

# 韧致辐射对 EPMA 测试结果的影响及应对

## EPMA-077

**摘要：**韧致辐射所产生的 X 射线信号由于原理本身而并不能在检测器端屏蔽，其必然会叠加到元素测试所使用的特征 X 射线信号的检测，对结果分析产生干扰，甚至会使结果产生严重的假象数据，误导分析人员。本文探讨了超轻元素和微量元素测试中韧致辐射所产生的信号对测试结果的影响，以及在测试之前如何发现和规避这方面的干扰，结合岛津电子探针软件中的功能并综合运用多种分析方法，给出了背景信号分析的应对解决方案。

**关键词：**韧致辐射 背景噪音 微区分析 电子探针 岛津

### 技术特点：

- ❖ 岛津电子探针 EPMA 对超轻元素和微量元素的测试具有高灵敏度的特点；
- ❖ 不同基体效应产生不等的韧致辐射信号量，综合运用岛津电子探针软件功能并结合多种分析方法，可以确认和扣除背景信号带来的干扰和影响。

电子探针显微分析仪 EPMA 使用聚焦加速的电子束作为激发源，照射到试样上，可以从试样中激发一系列不同类型的信号。使用不同的检测器采集这些信号，即可以对试样的形貌特征、元素种类及含量等进行测试分析。

电子探针 EPMA 主要用于微区的元素分析，其采集分析的信号是特征 X 射线。各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，整个原子呈不稳定的激发态，较高能级上的外层电子便会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 射线光子的形式释放出来。对于任一原子而言，各能级之间的能量差都是确定的，因此，各原子受激发而产生的 X 射线的能量或波长也都是确定的。这种能量或波长确定的 X 射线称为特征 X 射线。

除了特征 X 射线，还有一类会形成背景噪音信号

的 X 射线，称为连续 X 射线，其源于韧致辐射原理而产生。

韧致辐射 (Bremsstrahlung Radiation)，又称为刹车辐射或制动辐射 (Braking Radiation)，是指高速运动的电子骤然减速所产生的辐射。电子探针 EPMA 的激发源入射电子在接近原子核时与原子核的库仑场相互作用，电子的运动方向发生偏转，并急剧减速，释放的能量转换为 X 射线光子从试样中逃逸出去，就会产生这种辐射。韧致辐射产生的 X 射线谱一般都是连续的，形成能量分布从零到入射电子能量的非特征 X 射线光子，这是由于在原子核电磁场作用下，电子束的速度是连续变化的，所以又称为连续辐射 (Continuous Radiation)。连续 X 射线会在 EPMA 测试过程中混杂于特征 X 射线之中，形成背景噪音信号，对 EPMA 的分析造成一定的影响。

### ■ 仪器

岛津 EPMA-1720 型电子探针显微分析仪



## ■ 结果与讨论

超轻元素和微量元素测试方面是电子探针微区分析领域的两个难点，不仅需要仪器具有较高的测试灵敏度，还需要注意由于韧致辐射产生的背景噪音信号的影响。

岛津电子探针微区分析仪 EPMA 通过配置高位 52.5° 的 X 射线检出角以及兼具灵敏度和分辨率的全聚焦分光晶体，在超轻元素和微量元素测试中具有很高的灵敏度。下面主要讨论韧致辐射所引入的背景信号在测试分析中的干扰和处理方法。

### 2.1 超轻元素的测试

合金试样经过磨制抛光后，使用岛津电子探针观察和测试。背散射图像上明暗衬度差异显示了平均原子序数的不同。在图 1.a 上所示画线位置测试所感兴趣的元素 Sn 和 B 的线分布特征（即指定元素在指定线段上的元素含量波动情况）。对于常规元素 Sn 和超轻元素 B，波谱仪配置的分光晶体分别位于两个不同的通道，为了相互印证数据，同时使用 CH3 的 PET 和 CH4 的 LiF 晶体测试元素 Sn，使用 CH1 的 LSA120 和 CH5 的 LSA200 晶体测试元素 B。测试结果分别见图 1.b~e。

