



中华人民共和国国家标准

GB/T 20726—2006/ISO 15632:2002

半导体探测器 X 射线能谱仪通则

Instrumental specification for energy dispersive X-ray spectrometers with
semiconductor detectors

(ISO 15632:2002, Microbeam analysis—Instrumental
specification for energy dispersive X-ray spectrometers
with semiconductor detectors, IDT)



2006-12-25 发布

2007-08-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
半导体探测器 X 射线能谱仪通则
GB/T 20726—2006/ISO 15632:2002

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

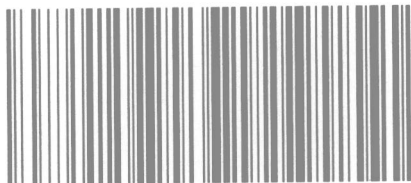
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2007 年 6 月第一版 2007 年 6 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-29498 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 20726-2006

前 言

本标准等同采用 ISO 15632:2002《半导体探测器 X 射线能谱仪通则》。

本标准的附录 A、附录 B 为规范性附录。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会提出。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中国科学院地质与地球物理研究所。

本标准主要起草人：曾荣树、徐文东、毛骞、马玉光、范光。

引 言

近年来,通过改进探测器的探头晶体和 X 射线入射窗口新材料的制备工艺以及应用先进的脉冲处理技术,在 X 射线能谱仪(EDS)技术上取得的进展增强了能谱仪的总体性能,并且将其应用范围扩展到低能量(低于 1 keV)区域。

过去,能谱仪的特性通常用高能状态下能量的分辨力来表示,定义为 Mn-K α 峰半高宽(FWHM)。为了表示在低能量范围的特性,生产厂家给出了 C-K, F-K 的峰半高宽值或者零峰。一些生产商还规定了峰背比(峰高与本底的比值),即⁵⁵Fe 谱线中的峰与基线的比值或硼(B)的谱线中的峰谷比值。这些量即使相同,它们的定义也可能不同。能谱仪在低能端的灵敏度相对于高能量区而言,明显的依赖于探测晶体和 X 射线入射窗口的设计。尽管低能端的高灵敏度对于分析轻元素化合物非常重要,但是生产商通常不给出能量与谱仪效率的依赖关系。

在全球范围内要求制定 X 射线能谱仪(EDS)基本规范的呼声中,本标准应运而生。EDS 是分析固体和薄膜化学成分最常用的方法之一。本标准容许在相同规范的基础上,对不同设计的能谱仪性能进行比较,同时根据特殊的要求,帮助找到最合适的能谱仪。另外,本标准也便于对不同实验室的仪器标准与分析结果进行比对。依照 ISO/IEC 17025 规定,这些实验室应按规定的程序定期检查、校准仪器。本标准可作为所有相关测试实验室制定相似操作程序的指南。

半导体探测器 X 射线能谱仪通则

1 范围

本标准规定了表征以半导体探测器、前置放大器和信号处理系统为基本构成的 X 射线能谱仪 (EDS) 特性最重要的量值。本标准仅适用于固态电离作用原理的半导体探测器 EDS。本标准只规定了与电子探针 (EPMA) 或扫描电镜 (SEM) 联用的此类 EDS 的最低要求, 至于如何实现分析则不在本标准的规定范围之内。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

注: 除 2.1 外, 这些定义都按 ISO 18115 中相同或相似的形式规定。

2.1

能谱仪 energy dispersive spectrometer

同时记录整个 X 射线谱的谱仪。

注: 谱仪包括固态探测器、前置放大器和将 X 射线光子转换为电脉冲的脉冲处理器, 其中波高分析被用于给不同能量的 X 射线在脉冲处理器中所形成的脉冲信号分配能量通道。

2.2

谱通道 spectral channel

所测谱中测量能量的间隔, 其宽度由一定的能量增量表示。

2.3

仪器检测效率 instrumental detection efficiency

检测到的光子量与可用于测量的光子量的比值。

2.4

信号强度 signal intensity

经脉冲处理后, 能谱仪输出的以每通道计数或每通道每秒的计数所表示的量。

2.5

峰强度 peak intensity

在特定本底上以峰高测量的谱峰信号强度。

2.6

峰面积 peak area

净峰面积 net peak area

在去除本底后, 一个谱峰的面积。

2.7

背景信号 background signal

由于韧致辐射或仪器本底在谱通道中形成的信号。

2.8

仪器本底 instrumental background

能谱仪的某一部件或多个部件产生的信号, 这些信号通常是不希望得到的, 它们与样品释放出的信号混合在一起, 使测定的谱图产生偏差。

3 要求

3.1 概述

生产商应用适当的标准文本描述能谱仪最主要的构成要素,以便能让用户评估仪器的性能。对评估能谱仪是否适合在相关领域应用所必需的部件应予详细说明,这些部件包括晶体材料类型(硅或锗)、晶体厚度、有效晶体面积和窗口类型[铍窗、薄(膜)窗或无窗]。有些参数不包含在本标准内,但可能影响探测器的性能,如最大计数比率、冷却系统的构造原理等,应在相关资料中加以说明。

