

中华人民共和国教育行业标准

JY/T 0584—2020
代替 JY/T 010—1996

扫描电子显微镜分析方法通则

General rules of analytical methods for scanning electron microscope



2020-09-29 发布

2020-12-01 实施

中华人民共和国教育部 发布



目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 分析方法原理	3
5 环境条件指标	6
6 仪器	6
7 样品	8
8 分析测试	9
9 结果报告	10
10 仪器维护	11
11 安全注意事项	11
参考文献	12





前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 JY/T 010—1996《分析型扫描电子显微镜方法通则》，与 JY/T 010—1996 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了标准的适用范围；
- 增加了规范性引用文件(见第 2 章)；
- 增加了术语和定义中“加速电压”、“工作距离”、“像散”、“能谱分辨率”、“电子背散射衍射”、“透射电子”、“环境扫描电镜”和“阴极荧光”的描述(见第 3 章)；
- 修改并增加了“分析方法原理”部分的相关内容(见第 4 章)；
- 增加了“电子背散射衍射仪”(见 6.2.5.2)和“阴极荧光系统”(见 6.2.5.3)；
- 增加了“能谱测试样品的制备”(见 7.3.2)和“电子背散射衍射样品的制备”(见 7.3.3)；
- 增加了“仪器维护”(见第 10 章)；
- 修改了“安全注意事项”(见第 11 章)。

本标准由中华人民共和国教育部提出。

本标准由全国教育装备标准化技术委员会化学分技术委员会(SAC/TC 125/SC 5)归口。

本标准起草单位：天津大学、华南理工大学、扬州大学、苏州大学、哈尔滨工业大学。

本标准主要起草人：姚珩、尹诗衡、周卫东、高伟健、魏大庆。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- JY/T 010—1996。



扫描电子显微镜分析方法通则

1 范围

本标准规定了扫描电子显微镜(scanning electron microscope,以下简称扫描电镜或 SEM)的分析方法原理、环境条件指标、仪器、样品、分析测试、结果报告、仪器维护和安全注意事项。

本标准适用于利用各类扫描电镜进行的微观形貌、微区成分和结构分析等。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 23414—2009 微束分析 扫描电子显微术 术语

GB/T 13298—2015 金属显微组织检验方法

GB/T 17359—2012 微束分析 能谱法定量分析

GB/T 19501—2013 微束分析 电子背散射衍射分析方法通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

二次电子 secondary electron

样品中原子的核外电子被入射电子轰击脱离原子,当其能量大于材料表面逸出功时从样品表面逸出,这种电子为二次电子。二次电子的能量在 0~50 eV 之间,产生于从样品表面到 5 nm~10 nm 的深度范围。

3.2

背散射电子 backscattered electron

入射电子与原子核碰撞,并从固体样品中反射出来的电子,产生于从样品表面到 100 nm~1 μm 的深度范围。背散射电子包括弹性背散射电子和非弹性背散射电子,通常以 BSE 表示。

3.3

加速电压 accelerating voltage

指扫描电镜加载在电子枪阳极和阴极之间的电压。

3.4

工作距离 working distance

电子束在样品表面聚焦时物镜前缘与样品表面聚焦点之间的距离,单位为毫米(mm)。

3.5

放大倍数 magnification

扫描电镜放大倍数是指其图像的线性放大倍数,以 M 表示。如果电子束在样品上扫描行宽为 L_s ,图像显示屏上扫描行宽为 L_c ,则放大倍数 M 定义为:

$$M = \frac{L_c}{L_s} \dots\dots\dots (1)$$

3.6

分辨率 resolution

扫描电镜能清楚分开两个物点之间的最小距离。扫描电镜分辨率通常采用二次电子图像分辨率来表示,它是在特定的情况下拍摄特定样品(如碳颗粒喷金)的二次电子像,在图像上测量能清楚分辨开的两个物点之间的最小距离,除以放大倍数,作为扫描电镜的图像分辨率,以 r 表示,单位为 nm。