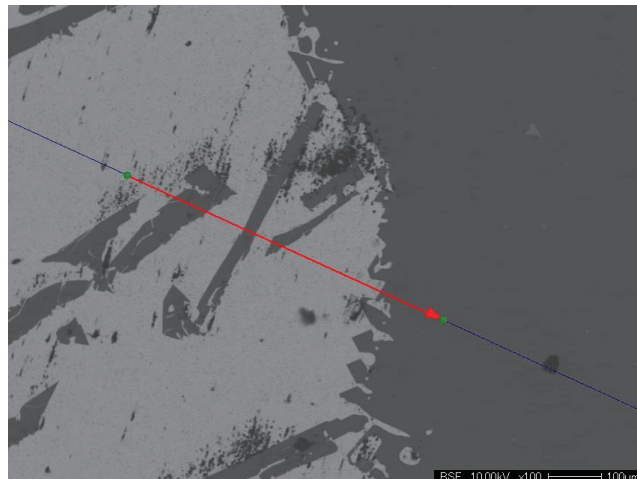


图 1.a 试样上线分析位置示意图

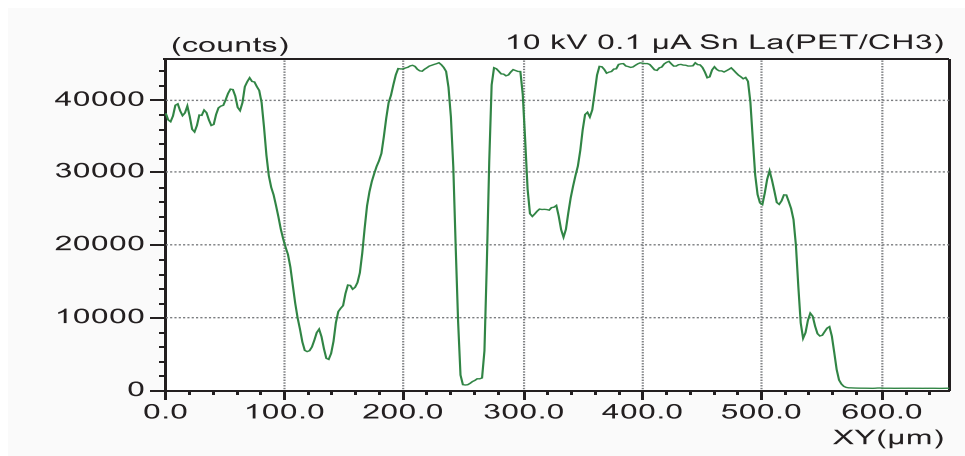


图 1.b 元素 Sn 采用 PET 晶体测试的线分析结果

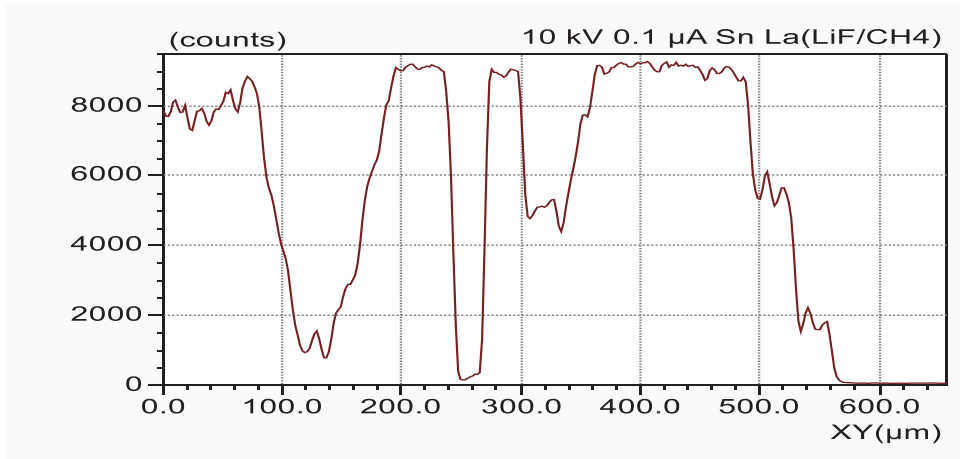


图 1.c 元素 Sn 采用 LiF 晶体测试的线分析结果

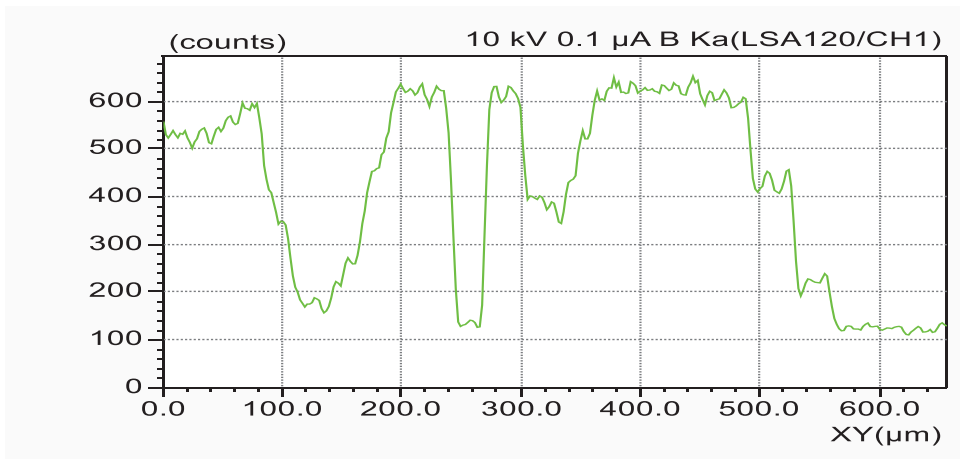


