
 - (2) 面分析
 - (3) 线分析
-

(一) 定量点分析

- 先测出试样中某一元素的X射线强度，再在同一条条件下测出纯元素（标准样品）的X射线强度，得到相应的强度值 I_y 和 I_{y0} 。

$$K_y = \frac{I_y}{I_{y0}}$$

I_y ——样品中某一元素的X射线强度
 I_{y0} ——元素的标准样品X射线强度

试样中的 K_y 值与质量浓度 C_y 的关系：

$$C_y = ZAFK_y$$

Z——原子序数修正项
A——吸收修正项
F——二次荧光修正项

定量分析：先确定要检测元素，根据波长选择晶体位置，检测该元素的衍射计数强度

扫描位置固定（大小1-100 μm ），晶体角度固定

结果

*** Quantitative Correction Calculation ***

Date : 11/11/08

Time : 15:38

File Name = sm3-3

File comment =

Position comment =

Acc.V(kV) = 16.0

Beam Size (um) = 1

B.C. (uA) = 0.023

S.C. (uA) = 0.015

Correction = ZAF1

ELE.	VAL.	STD Group	STD Name	STD.I(cps)	UNK.I(cps)
Sn	La	sc-1	std-Sn	25872.97	14539.0546
Ni	Ka	sc-1	STD-Ni	17526.73	1305.35840
Cu	Ka	sc-1	STD-Cu	14557.23	5094.04297

ELE.	VAL.	W-Std	GZ	GA	GF
Sn	La	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000 Sn
Ni	Ka	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000 Ni
Cu	Ka	1.00000	1.00000	1.00000	1.00000 Cu

ELE.	Compound
Sn	Sn
Ni	Ni
Cu	Cu

Position : X = 34.982 Y = 79.254 Z = 5.067

ELE.	I-Ratio	K-Value	GZ	GA	GF	WT(%)	Mol(%)	WT(%) Σ=100%
Sn	0.56194	0.56194	1.05617	1.00599	0.99819	59.599	44.616	60.418 Sn
Ni	0.07448	0.07448	0.89279	1.02902	1.00000	6.842	10.357	6.936 Ni
Cu	0.34993	0.34993	0.90138	1.02096	1.00000	32.204	45.028	32.646 Cu
Total						98.645	100.000	

(二) 定性分析

□ (1) 点分析

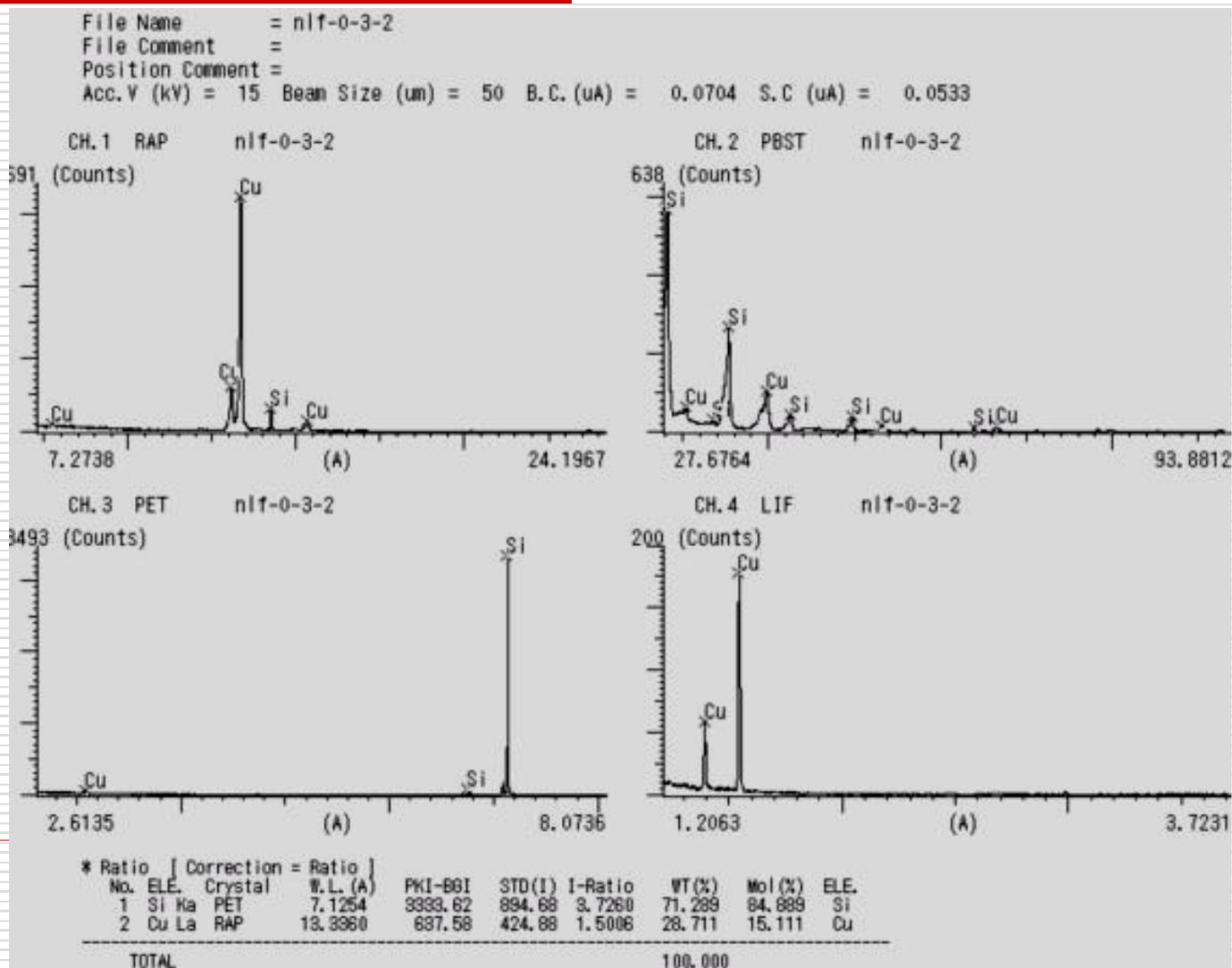
将电子束固定在需要分析的微区上，用波谱仪分析时可改变分光晶体和探测器的位置，得到全波谱谱线，从而得到该微区内全部元素定性含量。