3.7

像散 astigmatism

由于电磁透镜磁场的非旋转对称性,透镜在不同方向上对电子的会聚能力存在差异,导致图像模糊,称为像散。

注:像散是由于透镜极靴加工精度缺陷、极靴材料不均匀、透镜内线圈不对称、不完善的光阑及光路部分的污染形成的透镜非旋转对称磁场产生的。

3.8

特征 X 射线 characterization X-rays

元素的原子受电子束的激发,使处于较低能级的内壳层电子电离,则整个原子呈不稳定的激发态,较高能级上的电子便自发地跃迁到内壳层空位,同时释放出多余的能量,使原子回到基态,这部分能量可以以 X 射线的形式释放出来。对任何一种原子而言,各个能级之间的能量差都是确定的,因此,原子受激发而产生的 X 射线的能量或波长也都是确定的,称为特征 X 射线。

3.9

韧致辐射 X 射线 bremsstrahlung X-rays

高能入射电子会在样品原子的库仑场中减速,在减速过程中入射电子失去的能量转化为 X 射线,即韧致辐射 X 射线。由于减速过程中的能量损失可为任意值,韧致辐射可形成能量从零到入射电子束能量的连续 X 射线。

3.10

能谱分辨率 energy resolution

X 射线能谱仪对能量相近的两个特征峰的辨别能力,通常以 Mn $K\alpha$ 峰(5.89 keV)半高宽来表示,单位为电子伏特(eV)。

3.11

检测灵敏度 detection sensitivity

检测灵敏度,即最低检测浓度,取决于最小检测峰值。在 X 射线能谱中能够与背景分解的峰的最低计数,称为最小检测峰值,或检测极限。

3.12

基体校正 matrix correction

基体校正是将 X 射线强度换算成浓度的过程中所作的一种校正,因为它与元素所在的基体有关,故称为基体校正。

3.13

计数率 count rate

能谱仪探测器中每秒钟获得的 X 射线光子数的计数,常用英文 Counts Per Second 的缩写 CPS 表示。

3.14

电子背散射衍射 electron backscattered diffraction; EBSD

背散射电子从样品内部向外部出射的过程中,与样品晶体或晶粒内规则排列的晶面发生的衍射现象。

3.15

透射电子 transmission electron

透射电子是电子束中从样品上表面入射并从下表面穿出的电子,透射电子束的强度与样品厚度、平均原子序数和晶体结构等因素相关。

3.16

环境扫描电镜 environmental scanning electron microscope; ESEM

可以在样品表面维持适度的气压、温度和湿度,进行原位样品观察的扫描电镜。

3.17

阴极荧光 cathodoluminescence; CL

电子束激发半导体,将价带电子激发到导带并在价带留下空穴,而后由于导带能量高不稳定,被激发电子又重新跃迁回价带与空穴复合,并释放出能量 $E \leq E_g$ (能隙) 的特征荧光。

4 分析方法原理

4.1 扫描电镜成像原理

扫描发生器产生的扫描信号驱动电子束在样品表面逐点逐行扫描,信号接收器依次采集每个对应点产生的二次电子、背散射电子、X 射线等信号,放大后调制显示器上光点的亮度或密度。扫描信号同步驱动电子束和显示器而实现同步扫描,样品表面与显示器图像保持逐点对应的几何关系。因此,扫描电镜图像所包含的信息能很好地反映样品表面的物理化学特征。扫描信号发生器同时产生与像素点 $P_{x,y}$ 序列对应的存储单元的地址码序列,在 CPU 读、写等信号的控制下,计算机将在 $P_{x,y}$ 位置采集的扫描电镜信号进行模数转换,再依次存入数字矩阵(图像存储器),得到数字化图像。

4.1.1 二次电子像

利用二次电子探测器接收从样品表面出射的二次电子可以得到二次电子像,二次电子像能反应样品的表面形貌,也带有成分、电位、取向等信息。

二次电子探测器主要有以下三种:

4.1.1.1 ET(Everhart-Thornley)探测器

主要由闪烁体、光导管和光电倍增管构成,位于镜筒外侧下方,通常配合吸引阳极使用。

4.1.1.2 气体二次电子探测器

加在探测器电极(加正电压)和样品台之间的电场使气体电离,正离子中和绝缘样品表面积累的电子,从而消除荷电。二次电子与气体分子碰撞,使气体分子电离,这一过程起到对二次电子信号的放大作用,二次电子和电离出的电子被电极接收。适用于低真空和环境模式,分别位于样品侧上方和物镜极靴下方。

4.1.1.3 透镜内探测器

二次电子的出射方向和能量反映不同深度的信息,透镜内中位和高位半导体探测器具有方向过滤和能量过滤功能,适合于高效接收来自样品最表面及不同深度的二次电子。

4.1.2 背散射电子像

利用背散射电子探测器接收从样品表面出射的背散射电子可以得到背散射电子像。背散射电子像带有样品表面轮廓的投影特征,可用来分析样品表面形貌。背散射电子像具有的原子序数衬度,可用于

