

无窗 X 射线能谱在荧光样品与金属锂成分分析中的优势与经验摸索

万 鹏¹, 蔡 蕊¹, 李 勇², 孟祥玉², 周雨萌¹, 高晓霞¹, 徐 强¹, 闫 肃¹

(1. 大连理工大学 分析测试中心, 辽宁 大连 116024; 2. 大连理工大学 化工学院, 辽宁 大连 116024)

摘要: 用扫描电子显微镜搭载的有窗 X 射线能谱仪(EDS 能谱)对荧光样品进行分析时, 由于电子束的激发作用, 样品受激自发产生的荧光将严重干扰 EDS 能谱探头对特征 X 射线的分析, 最终导致定量困难甚至难以定性。新型无窗 EDS 能谱由于其优异的低能量端信号采集与分析能力, 结合单颗粒小区域采集的方法, 可以成功实现荧光样品的正常 EDS 能谱分析。由于无窗 EDS 能谱仪没有传统薄膜窗口的吸收作用, 其最低可分析元素为锂。通过优化加速电压, 并借助样品表面钝化膜的保护作用, 克服了背景噪音与样品污染的干扰, 成功实现对单质锂的检测。

关键词: X 射线能谱分析; 无窗 EDS 能谱仪; 荧光粉; 金属锂

中图分类号: O657. 62

文献标志码: B

文章编号: 1006-3757(2023)03-0313-08

DOI: 10.16495/j.1006-3757.2023.03.011

Advantage and Experience of Windowless X-ray Energy Dispersive Spectroscopy at Composition Analysis of Fluorescent Sample and Lithium Metal

WAN Peng¹, CAI Rui¹, LI Yong², MENG Xiangyu², ZHOU Yumeng¹, GAO Xiaoxia¹, XU Qiang¹, YAN Su¹

(1. Instrumental Analysis Center, Dalian University of Technology, Dalian 116024, Liaoning China; 2. School of Chemical Engineering, Dalian University of Technology, Dalian 116024, Liaoning China)

Abstract: When the fluorescent samples were analyzed using a windowed X-ray energy dispersive spectrometer (EDS) equipped with a scanning electron microscope, due to the excitation of the electron beam, the stimulated fluorescence by sample stimulation will seriously interfere with the analysis of the characteristic X-rays by the EDS energy spectroscopy probe, which leads to qualitative and quantitative difficulties. The new windowless EDS combined with the method of single particle small region acquisition can successfully achieve normal EDS spectral analysis of fluorescent samples because of its excellent low-energy-end signal acquisition and analysis capability. Without the adsorption of the traditional ultra-thin window, the windowless EDS can analyze lithium metal. By optimizing the accelerating voltage and the protective effect of the passivation film on the sample surface, the interference of background noise and sample contamination were overcome, and the detection of elemental lithium was successfully realized.

Key words: EDS; windowless EDS; fluorescent samples; lithium metal

X 射线能谱(X-ray energy dispersive spectroscopy, 以下简称 EDS 能谱)分析是一种无损、高效的元素定性和半定量分析方法, 搭载在扫描电子显微镜和

透射电子显微镜上, 可实现方便可靠、快速的微区成分分析, 广泛应用于材料科学、冶金、地矿、生物和半导体工业等领域^[1-7]。近年来, EDS 能谱仪及其

收稿日期: 2023-05-26; 修订日期: 2023-07-14.

作者简介: 万鹏(1981-), 女, 博士, 主要从事电子显微分析, E-mail: pengwan@dlut.edu.cn.