扫描位置固定（大小**1-100 μm** ），转动晶体角度接收不同波长的信号。

ELE.	I-Ratio	K-Value	GZ	GA	GF	WT(%)	Mol(%)
Ti	0.00204	0.00204	0.93103	1.03191	0.98705	0.194	0.449 Ti
Cu	0.56887	0.56887	1.00022	1.00007	1.00000	56.904	99.551 Cu
Total		0.57091				57.098	

(1) 定性点分析

□ 结果



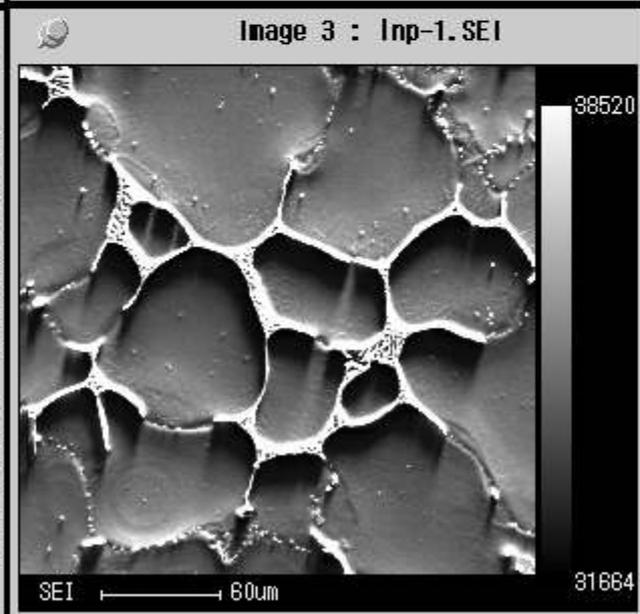
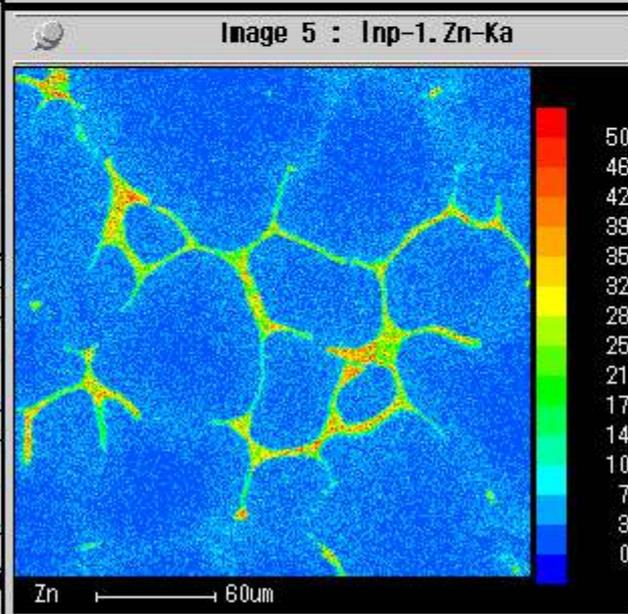
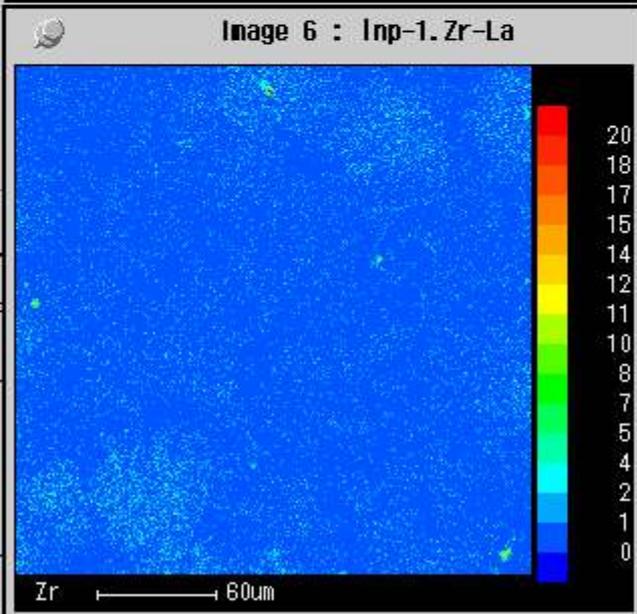
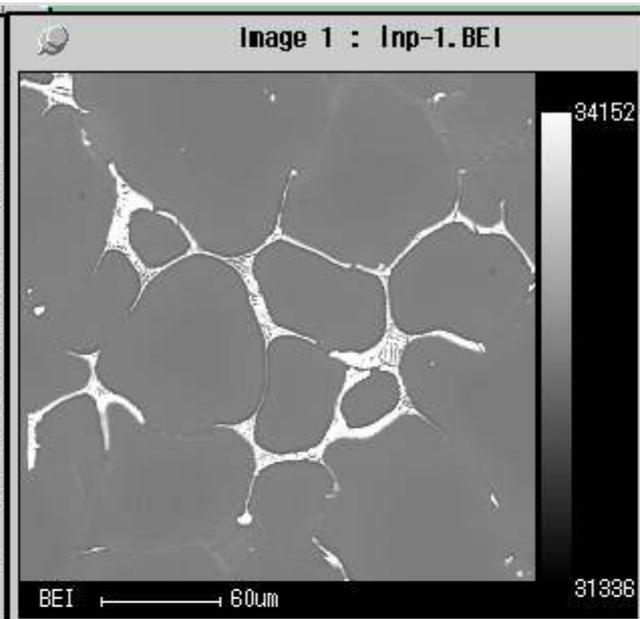
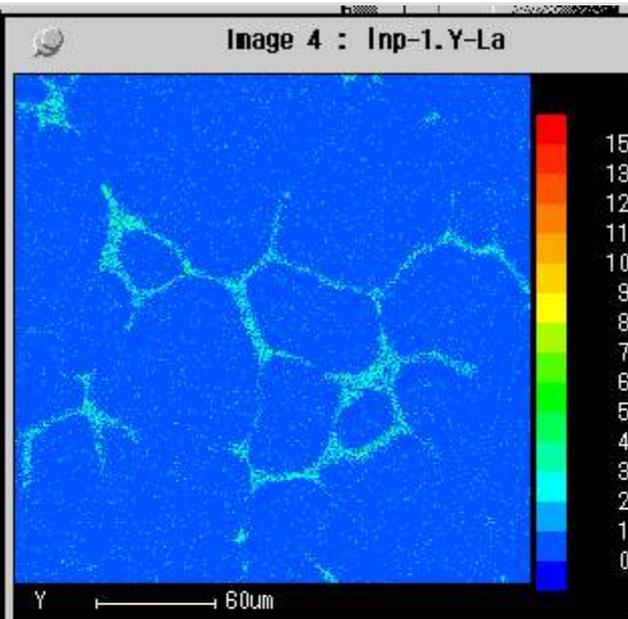
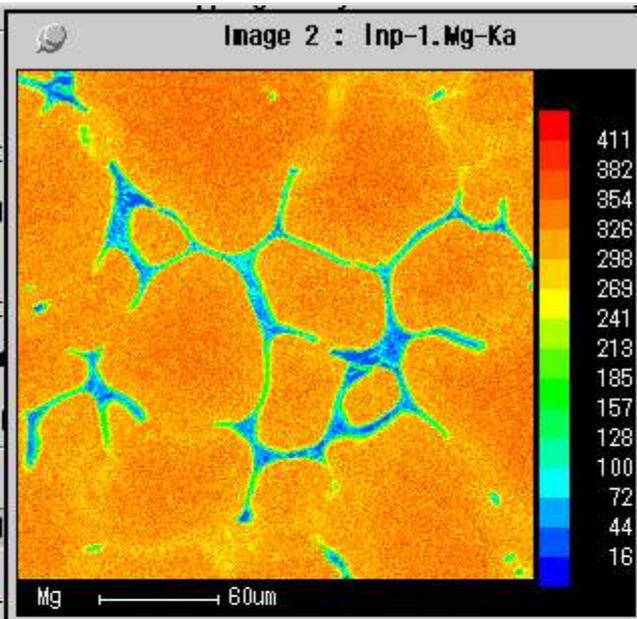
(二) 定性分析