成分或物相定性分析。

背散射电子探测器包括：

4.1.2.1 ET 探测器

与二次电子共用,在前置电极(见 4.1.1.1 吸引阳极)加负电压并调整电压的大小,可选择不同能量段的背散射电子。

4.1.2.2 半导体探测器

较为常用的是 2 分割或 4 分割环形探测器,位于物镜极靴的下方。

经透镜内置 BSE-SE 转换极板转换,透镜内中位和高位二次电子探测器也可以间接接收背散射电子信号。

4.1.3 透射电子像

透射电子探测器在样品下方,可以同轴或偏轴放置,分别得到明场和暗场像,适用于薄膜和纳米颗粒材料。

4.1.4 阴极荧光像

采用抛物面探测器将荧光信号导出,经单色器过滤或直接通过,再经放大处理后调制显示器的亮度,得到单色或复色阴极荧光像。或采用 CCD 得到阴极荧光光谱,用于表征材料中的杂质、结构缺陷和材料的维度效应。

4.1.5 电压衬度像

由于样品表面不同区域的电位不同,在二次电子像中形成衬度,这种图像叫电压衬度像。在低电压模式(4.2.4),会发生正电荷荷电,导致电位分布不均匀,产生电压衬度。电压衬度像适用于非均质介电材料、表面污染物等研究和微电子器件失效分析。

4.1.6 电子背散射衍射花样

电子束轰击样品,大量电子射入样品中,由于弹性和非弹性散射,入射电子在入射点附近发散,其最大密度的区域位于距表面几十纳米的位置,把这个区域视为一个电子源。非弹性散射引起能量损失一般只有几十电子伏特,电子束的波长可以认为基本不变。当由电子源发出的电子与某晶面组满足布拉格衍射条件,即 $2d \sin\theta = \lambda$ 时,会形成以 $2(90^\circ - \theta)$ 为顶角、圆锥轴与晶面组法线相平行的两个对顶的衍射锥。部分衍射锥面与荧光屏相交产生一对衍射线或亮带,称为菊池带。满足布拉格条件的晶面组有多个,所以菊池带也有多条,它们形成背散射电子衍射花样(或菊池花样)。

4.2 扫描电镜工作模式

4.2.1 高真空模式

常用工作模式,适合于导电或进行表面导电处理的样品。

4.2.2 低真空模式

通过降低样品室或样品表面附近的真空并使气体电离,利用电荷中和作用来消除样品荷电,适合不导电样品。低真空模式可以通过以下两种方式进行真空气调节：

4.2.2.1 样品室真空气调节

向样品室注入水蒸汽等气体,受电场和电子束轰击作用,气体分子分解电离,中和样品表面的电荷,

消除荷电,气体探测器将二次电子信号放大并接收。

4.2.2.2 样品表面附近区域注入气体调节

形成样品表面附近区域的低真空,可以使用改进型的 ET 二次电子探测器。

4.2.3 环境模式

将样品附近水蒸气的压力和样品温度控制在适当状态,适合含水、含油、脱气等样品。环境模式可以通过以下两种方式实现:

- a) 样品室注入水蒸汽等;
- b) 超薄有机膜包裹。

4.2.4 低电压模式

适合不导电、易受电子束辐照损伤样品,反映样品真实表面信息,提高轻元素分析的空间分辨率,可用于分析污染层和电压分布。获得低电压的方法包括:

- a) 降低加速电压;
- b) 电子枪双阳极减压,钨灯丝扫描电镜电子枪增设减速阳极;
- c) 镜筒内减压;
- d) 样品台偏压,适合分析表面平整样品。

4.2.5 束闸模式

在电子束路径侧方安装电极并加载电压,通过静电偏转作用,控制电子束的通过与截断。

电子束扫描控制部分连接图形发生器,配合束闸,可以在涂有电子束光刻胶的基片上,加工出掩膜。

4.3 X 射线能谱分析原理

X 射线能谱定性分析的理论基础是 Moseley 定律,即各元素的特征 X 射线频率 ν 的平方根与原子序数 Z 成线性关系。同种元素,不论其所处的物理状态或化学状态如何,所发射的特征 X 射线均具有相同的能量,根据特征 X 射线的能量可以确定样品表面的元素组成。