图 1.d 超轻元素元素 B 采用 LSA120 晶体测试的线分析结果

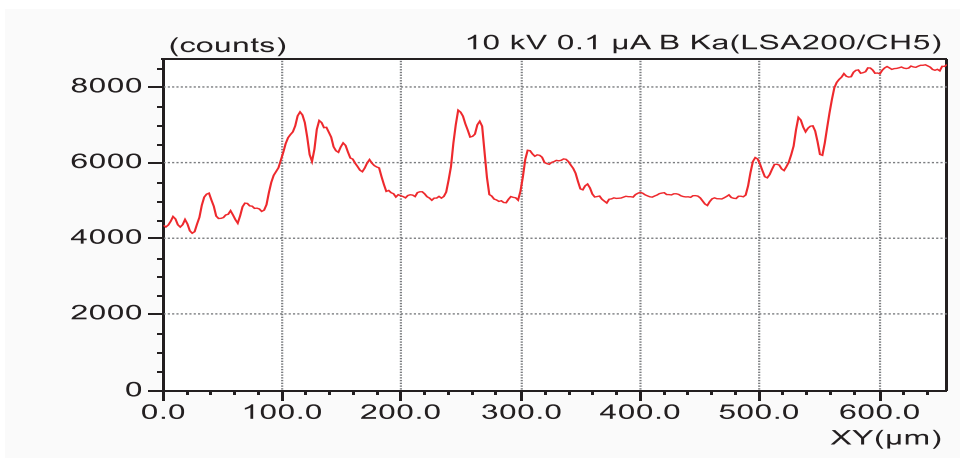


图 1.e 超轻元素元素 B 采用 LSA200 晶体测试的线分析结果

图 1 试样元素含量线分析特征测试位置及结果

结果显示，对于常规元素 Sn（图 1.b 和图 1.c），两个不同通道的两个不同晶体同时分别测试获得一致的元素含量分布特征曲线。但对于超轻元素 B，两个不同通道的两个不同晶体同时测试的结果却是正好相反的，见图 1.d 和图 1.e。