分析方法发展迅速,在能量分辨率、检测限和定量分析准确度上均有大幅提升^[8-12]。但在实际分析测试工作中,经常会遇到一些特殊样品,若采用一般的采集条件或分析方法,可能得到不理想甚至错误的测试结果,这就需要分析测试人员具备相当的理论知识和实践经验^[9,13]。无窗 EDS 能谱是近年来 EDS 能谱技术发展的一个重要突破。通过取消薄膜和支撑网等外部窗口,显著提高了 X 射线信号的采集效率,尤其是低能量端信号的采集,使其适合于低电压下高空间分辨率的 EDS 能谱分析^[8,14-16]。

EDS 能谱的探头通过接收和分析由电子束激发的样品特征 X 射线信号实现元素定性和定量分析,因此对于同为光子信号的红外光和可见光的干扰十分敏感,若样品自身在电子束激发下会产生光子,如荧光样品,其产生的荧光信号将对 EDS 能谱探头形成严重干扰。稀土掺杂的钇铝石榴石(yttrium aluminum garnet, YAG)荧光粉和氮化物荧光粉具有很高的发光效率,被广泛应用于白光 LED^[17-18]。当用 EDS 能谱对其成分进行分析时,若采用一般通用的采集条件,会出现噪音峰偏高,死时间过长,低能量端背景噪音过大等问题,严重时无法实现元素的定性和定量分析。对于传统有窗 EDS 能谱,通过对信号采集区域大小和电子束参数进行合理调整,可有效降低样品荧光的干扰。而利用无窗 EDS 能谱,借助其优异的低能量端信号采集和分析能力,可成功实现荧光粉的无干扰正常 EDS 能谱分析。

众所周知,由于 EDS 能谱窗口的吸收作用,有窗 EDS 能谱检测元素的下限是铍(Be)元素,近年来无窗 EDS 能谱的出现,使得金属锂的检出成为可能^[14]。但由于单质锂极其活泼容易被氧化,且只有一个价电子可以跃迁形成能量仅为 0.056 keV 的特征 X 射线峰,信号十分微弱,因此锂单质的检测即使对于无窗 EDS 能谱而言也颇具挑战。大连理工大学分析测试中心自引进了牛津公司最新的无窗 EDS 能谱仪 Ultim Extreme(搭载在日本电子 7900F 超高分辨场发射扫描电子显微镜上)后,对锂单质检测做了一些初步探索工作,在样品制备、工作电压以及测试区域选择上取得了一些有用的经验,与同行分享。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

扫描电子显微镜(SEM)与 EDS: 搭载 OXFORD

公司有窗 EDS 能谱仪 Ultim MAX-40 的 Hitachi SU5000 场发射扫描电子显微镜; 搭载 OXFORD 公司无窗 EDS 能谱仪 Ultim Extreme 的 JEOL 7900F 超高分辨场发射扫描电子显微镜。

对 2 种稀土掺杂荧光粉进行测试。铈掺杂钇铝石榴石荧光粉($\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}$, 深圳市展望隆科技有限公司), 发射光谱峰值波长为 540 nm; 铈掺杂氮化物荧光粉($\text{SrAlSiN}_3:\text{Eu}$, 深圳市展望隆科技有限公司), 发射光谱峰值波长为 615 nm。锂片和锂柱均购自天津中能锂业, 放置于手套箱内妥善保管。

1.2 EDS 能谱测试方法及条件

1.2.1 有窗和无窗 EDS 能谱检测荧光粉的方法和条件

分别采用 OXFORD 公司的有窗 EDS 能谱仪 Ultim MAX-40 和无窗 EDS 能谱仪 Ultim Extreme 对 2 种荧光粉进行测试, Ultim MAX-40 的工作距离为 10 mm, Ultim Extreme 的工作距离为 7 mm, 电子束加速电压分别为 5、10、15 kV。

1.2.2 无窗 EDS 能谱检测金属锂的方法及条件

采用无窗 EDS 能谱仪 Ultim Extreme 对金属锂进行分析。提前在手套箱内将样品粘贴在电子显微镜样品台上, 样品台从手套箱中取出后, 采用三层自封袋充氦气保护。锂片样品表面用手术刀片划刻数道深槽或斜削去一部分表面, 用于暴露出内部新鲜的样品。或直接将锂片裁切成合适尺寸粘贴在样品台上, 不做表面干预。锂柱样品直接用手术刀片切割下约 1 mm 厚的锂片进行分析。将已固定好的样品台从自封袋中取出后迅速转移至电子显微镜样品交换室内并抽真空。EDS 能谱分析的工作距离为 7 mm, 电子束加速电压分别为 1、3、5、10 kV。

