实验简报

Cipher 系统

扫描电子显微镜（SEM）中的定量背散射电子分析

使用的 Gatan 设备

Cipher™ 系统，包括 OnPoint™ 背散射电子探测器和 DigitalMicrograph® 软件

背景

在扫描电子显微镜（SEM）中，背散射电子（BSE）成像通常被用来揭示样品中的成分差异。BSE 图像的衬度来源于不同分析点之间的平均原子序数差异。通常，BSE 图像用于定性分析，但在合适的分析条件下也可以进行定量 BSE（qBSE）分析以确定平均原子序数($\bar{Z}$)的具体数值。最近，研究人员展示了通过 qBSE 和定量 X-射线能量色散谱（EDS）分析的组合，在样品中测得个位数质量百分比的锂元素 [1, 2]，因此对于 qBSE 分析的兴趣正在增长。在本文中，我们测试了使用 OnPoint BSE 探测器和 DigitalMicrograph 软件（Cipher 系统的组成部分）对于 qBSE 应用的性能表现。

材料与方法

我们在 55 种不同的高纯度标样（$4 < \bar{Z} < 83$）中进行了 qBSE 分析。样品经由机械抛光，并通过 PECS™ II 系统镀上 2.0 nm 厚的碳膜。图 1 展示了作为 $\bar{Z}$ （根据 [3]，采用了改进的计算方式）函数的 qBSE 测量值。对于 $\bar{Z} < 40$ 的化合物，实验数据点同趋势线吻合非常好，几乎没有显著的偏离。

我们在另外一个样品中测试了在随机取向分布晶体中 qBSE 测量的精确度。测试样品是大体呈现立方形的 LiF 颗粒，尺寸介于 1-15 μm，镶嵌于环氧树脂中。样品通过 PECS II 系统抛光以露出颗粒内部截面，并镀上 2.0 nm 厚的碳膜。如图 2 所示，对颗粒进行了 qBSE 分析。实验测定的 $\bar{Z}$ 为 7.15 ± 0.19，同理论计算值 7.10 高度吻合。进而通过 Cipher 系统分析计算得到的锂含量为 48.8 ± 0.04 at.%，表明在当前测试条件下，通道效应并未对锂含量的测量产生显著影响。

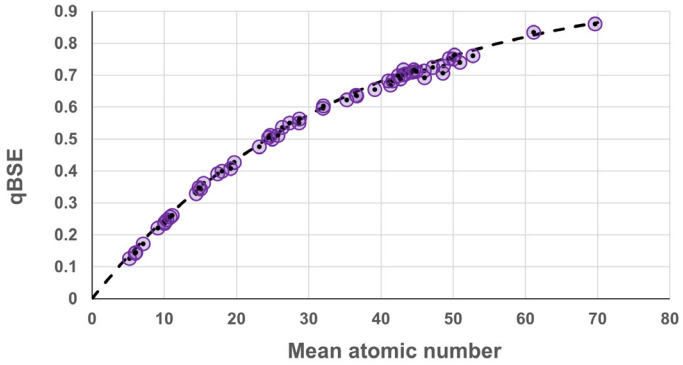

图 1. 归一化的背散射电子灰度值与参考 [3] 的改进计算方法得到的平均原子序数之间的关系。圆圈为 15 kV 下采集的实验数据点，虚线为指数拟合函数。

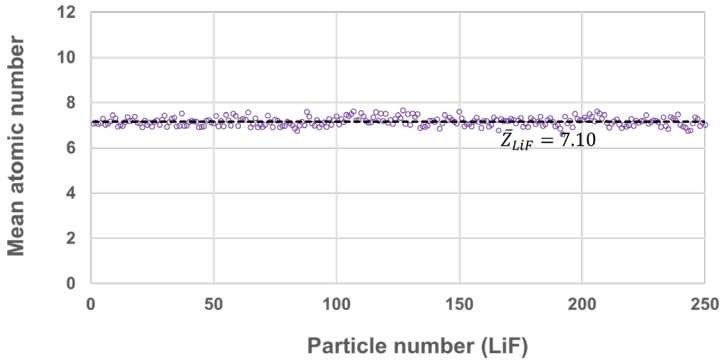

图 2. 通过 Cipher 系统对 250 个 LiF 颗粒进行 qBSE 分析测得的平均原子序数。在 15 kV 加速电压下采集。

小结

测试表明了对于 $\bar{Z} < 40$ 的一系列材料能够通过定量背散射电子像获得精确的样品平均原子序数($\bar{Z}$)。并且，结果表明晶体取向对 qBSE 结果的影响微乎其微，通过 Cipher 系统确定的 LiF 颗粒的锂含量达到了 1.2 at.% (<1 wt.%) 的精确度。这些结果为含锂材料的表征打开了令人振奋的可能性。

Gatan, Inc. 是全球领先的仪器设备和软件制造商之一，致力于提升和扩展电子显微镜技术——从样品制备、处理到成像和分析。

参考文献

[1] J.A. Österreicher et al., Scripta Materialia 194 (2021), 113664
[2] J. Lee et al., Microsc. Microanal. 28 (2022), p548-550
[3] J. Donovan et al., Microsc. Microanal. 9 (2003), p202

www.gatan.com

© 2022, by Gatan, Inc. All rights reserved. Gatan, Gatan logo, and all other trademarks are property of Gatan, Inc.unless otherwise specified.

EB-Cipher-qBSE-FL1-CA-OCT22-CN