(2) 面分析

- 将波谱仪固定在所要测量的某一元素特征X射线波长的位置上，使电子束沿着某一指定的面进行扫描，便可测得这一元素在该面上浓度分布图。
- 可以选择样品台或电子束沿直线运动两种模式进行扫描。一般高倍放大（3000倍以上）时，选择电子束扫描；低倍时选择样品台扫描。

扫描位置变化（大小从几十微米到毫米），
晶体角度固定

面分析结果



(二) 定性分析

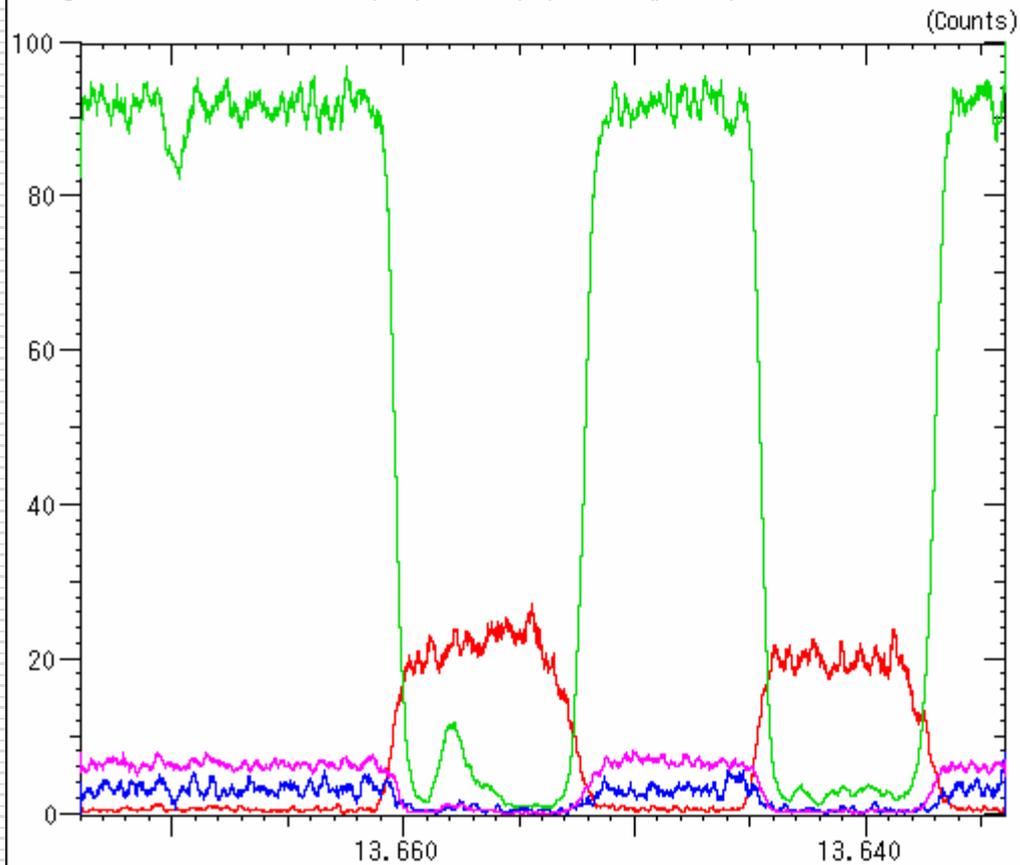
(3) 线分析

- 将波谱仪固定在所要测量的某一元素特征X射线波长的位置上，使电子束沿着某一指定直线进行扫描，便可测得这一元素沿该直线浓度分布曲线。
- 可以选择样品台或电子束沿直线运动两种模式进行扫描。一般高倍放大（3000倍以上）时，选择电子束扫描；低倍时用样品台扫描。
- 线分析两种情况：线分析和面分析上处理的线分析

