

SEM-EDS在元素分析应用中可能存在的 一些问题的分析

翟和生

(厦门大学化学化工学院 福建 厦门 361005)

摘要: 本文探讨了扫描电镜/能谱仪(SEM/EDS)在应用中需注意的一些问题,从而得到可靠的EDS分析结果。

关键词: 扫描电镜;能谱仪

中图分类号: O657.3 文献标识码: A 文章编号: 1009-8143(2012)03-0052-03

Discussion on some problems in the application of SEM/EDS for element analysis

Zhai He-sheng

(College of Chemistry & Chemical Engineering, Xiamen University, Xiamen, Fujian, 361005, China)

Abstract: Some problems in the application of SEM/EDS for element analysis are discussed.

Keywords: Scanning Microscopy; Energy Dispersive Spectra

扫描电镜/能谱仪(SEM/EDS)可以方便且无损地对各种材料进行元素的定性分析和半定量分析(甚至定量分析)。不过,我们在对不同样品进行SEM/EDS分析时,观察到一些影响SEM-EDS分析结果准确度的因素。

1 实验部分

场发射扫描电镜LEO1530(德国里奥公司)X射线能谱仪INCA300(英国牛津公司)。电镜加速电压20kV。

2 结果与讨论

2.1 粉末样品的SEM-EDS分析结果的重现性问题

粉末样品是SEM测试中经常遇到的样品。制样时通常取少量粉末样品均匀涂布于碳导电胶带上。在这类样品的SEM-EDS分析时,我们发现即使在

低放大倍数(如 $\times 50$)时,在不同区域得到的SEM-EDS的定量分析结果差异有时也较大。我们认为造成粉末样品SEM-EDS分析结果重现性不好的原因可能是不同区域粉末样品的间隙大小不一,使得入射电子束在与样品作用产生的x射线在进入EDS探头前被样品的吸收程度不同。为改善粉末样品SEM-EDS分析结果的重现性和准确性,我们制样时先将粉末样品用红外光谱样品压片机进行压片制样。这样可以将比较分散的粉末压片很紧密地堆积在一起,而且样品表面光滑。SEM-EDS分析结果也表明样品不同区域的重现性很好。

2.2 铸造Pb-Sn-Cu合金样品的SEM-EDS分析

我们测试了铸造Pb-Sn-Cu合金样品横断面SEM-EDS。结果如图1所示。由图1a可见,样品上粗糙区域的EDS图谱上Pb的谱峰很高;但在平滑区域的EDS图谱上Pb的谱峰基本检测不到,见图1b。可见对于这种铸造合金样品,由于各种金属的分布不均匀,单单检测一个区域的EDS,很容易漏测某些元素。若是作定量或半定量分析,不同区域的分析结果差别可能误差较大。