2 结果与讨论

2.1 有窗和无窗 EDS 能谱分析荧光粉的方法优化

2.1.1 样品荧光对 EDS 能谱分析的干扰

峰值波长为 540 nm[黄色荧光, 荧光发射光谱如图 1(a-1)所示]的铈掺杂钇铝石榴石荧光粉和峰值波长为 615 nm[红色荧光, 荧光发射光谱如图 1(b-1)所示]的铈掺杂氮化物荧光粉的 EDS 能谱分析结果存在明显异常, 如图 1(a)(b)所示。在较高加速电压(如 15 kV)条件下, 其谱峰明显变宽, 峰位置发生严重偏移, 在低能量端形成了一片又高又宽的峰包, 甚至出现了图 1(b)中的周期性异常峰包,

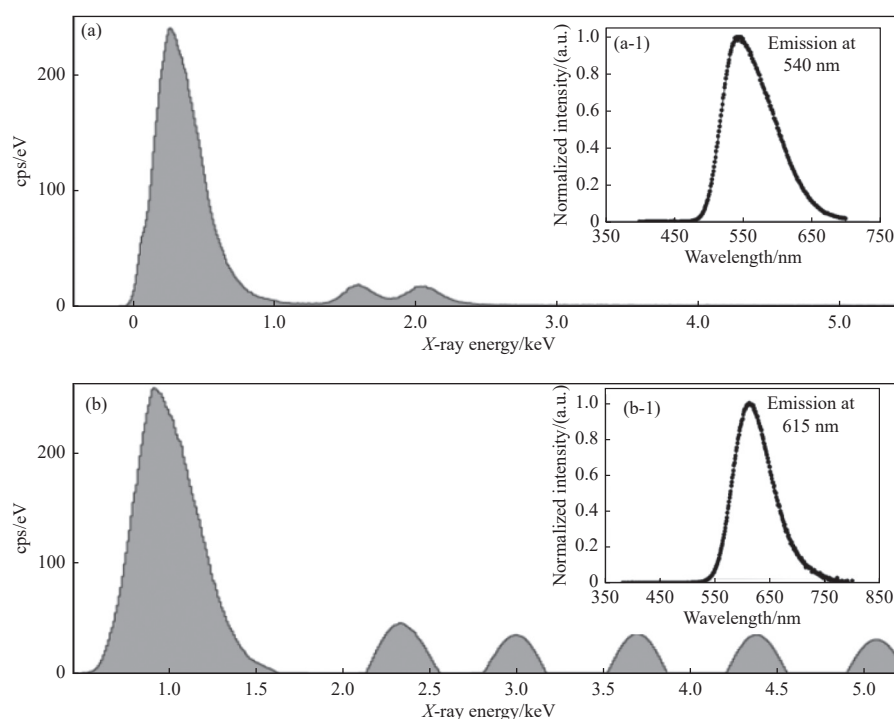


图1 有窗 EDS 能谱在 15 kV 加速电压下分析两种荧光粉得到的异常 EDS 能谱图
(a) 铈掺杂钇铝石榴石荧光粉的 EDS 能谱图, (a-1) 为其荧光发射光谱图, (b) 铈掺杂氮化物荧光粉的 EDS 能谱图, (b-1) 为其荧光发射光谱图

Fig. 1 Abnormal EDS spectra of two fluorescent powder samples obtained by windowed EDS at 15 kV

(a) EDS spectrum of $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}$, (a-1) fluorescence spectrum of $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}$, (b) EDS spectrum of $\text{SrAlSiN}_3:\text{Eu}$, (b-1) fluorescence spectrum of $\text{SrAlSiN}_3:\text{Eu}$

导致分析软件无法进行元素自动识别, 样品定性分析难以实现. 初步分析认为是因为样品自身在高能量的电子束辐照下产生了强烈的荧光, 该荧光信号被 EDS 能谱探头接收, 影响了同样是光子信号的特征 X 射线的数据采集与分析, 导致 EDS 能谱图背景噪音干扰严重, 进而产生上述现象. 由此可见, 如何降低荧光信号的干扰是解决这一问题的关键.