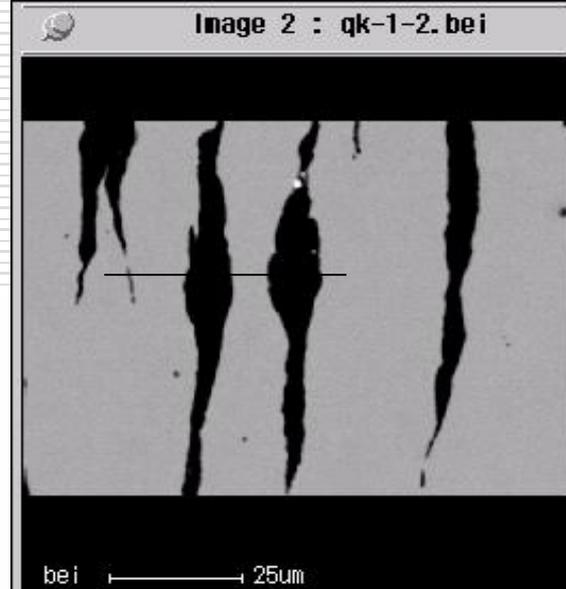
扫描位置变化（大小从几十微米到几毫米）
晶体角度固定

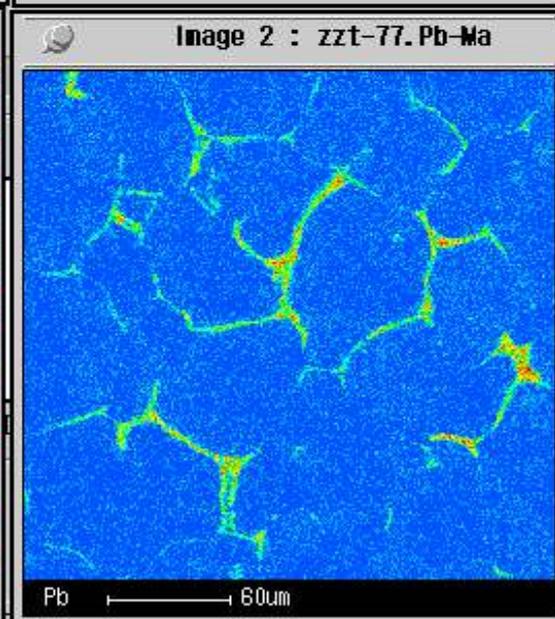
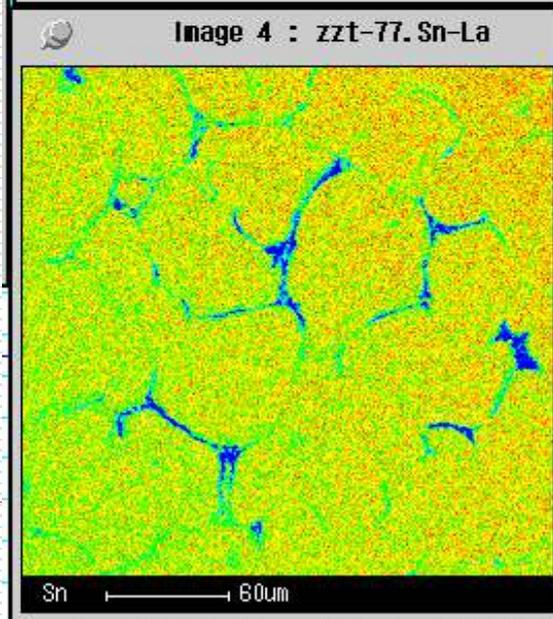