这是由于微区测试中超轻元素的特性所决定的。超轻元素的特征 X 射线具有波长长、能量低、易被试样基体吸收等特点，使之在微区测试中成为一个难点，其中决定超轻元素测试难点最重要的一个因素是基体效应。超轻元素的特征 X 射线质量吸收系数大，譬如在同样的基体中，超轻元素 Be 的质量吸收系数是 Fe 元素的几百甚或上千倍，这意味着样品中被激发出的超轻元素特征 X 射线在从试样内部出射的过程中更容易被基体吸收、衰减程度更大。在图 1.a 中线分析位置中由于平均原子序数差异导致的背景吸收差异，所以测试中需要扣除背景噪音的影响。

超轻元素的特征 X 射线波长较长，根据布拉格衍射公式： $2d\sin\theta=n\lambda$ ，需要晶面间距  $d$  更大的分光晶体，而天然矿物中已很难找到可对超轻元素分光的合适晶体。超轻元素的测试一般使用的是人工多层膜分光晶体，即 LSA 系列。LSA120 和 LSA200 都可以测试元素 B，且 LSA200 测试 B 的灵敏度更高，但由于 LSA200 测试 B 的特征 X 射线靠近短波段，短波段位置背景噪音信号更高。这就造成短波段更高的背景噪音信号同时叠加基体效应信号，出现了图 2 的现象，即元素 B 净含量更高的位置由于背景噪音低，其总 X 射线计数值反而比净含量低但叠加的噪音信号高位置处更低。

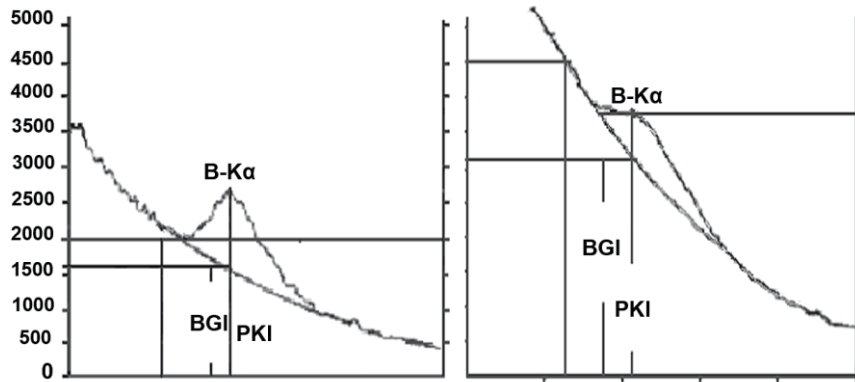
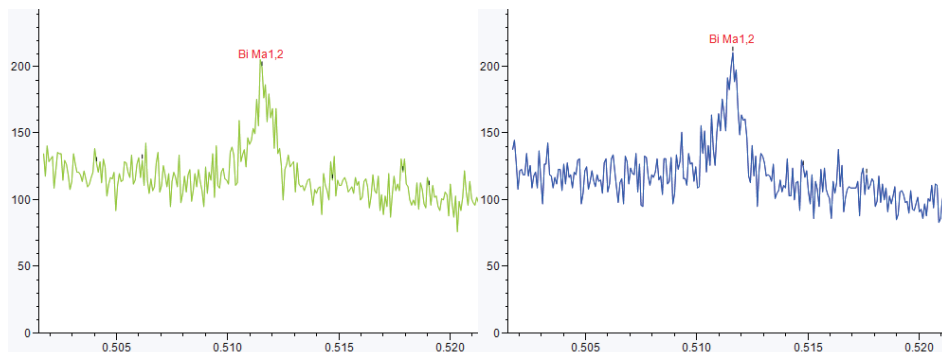