X 射线能谱定量分析以测量特征 X 射线的强度作为分析基础,可分为有标样定量分析和无标样定量分析两种。在有标样定量分析中样品内各元素的实测 X 射线强度,与成分已知的标样的相同元素的同名谱线强度相比较,经过背景校正和基体校正,便能算出它们的绝对含量。在无标样定量分析中,样品内各元素同名或不同名 X 射线的实测强度相互比较,经过背景校正和基体校正,便能计算出它们的相对含量。如果样品中的所有元素均在仪器的检测范围之内,则它们的相对含量经归一化后,就能得出绝对含量。

4.4 电子背散射衍射分析原理

电子背散射衍射花样中每一菊池带,代表晶体中一组晶面,菊池带宽度反比于晶面间距,菊池带交叉处代表一个结晶学方向。计算机通过识别以上特征,标定出菊池带的宽度、强度、位置和相互夹角,并与理论数据进行尝试性的比对,最终标定出菊池带所对应的晶面指数、菊池带交叉区对应的结晶学方向、菊池花样对应的晶体结构,甚至确定出物质种类。逐点采集 EBSD 花样并计算,能够得到取向分布图。基于此图,可以对样品进行物相、织构、晶粒度、晶界类型、应变、再结晶等方面的研究。

EBSD 探测器也被用作多分割型背散射电子探测器。集成在 EBSD 探测器周边的前置背散射探测器用于成像,方便配合 EBSD 分析。

5 环境条件指标

扫描电镜实验室应满足如下环境条件指标：

- a) 电源电压： $220\text{ V} \pm 20\text{ V}$ ，频率为 $50\text{ Hz} \pm 0.5\text{ Hz}$ ，具有良好接地的独立地线，接地电阻不超过仪器厂家要求；
- b) 室内温度： $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- c) 室内相对湿度： $\leq 75\%$ ；
- d) 环境交变干扰磁场强度： $\leq 5 \times 10^{-6}\text{ T}$ ；
- e) 地基振幅： $\leq 5\text{ }\mu\text{m}$ （频率为 $5\text{ Hz} \sim 20\text{ Hz}$ 时），或根据仪器安装要求；
- f) 无腐蚀性气体及粉尘较少的房间。

6 仪器

6.1 仪器类型

扫描电子显微镜分为台式、钨灯丝、六硼化镧和场发射扫描电子显微镜，其中场发射扫描电子显微镜又包括热场发射和冷场发射扫描电子显微镜。

6.2 仪器组成

主要由电子光学系统、样品室、信号收集处理显示系统、真空系统和电源系统等部分组成。

6.2.1 电子光学系统

由电子枪、电磁透镜（聚光镜、物镜）、光阑、扫描线圈等组成，电子枪产生的电子束通过电磁透镜聚焦在样品表面，使样品受到激发而产生二次电子、背散射电子、X射线等物理信号。扫描线圈的作用是使电子束偏转，并在样品表面做有规则的扫描。其中电子枪是扫描电镜电子光学系统的核心部件，不同类型电子枪的性能见表1：

表 1 不同类型电子枪性能

电子枪类型	性能			
	亮度 $\text{A}/\text{cm}^2 \cdot \text{Sr}$	电子源直径 (μm)	寿命 (hr)	真空度 (Pa)
钨灯丝热阴极电子枪	$10^4 \sim 10^5$	20~50	≈ 50	10^{-2}
六硼化镧阴极电子枪	$10^5 \sim 10^6$	1~10	≈ 500	10^{-4}
场发射电子枪	$10^7 \sim 10^{10}$	0.01~0.1	$\approx 5\ 000$	$10^{-7} \sim 10^{-8}$

6.2.2 样品室

有直开式和隔离式两种。指标有样品台载荷、行程范围、定位精度、机械稳定性、可扩展性等。

6.2.3 信号收集处理系统

用适当的探测器将样品在入射电子束作用下产生的物理信号进行采集，经过放大和转换，然后作为显示器对应于样品扫描位置的亮度调制信号。探测器分为电子信号探测器、X射线探测器和阴极荧光探测器等，不同的物理信号要用不同的探测器。图像中每一点的亮度是根据样品上被激发出来的信号强度