3.2 能量分辨力

能量分辨力应用 Mn-K α 峰的半高宽来表示,并按照附录 A 进行确定。对于可以检测低于 1 keV 能量 X 射线的能谱仪,也应该给出 C-K 和 F-K 线的峰半高宽。标明的半高宽应是上限值。根据附录 A 测定的分辨力必须保证优于标称值。随分辨力值应同时附上规定的计数率说明(如 $\leq 1\,000$ 计数/秒)。

3.3 峰背比

作为一个能谱仪的特征参数,峰背比应由采集到的⁵⁵Fe 谱线中得出。此比值应由从仪器本底值分离出的 Mn-K α 线的峰强度给出。仪器本底值应是能量范围从 0.9 keV~1.1 keV 时每通道计数的平均值。谱计数应足够多以便使测量有统计学意义,电子学设置应对在 0.9 keV~1.1 keV 能量范围信号产生的脉冲 100%有效。

注 1: 峰背比依赖于谱仪分辨力。因此峰背比只适用于比较分辨力相似的能谱仪。

注 2: 电子显微镜中,由于能量损失,锰样品产生的韧致辐射本底可能显著大于仪器本底。因此锰样品不能用于测量峰背比。

3.4 能量与仪器检测效率相关性

对能量与仪器检测效率的关系,最少应标出特定物质的特征 X 谱线的低能线与高能线的强度比。此比值应用垂直于样品表面的 20 keV 电子束激发并在检出角 35°检测到的纯镍或纯铜样品谱线中 L 线系和 K α 线净峰面积比。

注 1: 这些测量只适合其厚度足以吸收至少 95%的 8 keV(能量)入射 X 射线的探测器。

注 2: 如果样品室的探测器接口不适于 35°检出角,在其他任何检出角获得的 L/K 比值可以用电子探针定量分析中的吸收修正公式转换为 35°检出角的比值(见附录 B)。

附录 A
(规范性附录)

测定能谱仪能量分辨力的峰半高宽(FWHM)值

A.1 样品

样品应采用密封的⁵⁵Fe源来测量锰的K α 线,采用聚四氟乙烯(PTFE, Teflon®)片或箔片测量碳和氟的K线。为了在用户实验室检查峰半高宽(FWHM),如果没有⁵⁵Fe或出于安全考虑不能使用⁵⁵Fe,可以用抛光的锰样品来替代。用来测定碳和氟K线的聚四氟乙烯片替代品可以分别使用玻璃碳和含氟矿物,如CaF₂。

A.2 样品制备

聚四氟乙烯样品应蒸镀或溅射一层约20 nm厚的碳膜,以使其表面导电。如果在已装配于扫描电子显微镜的能谱仪上使用⁵⁵Fe,类似于Amersham Buchler ⁵⁵Fe伽玛参考源VZ-1977也应单面镀碳。这样就很容易找到密封的放射性片的位置,并将其定位在X射线能谱仪的正确工作距离。

A.3 准备工作

用生产商建议的步骤校准能谱仪的能量范围,并对用于校准的X线和能量进行记录。

A.4 测量条件

- 选择通道宽度 ≤ 10 eV。
 - 为了记录C-K线和F-K线,入射电子能量用10 keV。
- 注:此条件下由于在聚四氟乙烯谱中碳和氟的峰强度相似,使得可以从一个谱确定碳和氟两个峰的半高宽。
- 用锰样品测量Mn-K谱图时,用15 keV。
 - 调整束流以使测量中计数率不超过规定的计数率极限(如1 000 计数/秒)。
 - 峰计数应高于10 000 计数。

A.5 本底扣除

在⁵⁵Fe源、聚四氟乙烯或玻璃碳样品的谱中,本底可以忽略。

注:聚四氟乙烯或玻璃碳样品测得的K线峰背比大于100。忽略本底使峰半高宽值稍微增加约1 eV或更小,但避免了与本底的拟合和扣除相关的所有问题,这是一种在系统与系统比较中可靠而且可重复的测量方法。

用锰样品和含氟矿物标样的情况下,在计算峰半高宽前,应将线性本底扣除。线性本底应分别固定在峰的低能一侧和高能一侧,距离至少为两倍的半高宽值,本底计数值取5个相邻通道的平均值。

