

实验简报

OnPoint 探测器 与 Octane Elite Super EDS 系统

标题

扫描电镜中锂元素的定量面分布

使用设备

我们将Gatan 的OnPoint™ 探测器和EDAX的Octane Elite Super EDS 系统联合使用，实现了扫描电镜中锂元素的面分布表征。

背景

大力发展含锂化合物和含锂合金材料对于我们实现二氧化碳减排承诺至关重要。在近些年，我们看到含锂材料的发展取得了巨大进步。但令人印象深刻的是，目前并没有强有力的方法来表征锂元素在微尺度上的分布情况。由于常规的能量分散X射线光谱（能谱，EDS）对于原子数低于4的元素基本上无效，块状材料中针对锂元素定性，定量的表征方法仍然是分析科学的圣杯之一。最近，通过EDS和定量背散射电子成像（qBEI）的成分差异法 [J.A. Österreicher et al., Scripta Materialia 194 (2021) 113664]，我们实现了锂元素在SEM中的定量表征。后续通过这种成分差异方法，我们拓展了材料适用范围，得到了MgLiAl合金的空间解析元素定量分布图。

材料与方法

成分差异法使用 EDS对原子序数 $Z = 4 - 94$ 的元素进行定量，而qBEI则确定材料的平均原子质量（qBEI信号与原子序数 $Z = 1 - 94$ 成函数关系）。根据两个数据集的差异，我们可以计算“缺失”轻元素（ $Z = 1 - 3$ ）的比例。MgLiAl合金由Gatan Ilion® 宽束氩离子抛光仪制备，而后放入场发射电镜中使用OnPoint背散射电子（BSE）探测器和Octane Elite Super EDS系统进行分析。在量化BSE数据并计算铝、镁的成分之后，我们在DigitalMicrograph® 软件中得到了锂元素的定量分布图。

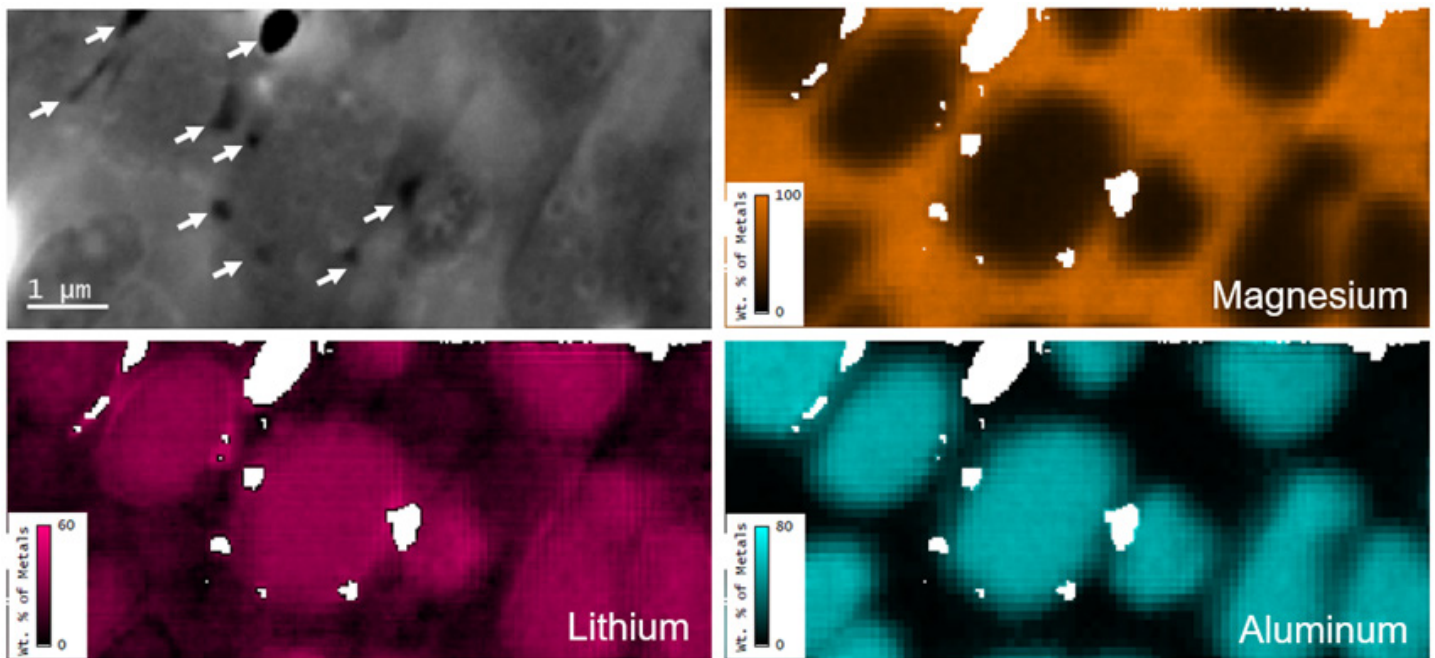


图1. MgLiAl合金同一区域的二次电子图像和元素含量图（wt. %）。白色像素区域由于样品表面的起伏而被排除在分析之外（二次电子图像中的箭头）。

小结

在扫描电镜十几个微米的视野下成功表征具有亚微米空间分辨率且仅个位数质量百分比的锂元素。相比传统的表征技术，使用OnPoint背散射探头和Elite Super 能谱的成分差异方法具有更低的检出限以及对轻元素化学键合条件不敏感的特性。这使得这项新技术不光可实现锂元素的定量面分析表征，还对其它轻元素的表征具有前景。

致谢

特别感谢Austrian Institute of Technology 的Johannes Österreicher 团队提供样品和发明这个针对轻元素的成分差异方法。

更多电子显微镜解决方案的信息，请访问 Gatan.com 和 EDAX.com。