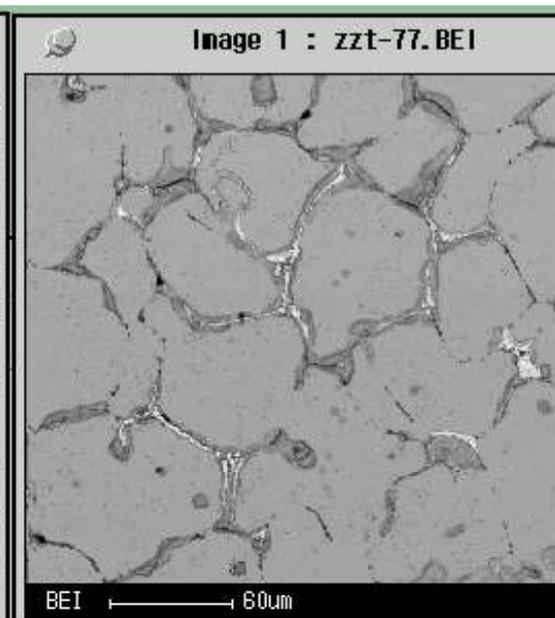
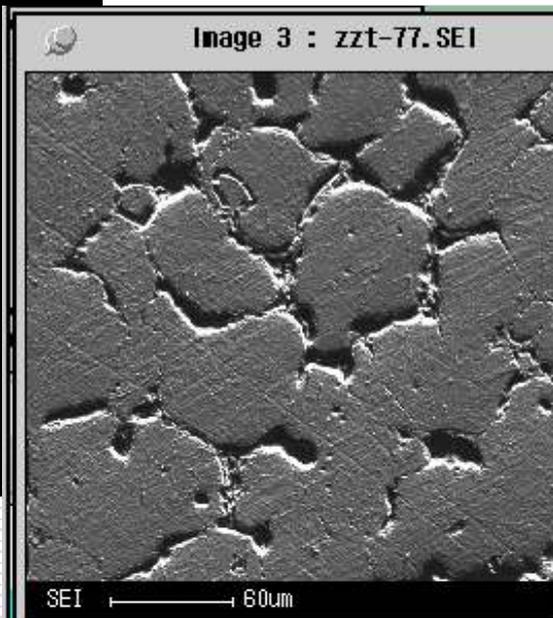
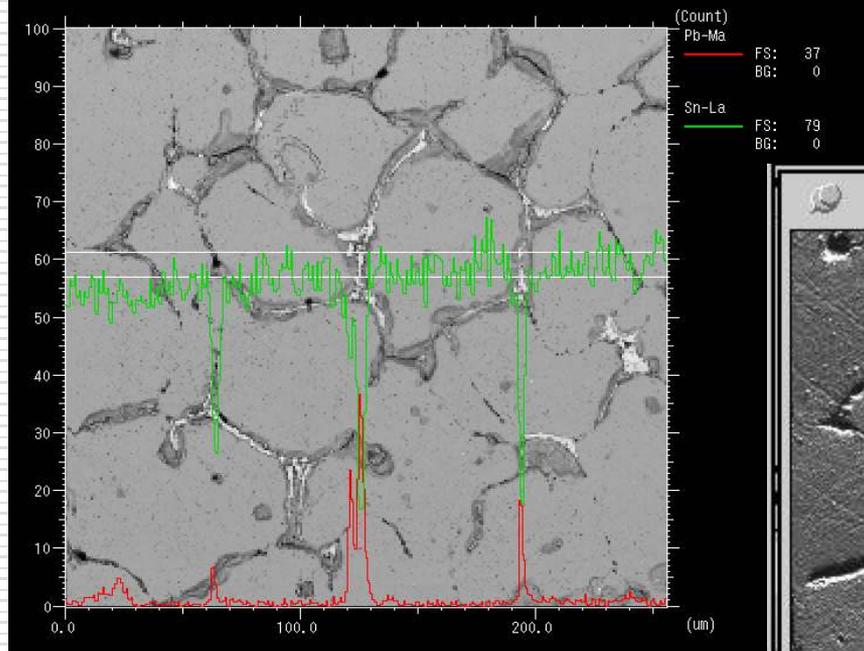
(3) 线分析结果 (一)