A.6 峰半高宽(FWHM)的计算

计算峰半高宽应采用以下步骤(与IEC 60759或ANSI/IEEE 759一致):在高能量端和低能量端各自得到两个通道值,它们的计数值一个刚好高于最高峰一半,另一个刚好低于最高峰一半,利用插值法,求出计数正好为最高值一半时高能量端和低能量端的通道数值,计算得到两个通道值的差值,将此差值乘以校准后能谱每个通道的eV值。

最后结果应取至少5次测试的平均值。

注:对一些特殊设计的脉冲处理器,分辨力轻微依赖于信号强度和谱线构成。这种情况下半高宽的测量可能略受所用样品的影响。

A.7 例子

图 A.1 和图 A.2 分别是在 10 eV 通道宽度下,测定的⁵⁵Fe 源锰谱线和 10 kV 加速电压 5 eV 通道宽度,TOA(检出角)=30°时,所测到的聚四氟乙烯(PTFE)谱线及计算的峰半高宽值。

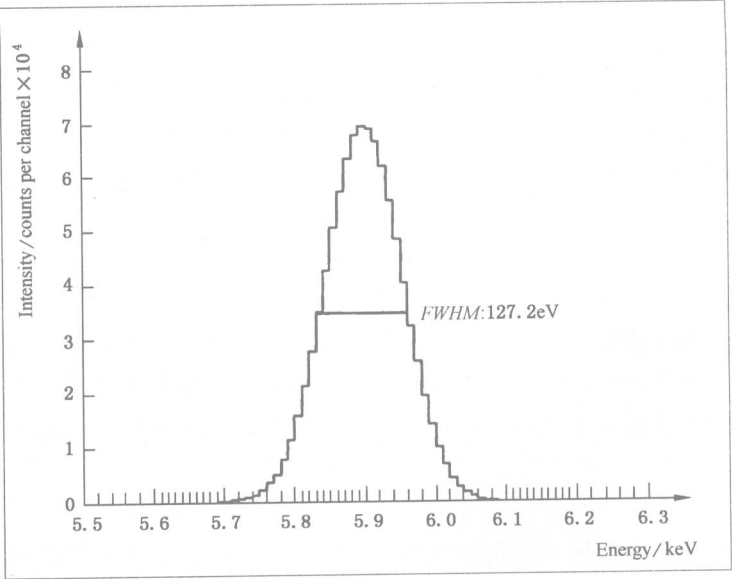


图 A.1 ⁵⁵Fe 源发射的 Mn-Kα 谱线及计算峰半高宽

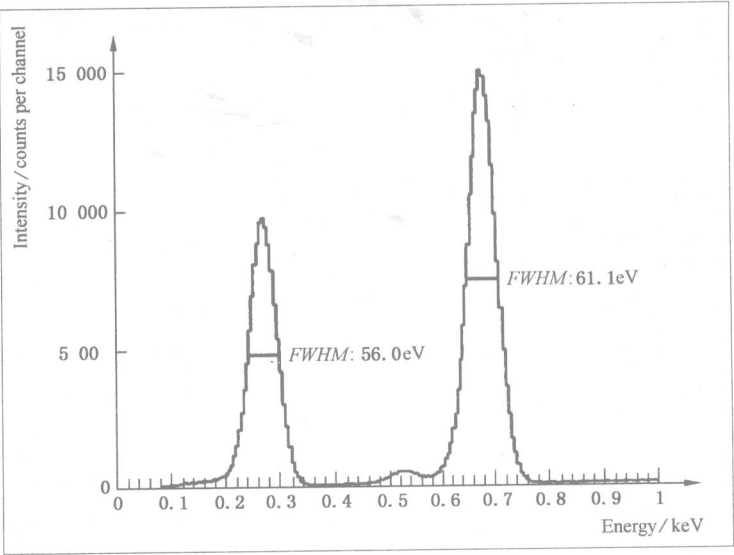


图 A.2 聚四氟乙烯样品的 10 keV 谱线及 C 和 F 的 K 线计算峰半高宽

附录 B
(规范性附录)

能量与仪器检测效率相关性指标 L/K 比值的确定

B.1 样品

使用抛光、平整、洁净的镍或铜样品。

B.2 测量条件

- 加速电压为 20 kV。
- 将样品安装在与入射电子束垂直的位置。
- 峰计数强度应超过 10 000。

B.3 L/K 比的计算

计算 L/K 比应采用如下方法：按附录 A 描述的线性本底扣除方法，确定 $K\alpha$ 峰和 L 线系的净峰面积，面积比即为 L/K 比。最后结果应采用至少 5 次测量结果的平均值。