收稿日期: 2012-3-22

作者简介: 翟和生(1965~),男,高级工程师,从事电子显微镜应用工作。E-mail: hszhai@xmu.edu.cn

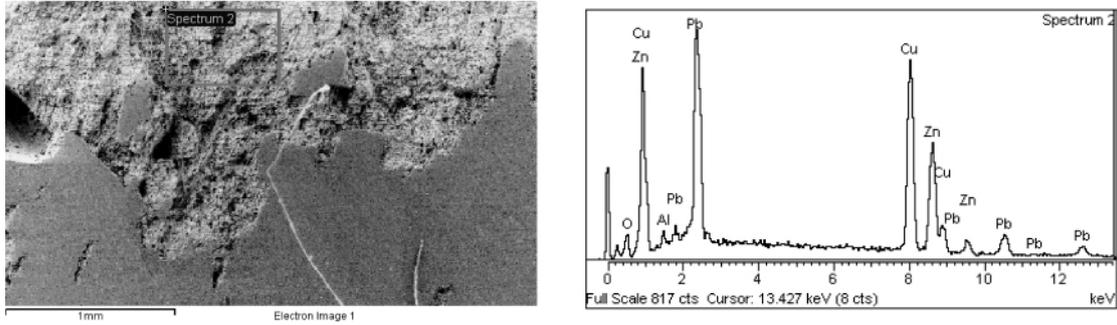


图1a 粗糙区域

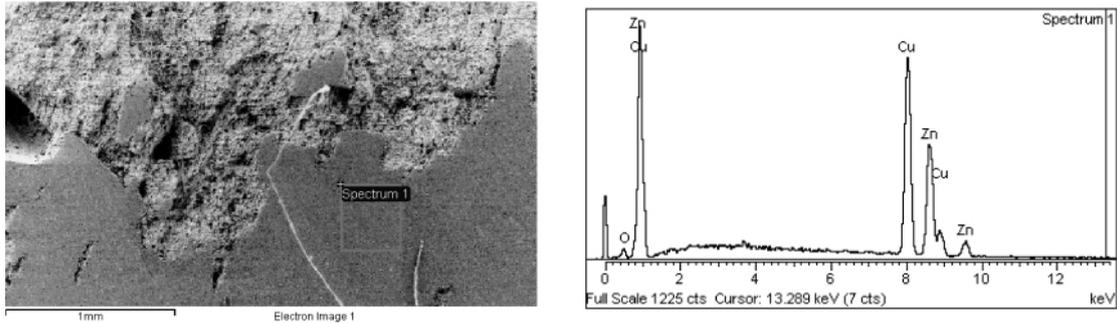


图1b 平滑区域

2.3 多孔样品的SEM-EDS分析

图2是多孔样品(不导电,制样时有喷金)不同区域的SEM-EDS分析结果。图2a显示的是样品平坦区域的EDS图谱。图中Au的各个不同能量的x射线谱峰的相对强度与数据库中Au的谱峰相吻合。图2b是样品中孔洞较密集区域的EDS图谱。图

中显示,低能量区的x射线谱峰基本不存在,只有高能量区的Au的x射线谱峰。我们认为这可能是多孔区域产生的x射线在孔洞内被吸收,而能量低的x射线更容易被吸收,致使低能量区域的x射线谱峰检测不到。

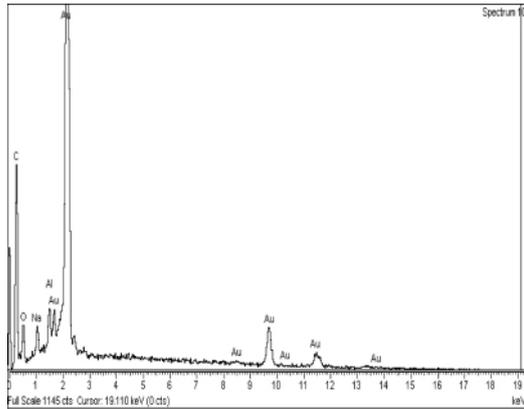


图2a

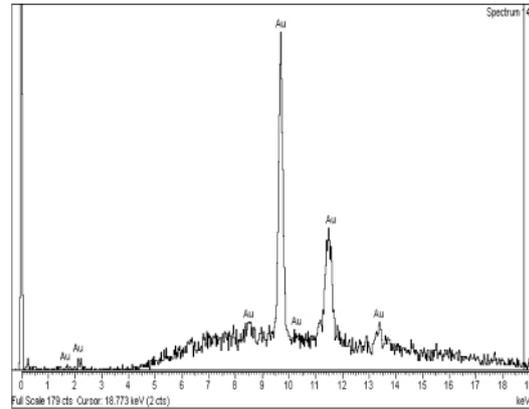


图2b

图2 多孔样品的SEM-EDS分析

2.4 和峰(Sum peak)现象

在用EDS作定性和定量分析时,如果计数率(Counts per second)高,可能会出现和峰。和峰出现在某元素能谱的主峰的右侧即高能量侧,其能量为

主峰的整数倍,这是一种假象,样品中并不存在与这个和峰能量对应的元素,定性分析时要把它除去。从图3中的左图可见在Al峰右侧有一个标记为Ag的小峰,能量为3.98keV,为Al能量1.48keV

的 2 倍, 该峰是和峰, 这里标记为 Ag 是电脑误识别, 因为样品是高纯的铝箔(纯度为 99.99%)。为了判断是否为和峰, 可比较高计数率和低计数率的 EDS 图谱。若总的计数基本相同(这里都选定为 15000 左右)时, 低计数率的 EDS 谱中没有主峰整数倍的高能量的峰(见图 3 中的右图), 而在高计数率的 EDS 谱中却有主峰整数倍的高能量的峰(见图

3 中的左图), 那么就可以认定高计数率下检测到的 EDS 图谱中出现了和峰。计数率可通过改变束流、束斑大小(或光阑大小)及探测器与样品间距离来调节。图 3 中的右图就是在 leo1530 扫描电镜的光阑为 20 微米时采集的, 而图 3 中的左图则是光阑为 60 微米时采集的。后者因为光阑孔径大, 使采集 EDS 谱的计数率高, 因此出现了和峰。