2.1.2 有窗 EDS 能谱对荧光粉分析的方法优化

按照上述思路, 拟通过降低电子束加速电压、减少样品激发区域面积等手段来降低样品荧光对 EDS 能谱分析的干扰. 以铈掺杂钇铝石榴石荧光粉为例, 当电子束扫描区域较大 ($130\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$) 时, 如图 2(a-1) 所示, 在较大的加速电压 (如 15 kV) 下, 其在 0~1 keV 能量范围内存在严重的干扰噪音宽峰包. 当利用 Aztec 软件分析谱图时, 由于该峰包的存在以及严重的谱峰偏移, 软件无法准确完成元素成分定性, 自动标峰给出了 Mn、Yb 等完全错误的分析. 当降低电子束加速电压至 10、5 kV 时, 从图 2(b-1)(c-1) 中可以看到, 低能量端的宽峰包明显

变窄, 表明荧光干扰有所缓解. 加速电压为 10 kV 时软件能标出 Y 元素的存在, 加速电压为 5 kV 时就可以较好地完成定性分析. 这是因为高加速电压不仅导致更深的样品穿透深度, 也对应着更大的电子束束流和样品激发区域, 进而使样品受激产生更多荧光干扰信号.

为进一步减小荧光干扰, 将电子束扫描范围缩小至单个粉末颗粒, 发现荧光干扰得到明显抑制. 如图 2(a-2)~(c-2) 所示, 噪音宽峰包基本消失, 仅存在较高的用于标定的噪音峰 (即零峰), 且峰形有明显改善, 高、低加速电压下均可得到较好的定性分析结果. 这是由于荧光信号的衰减和消失存在延时, 当电子束在较大范围内快速、反复扫描时, 整个扫描区域一直处于较强烈的激发-发射状态, EDS 能谱探头始终接收大量的荧光干扰信号. 单颗粒采集可有效降低荧光信号的产生, 使样品信号不会受到其周围样品荧光的影响. 表 1 给出了图 2 中各采集条件下所得谱图的定量分析结果, 可以看到除 15 kV 大区域采集由于定性失败而无法给出定量分析结

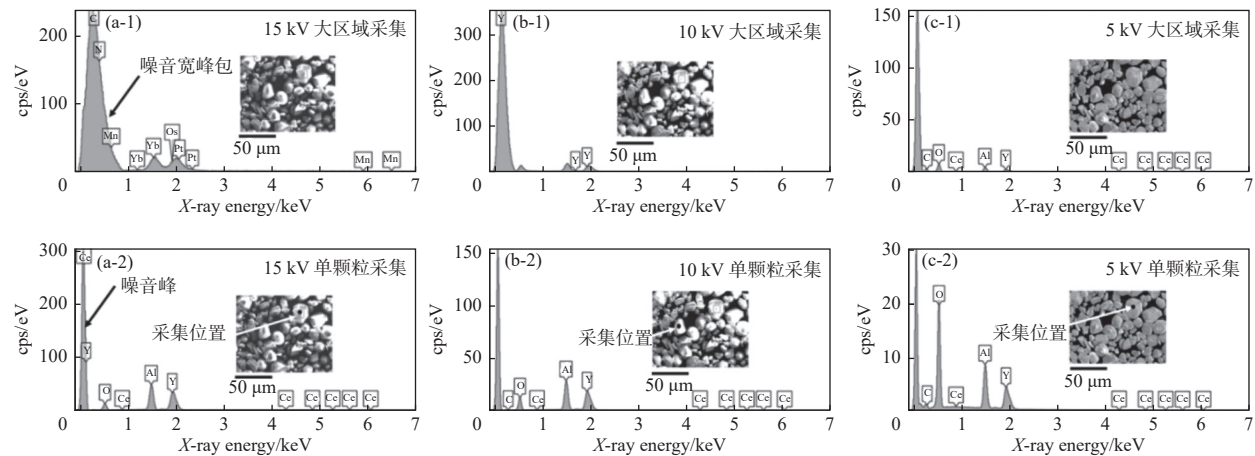


图 2 电子束加速电压和采集区域大小对铈掺杂钇铝石榴石荧光粉 EDS 能谱分析的影响
(a-1)~(c-1) 分别为大区域采集下电子束加速电压为 15、10 和 5 kV 时的 EDS 能谱图, (a-2)~(c-2) 分别为单颗粒采集下电子束加速电压为 15、10 和 5 kV 时的 EDS 能谱图