B.4 TOA (检出角) $\neq 35^\circ$ 时 L/K 比的转换

许多扫描电镜的 X 射线检出角不等于 35° ，这时 L/K 比应采用电子探针定量分析的吸收修正方法转换为 35° 时的值。图 B.1 和图 B.2 是这种转化的诺模图(Nomogram)。诺模图来源于 Pouchou 和 Pichoir 的 XPP 吸收校正模型及其质量吸收系数(MACs)^[6]。

如果差别在误差范围内，其他吸收校正方法也可以采用。

注：在操作过程中，重要的是要保持样品表面平和检出角角度正确。如果样品表面倾斜几度，就会等量改变检出角值。此外，镍和铜 L 线的吸收系数有些不确定，当检出角与 35° 相差较大时就会使诺模图可靠性降低。

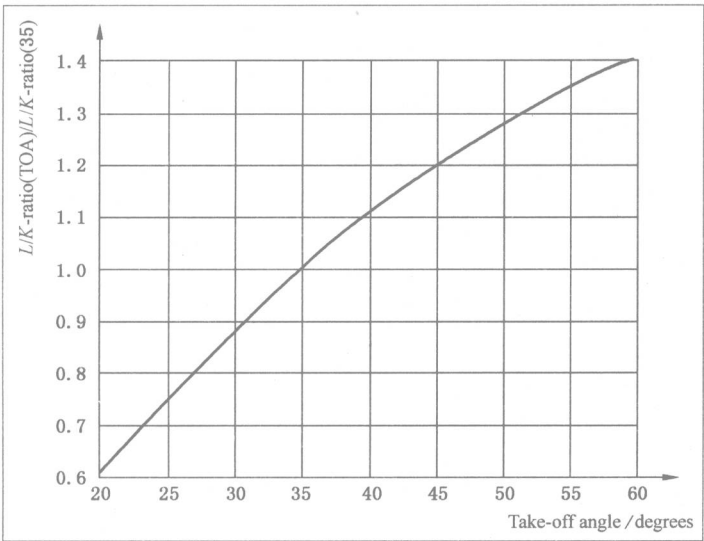


图 B.1 Ni 转换为检出角 = 35° 的诺模图

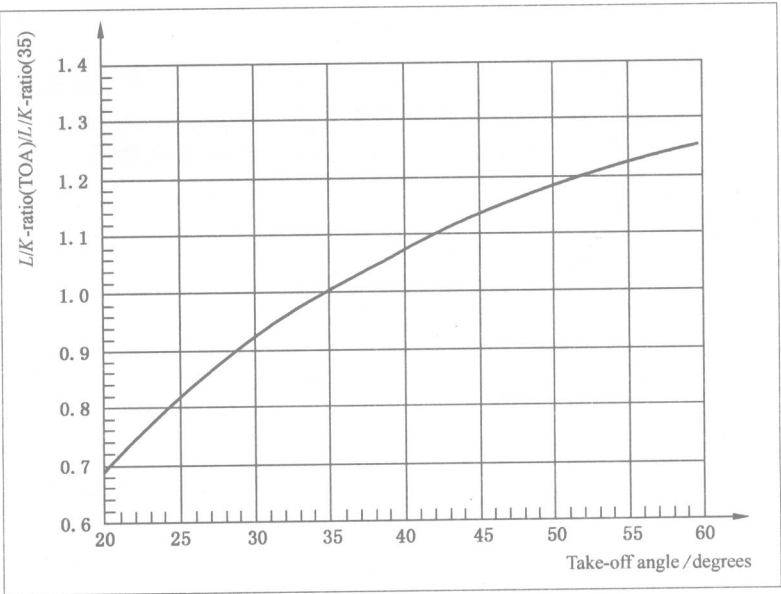


图 B.2 Cu 转换为检出角 = 35° 的诺模图

参 考 文 献

- [1] ISO/IEC 17025 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.
 - [2] ISO 18115 Surface chemical analysis — Vocabulary.
 - [3] IEC 60759 Standard test procedures for semiconductor X-ray energy spectrometers.
 - [4] ANSI/IEEE 759 Test Procedures for Semiconductor X-Ray Energy Spectrometers.
 - [5] ASTM E1508 Standard Guide for Quantitative Analysis by Energy—Dispersive Spectroscopy.
 - [6] Pouchou, J. L. and Pichoir, F, in K. F. J. Heinrich and D. E. Newbury (eds.) Electron Probe Quantitation, New York 1991, pp. 31-75.
-