File Name : qk-1-1
File Comment :
Position Comment :
Acc.V(kV) : 15.0 Beam Size(um) : 1 B.C.(uA) : 0.0141 S.C.(uA) : 0.0100
Stage(mm) : (13.6740, 42.9520, 5.0078) - (13.6340, 42.9520)
Stage-Scan X-Axis 0.0150(sec) 0.01(um) 4000(points)



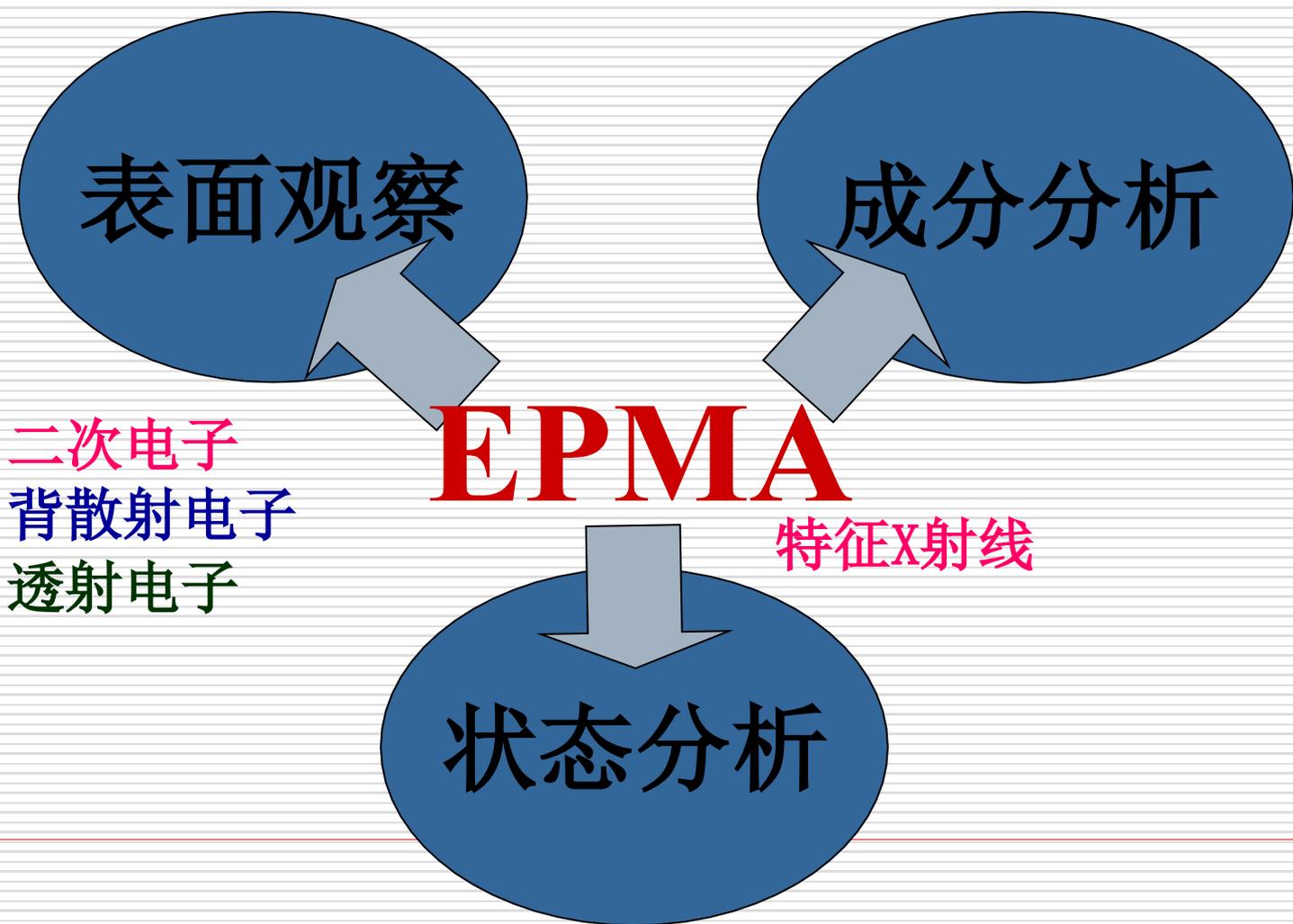
C-Ka	CH. 2	LS12L
—	F.S. :	50
	B.G. :	0
Fe-Ka	CH. 3	LIF
—	F.S. :	149
	B.G. :	0
Mn-Ka	CH. 3	LIF
—	F.S. :	20
	B.G. :	0
Si-Ka	CH. 3	PET
—	F.S. :	100
	B.G. :	0