Fig. 2 Effect of accelerating voltages and scanning areas on EDS spectra of $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}$
(a-1)~(c-1) accelerating voltages of 15, 10 and 5 kV, respectively, focused on large scanning area, (a-2)~(c-2) accelerating voltages of 15, 10 and 5 kV, respectively, focused on single particle

表 1 有窗 EDS 能谱在不同电子束加速电压下对铈掺杂钇铝石榴石荧光粉的定量分析结果
Table 1 Compositional analysis of $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}$ by windowed EDS under different accelerating voltages

	Y重量分数	Al重量分数	O重量分数	Ce重量分数	Y : Al : O原子比 (理论值1 : 1.67 : 4)
15 kV大区域	Null	Null	Null	Null	Null
10 kV大区域	100	0	0	0	Null
5 kV大区域	51.0	22.0	24.0	2.9	1 : 1.42 : 2.64
15 kV单颗粒	51.0	24.1	23.1	1.0	1 : 1.55 : 1.78
10 kV单颗粒	48.0	23.1	27.4	1.5	1 : 1.52 : 1.64
5 kV单颗粒	48.3	21.3	28.9	1.5	1 : 1.44 : 3.30

果外,5 kV 下的定量结果,尤其是单颗粒采集所得结果与样品实际情况的偏离最小.综上所述,对于传统有窗 EDS 能谱,降低加速电压、缩小采集区域可以有效降低样品荧光的干扰,获得更接近真实情况的定性定量分析结果.

2.1.3 无窗 EDS 能谱对荧光样品分析的优势

虽然降低电子束电压、缩小样品采集区域可以有效降低荧光信号的干扰,如图 2(a-2)~(c-2)所示,谱图已有明显改善,但传统有窗 EDS 能谱采集的谱图仍存在噪音峰过高,样品特征 X 射线信号较弱的问题.表现为噪音峰的峰高远高于样品的信号峰,这也是信号和谱图异常的一种表现.

若采用无窗 EDS 能谱进行分析,借助其优异的信号接收能力,尤其是低能量端信号的接收和处理

能力,荧光干扰可以得到进一步抑制.如图 3(a)(b)所示,对于两种稀土掺杂的荧光粉,即使在较高加速电压下(15 kV),在单颗粒采集时得到的谱图中,原本在有窗 EDS 能谱分析中出现的较高噪音峰(零峰,如图 2 所示)此时已经回落至正常范围,样品的信号峰则显著增强,远高于噪音峰(零峰),表示荧光干扰现象已基本消失,谱图恢复正常.图 3 中谱图所对应的定量分析结果如表 2 所列,其中铈掺杂钇铝石榴石荧光粉的定量分析结果 Y : Al : O 的原子比为 1 : 1.8 : 4.8,与样品理论原子比有一定偏差,主要表现为氧含量偏高,这主要是因为 EDS 能谱对原子序数为 10 以下的轻元素的定量分析存在较大误差,定量困难所致.铈掺杂氮化物荧光粉的定量分析结果 Al : Si : Sr : N 原子比为 1 : 1 : 0.8 : 2.9,