来调制的,样品上各点的状态各不相同,因而接收到的信号强度也不相同,可以在显示器上看到一幅反映样品表面物理化学特征的扫描图像。采用自动亮度对比度、伽玛校正、微分、多幅平均、中值滤波等技术,可以对图像信号进行处理。扫描图像必须记录比例尺、加速电压和放大倍数等信息。

6.2.4 真空系统

由机械泵、扩散泵或分子泵、离子泵等组成,使电子光学系统满足其工作所需的真空要求。

6.2.5 其他系统和附件

扫描电镜常见附件有 X 射线能量色散谱仪(EDS)、电子背散射衍射仪(EBSD)、阴极荧光光谱仪(CL)。

6.2.5.1 X 射线能量色散谱仪

X 射线能量色散谱仪的组成和技术指标如下:

a) X 射线能量色散谱仪的组成:

- 1) 半导体探测器:通常采用锂漂移硅探测器(Si(Li)探测器)或硅漂移探测器(SDD 探测器),其作用是将 X 射线信号转换成电信号,并进行信号放大。探测器接收面积有多种,大致在 $10 \text{ mm}^2 \sim 150 \text{ mm}^2$ 之间,探测位置分为斜插式和平插式;
- 2) 脉冲处理器:将探测器的输出信号转变为高斯型电压脉冲信号,并通过脉冲堆积抑制电路排除因计数率太高或每个脉冲处理时间长而造成的脉冲堆积;
- 3) 数字处理单元:将电压脉冲信号转换成与脉冲振幅成正比的数字信号,并按照数字大小进行分组和计数,完成对 X 射线光子按照能量的分类;
- 4) SEM 控制器:控制 SEM 电子束扫描,实现点、线、面的 EDS 分析;控制 SEM 电偏移器,对面扫描过程中产生的漂移进行矫正;控制电子束闸,减少电子束对样品的辐照损伤;采集 SEM 工作参数;
- 5) 计算机系统:运行系统软件和应用软件。

b) X 射线能量色散谱仪的技术指标:

- 1) X 射线谱线分辨率:优于 135 eV ;
- 2) 元素分析范围: $\text{Be}^4 \sim \text{U}^{92}$;
- 3) 检测灵敏度: $0.1\% \sim 0.5\%$ 重量百分比。

6.2.5.2 电子背散射衍射仪

电子背散射衍射仪的组成和技术指标如下:

a) 电子背散射衍射仪的组成:

- 1) 高灵敏度 CCD 相机:分为高速型和高分辨型,配合闪烁体屏,在计算机控制下快速、高质量地采集 EBSD 花样;
- 2) 样品台:需要时可以使用预倾斜样品台,方便大角度倾斜。透射 EBSD 样品台,用于薄膜样品的透射式 EBSD 分析;
- 3) SEM 控制器:控制 SEM 电子束扫描,实现点、线、面的 EBSD 分析;控制 SEM 电偏移器,对面扫描过程中产生的漂移进行矫正;控制电子束闸,减少电子束对样品的辐照损伤;采集 SEM 工作参数;
- 4) 计算机系统:将 EBSD 花样进行数学变换,完成晶体结构、取向等 EBSD 分析。

b) 电子背散射衍射仪的技术指标:

- 1) EBSD 花样标定速度(EBSD 单独工作时):使用高速相机时,不低于 800 点每秒;使用高分

- 辨相机时,不低于 100 点每秒;
- 2) 取向测量精度:采用硅单晶样品,不低于 0.1°;
- 3) 与电镜和能谱兼容性:综合考察对不同电镜工作模式的适应性;与能谱同步工作时的最高标定速度。

6.2.5.3 阴极荧光谱仪

阴极荧光谱仪的组成如下:

- a) 荧光信号收集器:带有电子束通过孔的抛物面镜,将产生于抛物面焦点的荧光信号转换成平行光;
- b) 耦合切换器:将平行光耦合至单色器或直接耦合至光信号放大器;
- c) 单色器:对不同波长的荧光信号进行色散;
- d) 光信号放大器:对不同波段的荧光信号进行放大(采用光电倍增管);
- e) 计算机系统:控制电子束扫描和阴极荧光强度信号同步成像,完成阴极荧光光谱和图像的分析。

6.3 检定或校准

设备在投入使用前,应采用检定或校准等方式,对检测分析结果的准确性或有效性有显著影响的设备,包括用于测量环境条件等辅助测量设备有计划地实施检定或校准,以确认其是否满足检测分析的要求。检定或校准应按有关检定规程、校准规范或校准方法进行。