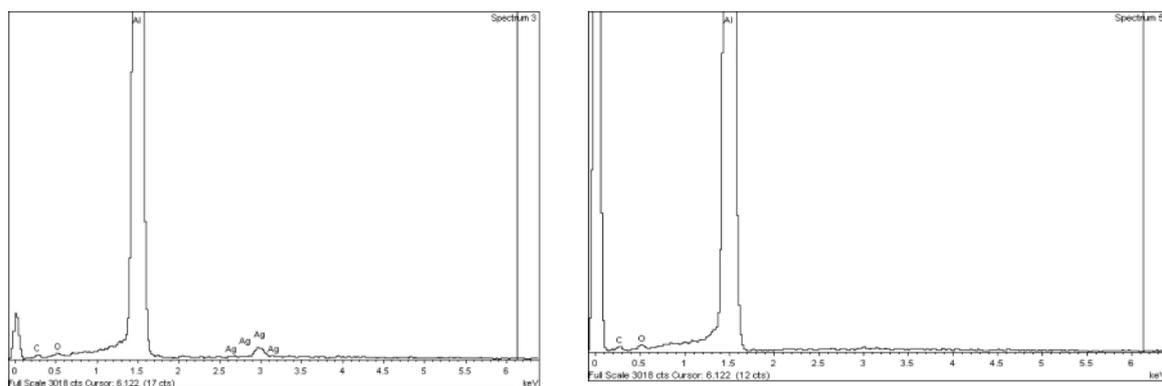


图3 SEM-EDS分析中的和峰

2.5 有机氟树脂中氟含量的定量分析

我们知道 SEM-EDS 在定量分析有机物时由于其中的 C、O 不易测量准确, 且有机物中的 H 也检测不到。因此 SEM-EDS 似乎不适合定量分析有机氟树脂中氟含量。为此, 我们尝试了在有机氟树脂粉末样品中添加纳米 TiO_2 作为内标来测定氟含量。

具体方法是称取一定量的有机氟树脂粉末样品和纳米 TiO_2 , 用研钵将两者研匀, 再用红外光谱压片机压片。这样制得的样品用 SEM-EDS 进行分析, 结果如图 4 所示。由于可以准确计算所制样品中 Ti 的百分含量, 再由 EDS 分析结果中 F 和 Ti 的含量比, 就可准确计算出有机氟树脂中的氟含量。

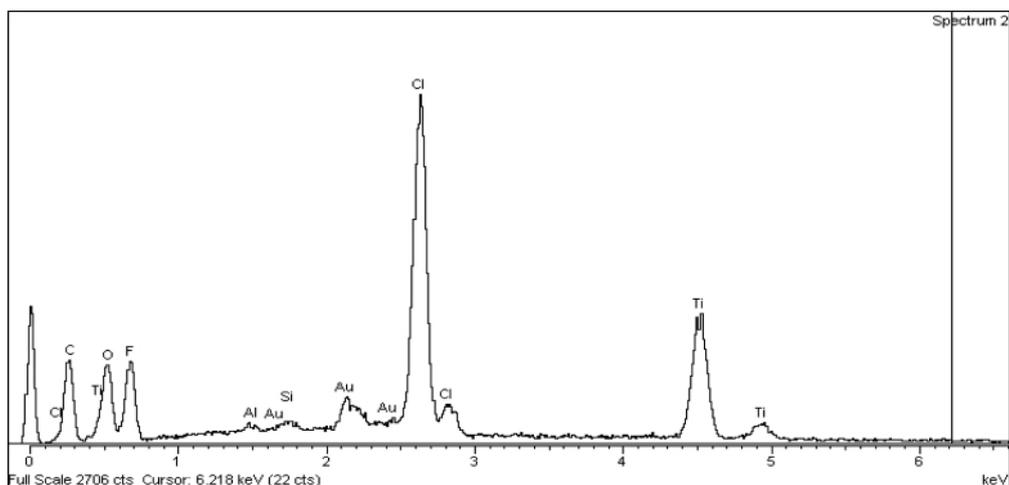


图4 有机氟树脂中氟含量的定量分析

参考文献

[1] 张素新, 郑曙, 刘祥文等. 含碳样品能谱定量分析测试条

件的研究[J]. 电子显微学报, 2006, 25(S): 314 - 315.

[2] 张大同. 扫描电镜与能谱仪分析技术[M]. 广州: 华南理工大学出版社, 2009: 111 - 137.