图 2 不同背景噪音对元素净含量不同位置的总 X 射线计数数量的影响

## 2.2 微量元素的测试

某种样品中添加了微量元素 Bi，分别对 A、B、C 三个位置及基体位置进行 Bi 的峰形特征分析，结果见图 3，叠加在同一坐标中见图 4。



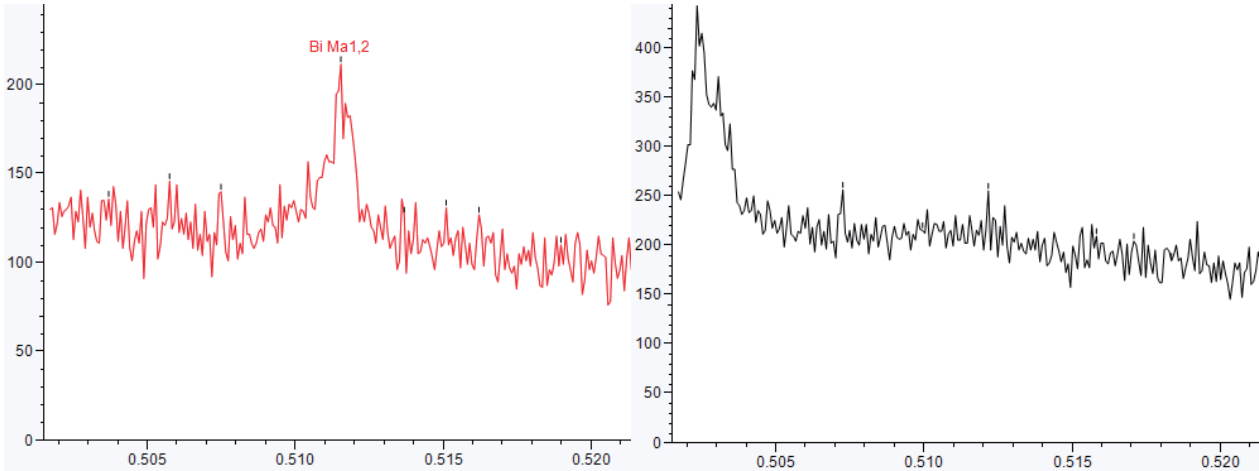


图3 不同位置元素 Bi 峰形特征

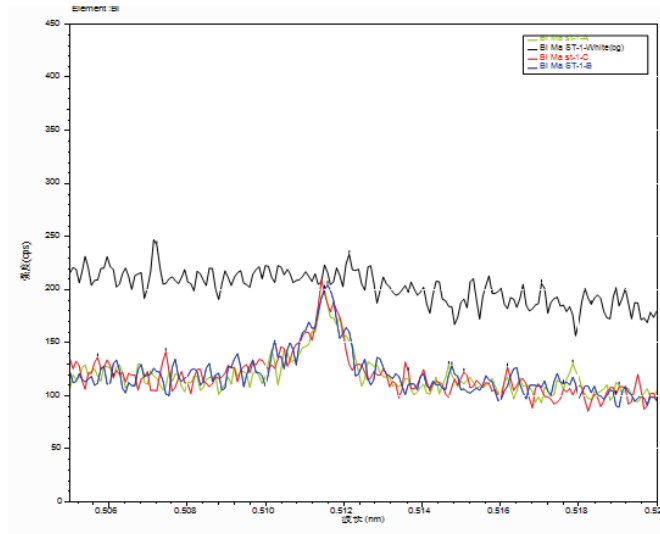


图4 不同位置峰形特征叠加

峰形特征测试结果显示，在能检出有效 Bi 信号的 A、B、C 三个位置，其峰位置总强度反而比基体上没有检出 Bi 信号的总强度相当。这是因为在平均原子序数不同的位置，背散射系数不同，在背散射图像上衬度较大的基体其背散射系数较大，意味着入射电子束测试到此位置时，能够进入试样并产生信号的束流较小，激发的 X 射线信号也会较低，但最关键的影响因素是韧致辐射效应不同，导致不同位置产生了计数差异较大的背景信号。这种测试就需要在不同位置扣除对应不同的背景信息。