6.4 扫描电镜技术指标

各种类型的扫描电镜其技术指标应符合表 2 的规定:

表 2 扫描电镜的主要技术指标

扫描电镜类型	钨灯丝	六硼化镧	热场发射	冷场发射
电子枪类型	热阴极	六硼化镧阴极	肖特基	钨单晶
加速电压	0.2 kV~30 kV	0.2 kV~30 kV	0.2 kV~30 kV	0.2 kV~30 kV
二次电子图像分辨率	4 nm	3 nm	1 nm	1 nm
图像有效放大倍数	20 倍~3×10 ⁵ 倍	20 倍~3×10 ⁵ 倍	20 倍~2×10 ⁶ 倍	20 倍~2×10 ⁶ 倍
放大倍率精确度(100~~5 000 倍)	≤±5%	≤±5%	≤±5%	≤±5%

7 样品

7.1 样品种类

扫描电镜分析样品种类广泛,可以是金属、无机非金属材料、高分子材料、生物医学材料等。样品形态可以是块体、粉末、薄膜等。

7.2 样品要求

扫描电镜样品应满足如下要求:

- a) 样品应该是化学上和物理上稳定的固体,且要求干燥、表面清洁、在真空中及在电子束轰击下不挥发、不变形,无放射性和腐蚀性;
- b) 样品最好导电,导电性差或不导电的样品可在表面进行导电处理(喷镀 Au、Pt 或 C 等导电膜)

或在低加速电压和低真空模式下观察；

- c) 生物医学样品可以经固定、脱水、临界点干燥或冷冻干燥,然后在表面喷镀导电膜；
- d) 含水量高的生物样品(如叶片真菌)或液态胶体样品可用环境扫描电镜方法进行观察。

7.3 样品制备

7.3.1 形貌观察样品的制备

导电样品用导电胶或导电胶带固定到样品台上即可；需要进行导电处理的非导电样品,将其固定到样品台上后,用真空蒸发或离子溅射方法镀导电膜。

普通金属截面样品的制备按 GB/T 13298—2015 的规定,普通塑料、橡胶等高分子材料可以用液氮脆断方法制备截面样品。

粉末样品可以直接涂覆在导电胶带上,或者采用乙醇分散后滴加在载玻片、硅片或云母片上,干燥后镀导电膜。

非均质、带孔、镀层、低硬度截面样品的制备,可采用离子截面抛光的方法。

要格外注意粉末和磁性样品在样品台上的牢固性。

7.3.2 能谱测试样品的制备

符合 GB/T 17359—2012 的规定。

7.3.3 电子背散射衍射样品的制备

符合 GB/T 19501—2013 附录 A 的规定。

8 分析测试

8.1 开机

场发射扫描电镜一般处于待机状态,开启控制电脑并打开操作软件,进入测试程序。钨灯丝扫描电镜等需要重新启动时,依次开启稳压电源、冷却水系统和主机电源开关,电镜真空系统启动,开启控制电脑并启动操作软件,待真空度达到要求后,进入下一步骤。

8.2 检测前的准备

检查扫描电镜基本状态,包括真空度、灯丝发射电流、电子束对中等,并进行调整,以保证扫描电镜处于正常的工作状态。

对液氮制冷 X 射线能谱仪应及时添加液氮,使 Si(Li)探头始终处于低温状态。电制冷硅漂移 X 射线能谱仪开机稳定后即可使用。能谱分析前按照能谱仪的能量校准方法进行能量校准。

EBSD 测试按 GB/T 19501—2013 的规定执行。

8.3 样品的安装

按要求将样品送入样品室,调节样品的高度和方位等,待仪器达到所需真空度后即可进行观察。

8.4 工作条件的选择

依据分析要求参照表 3 设定工作条件：

表 3 扫描电镜和 X 射线能谱仪工作条件

工作性质	扫描电镜图像观察	X 射线能谱分析
加速电压	0.05 kV~20 kV	1 kV~30 kV
束斑直径	遵循束斑随倍数增大而减小原则	遵循保证分辨率、无荷电、无损伤前提,束斑最大原则
物镜光阑	依据分析要求	依据分析要求
工作距离	5 mm~30 mm	依据能谱仪技术参数
注: EBSD 工作条件按 GB/T 19501—2013 的规定。		