(3) 线分析结果 (二)

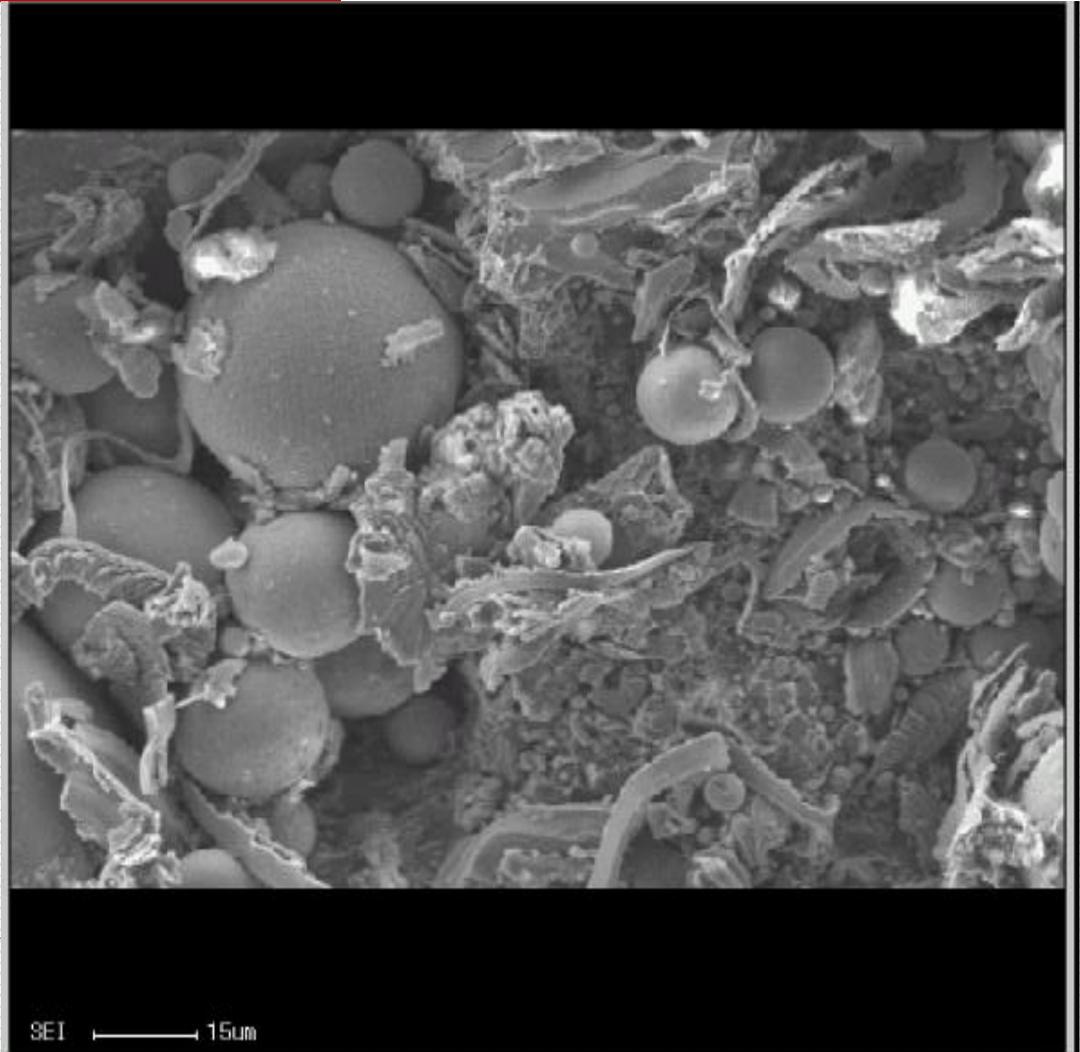
4 电子探针的应用



(一) 表面观察

(1) 断口形貌观察

- 金属断口夹杂物二次电子形貌



以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/125302111042011320>