岛津电子探针软件在线分析、面分析和定量分析等分析方法中均内置了可以便捷测试和后续数据处理的背景扣除功能。

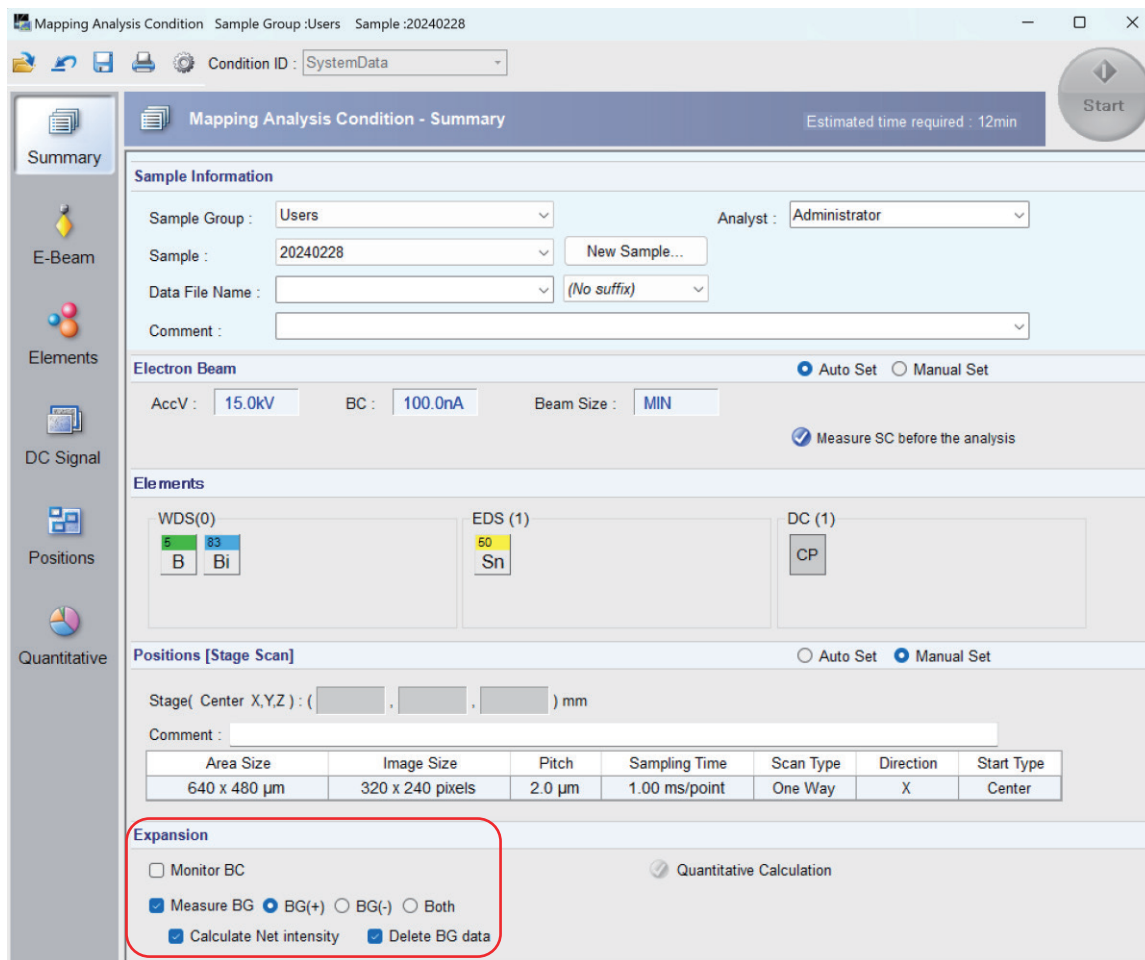


图5 岛津 EPMA 软件中背景噪音的测试和扣除

常规的测试过程中，一般不需要特别扣除背景，在涉及到超轻元素、微量元素等电子探针微区测试领域中比较困难的领域时，就需要更多的注意事项需要考虑。全元素定性谱图测试和解析、特别关注元素的峰形状态分析等手段都可以很方便的处理这方面的测试难点。

## ■ 结论

岛津电子探针通过配置高位 52.5°的 X 射线检出角以及兼具灵敏度和分辨率的全聚焦分光晶体，在微量元素测试中具有很高的灵敏度。

涉及到超轻元素和微量元素在电子探针微区分析中，需要仪器具有较高的测试灵敏度，同时借助岛津电子探针便捷的背景信号测试和后续的数据处理，可以方便地扣除韧致辐射产生的背景噪音信号的干扰和假象数据的影响。

岛津应用云