8.5 图像观察和记录

开启加速电压,调节束流并观察样品,选择好放大倍数,进行聚焦,调节衬度和亮度以及消像散等,直至图像最清晰为止,观察中可根据仪器的操作自由度对样品进行移动和/或旋转和/或倾斜,以获得所需图像。记录图像时用慢速扫描,以获得信噪比更好的图像,并将图像储存在计算机中。采用 TV 扫描,观察力、热、光、电、气氛等物理量交互作用下(常在环境模式下)试样的变化过程,并可记录成视频文件。

8.6 元素成分分析

开启能谱分析软件,在样品表面选定分析位置,进行元素成分定性、定量分析、元素线分析和面分析,并保存分析结果。

8.7 微区晶体结构分析

8.7.1 装入试样,按 GB/T 19501—2013 的规定设定分析条件并进行分析。

8.7.2 EBSD 分析时,样品台要大角度倾斜,极易造成物镜极靴损伤,操作中应开启 CCD 监控。

注:可以使用预倾台。

8.8 检测后仪器的检查与维护

检测完成后,按仪器说明书要求的次序完成关闭灯丝电流、关闭加速电压、样品复位/取出、关闭操作软件等操作。场发射扫描电镜在非工作时不需要关机,可按照仪器说明书操作,维持场发射电流,关闭操作软件后将仪器转为待机状态。在有需要时,如维护维修、停电等情况下,按照仪器说明书进行关机、重新启动操作程序。

9 结果报告

9.1 基本信息

结果报告中可包括:委托单位信息、样品信息、仪器设备信息、环境条件、制样方法、检测方法(标准)、检测结果、检测人、校核人、批准人、检测日期等。

9.2 微观形貌分析结果报告

扫描电镜以图像形式提供样品微观形貌分析结果,图像中应包含标尺、微区分析位置等参数,必要时提供拍照速度、像素密度和放大倍数误差。

9.3 微区成分分析结果报告

由 EDS 能谱仪附件测试数据,可提供样品微区化学成分的定性或半定量分析结果;结合 EDS 能谱

线分析和面分析技术,可提供分析元素的线扫描曲线、面分布图和相分布数据。

9.4 阴极荧光光谱分析结果报告

提供距表面不同深度的微区阴极荧光光谱,从而给出物质带隙、缺陷、杂质等内部结构信息;结合 CL 谱线面分析技术,可以提供荧光物质及其各种缺陷、杂质的线面分布图;提供加速电压,扫描范围、步长、速度等参数。

9.5 晶体结构分析结果报告

提供由电子背散射衍射附件测试得到的取向分布等各种 EBSD 数据,并提供扫描范围、扫描步长等参数。

10 仪器维护

扫描电镜的日常维护须注意以下几个方面:

- a) 扫描电镜室须注意日常防尘和除湿;
- b) 定期除尘(电路板特别是带有高压的电路板沾有尘土,容易导致干扰、短接或击穿现象),清洁样品仓(清除散落样品,擦拭内壁和样品台,可以提高真空度和抽速);
- c) 定期清洗或更换物镜等光阑,提高扫描电镜信噪比和分辨率;
- d) 定期维护循环冷却水机;
- e) 对于油机械泵,须定期(半年到一年)更换机械泵油。

11 安全注意事项

扫描电镜在日常使用过程中应注意以下安全事项:

- a) 必须严格遵守扫描电镜及相关制样设备、分析附件的操作规程,避免触电、电离辐射和机械伤害;
- b) 突然停电停水时,应按顺序关机,样品留在原位,恢复供电和供水后,重新开机,继续进行观察和分析;
- c) 配有液氮致冷能谱仪的,使用时应严格遵守操作规程,避免液氮冻伤;在封闭房间内存放、使用液氮时,需要对室内氧气浓度进行监控,避免窒息;
- d) 扫描电镜更换样品时需要样品室进行充气。充氮气时,应根据仪器要求调节钢瓶减压阀流量,流量过大容易对能谱探测器等造成损坏。氮气钢瓶应放在阴凉,远离电源、热源的地方,并加以固定。扫描电镜中的电磁阀等需要压缩空气进行驱动,测试过程中要保证空气压缩机正常运行及输出压力正常。

参 考 文 献

- [1] GB/T 25189—2010 微束分析 扫描电镜能谱仪定量分析参数的测定方法
 - [2] GB/T 19501—2013 微束分析 电子背散射衍射分析方法通则
 - [3] Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis, Plenum Press, 1990.
-