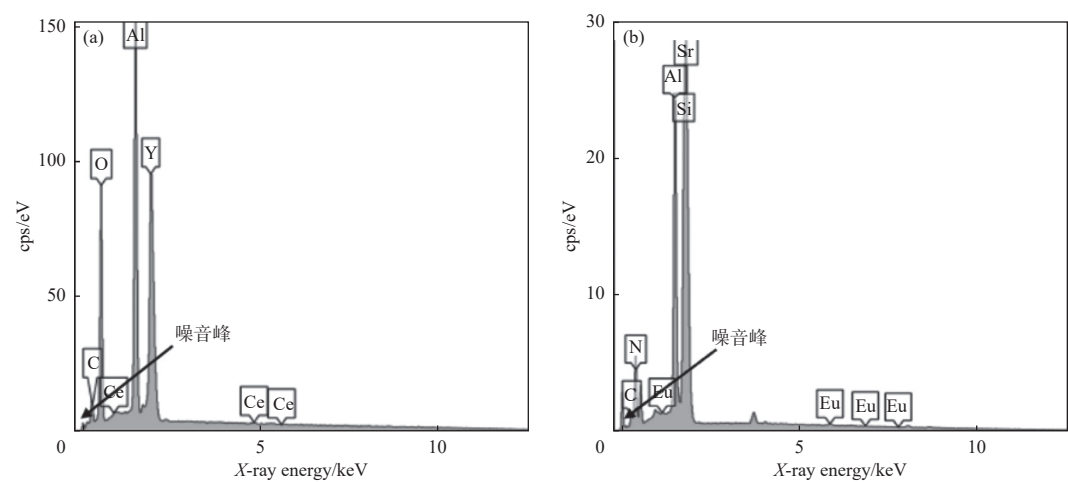


图 3 利用无窗 EDS 能谱得到的无荧光干扰 EDS 能谱图
(a) 铈掺杂钇铝石榴石荧光粉, (b) 铈掺杂氮化物荧光粉

Fig. 3 EDS spectra without fluorescence interference of (a) Y₃Al₅O₁₂:Ce and (b) SrAlSiN₃:Eu by windowless EDS

与样品实际组分较接近,但其中 Sr 的含量偏低,这主要是因为 Si 与 Sr 的谱峰存在较严重重叠,导致分峰和定量可能存在一定偏差.综上所述,利用无窗 EDS 能谱可以解决荧光样品 EDS 能谱测试困难的问题,且在较大加速电压下仍能得到较理想的定性定量分析结果.

表 2 铈掺杂钇铝石榴石荧光粉和铈掺杂氮化物荧光粉的无窗 EDS 能谱定量分析结果

Table 2 Compositional analysis of Y₃Al₅O₁₂:Ce and SrAlSiN₃:Eu analyzed by windowless EDS

物质	元素	质量 分数	原子 百分比
Y ₃ Al ₅ O ₁₂ :Ce(Y:Al:O原子比 论值为1:1.67:4)	Y	41	13.1
	Al	22.5	23.6
	O	35.6	63.1
	Ce	0.9	0.2
SrAlSiN ₃ :Eu(Sr:Al:Si:N原子 比理论值为1:1:1:3)	N	23.7	50.1
	Al	16	17.5
	Si	16.9	17.8
	Sr	42.1	14.3
	Eu	1.3	0.3

2.2 无窗 EDS 能谱分析金属锂

2.2.1 样品制备对锂单质分析的影响

由于金属锂十分活泼,使得其非常容易失去价电子而无法通过核外跃迁产生特征 X 射线,因此即使无窗 EDS 能谱可以检测金属锂,在实际测试中依

然十分困难. 锂片在出厂时表面有一层钝化膜,在一般的认知中,为避免钝化膜或表面可能存在的氧化层的干扰,在测试前应该在锂表面切削或刻划出新鲜的表面,但试验证明这些新鲜锂表面过于活泼,在空气中暴露数秒即会被氧化,如果不借助真空或惰性气氛转移装置,该新鲜表面在扫描电子显微镜进样的过程中就会被反应殆尽. 试验结果显示,通过在锂片表面划刻或从锂柱上切削得到的新鲜金属锂表面,都难以在 EDS 能谱下检测到锂的信号,如图 4(a)所示,分析结果氧含量高达百分之八十以上. 反之钝化膜的存在可以对金属锂起一定保护作用,避免锂发生严重氧化,且由于 EDS 能谱的信号产生深度为几至十几微米,甚至更深,所以钝化膜下面的单质锂的信号也可以被检测到,最终使得锂峰的检测成为可能,得到如图 4(d)中标识出的锂峰. 需要注意的是,如果样品在手套箱中存放时间过长,或者受手套箱中其他试剂污染,锂片表面会形成较厚的污染层或化合层,使得 EDS 能谱中碳峰偏高,锂峰也难以被检测到.

2.2.2 如何使锂更好地出峰

锂仅有一个电子可以通过核外电子跃迁产生特征 X 射线,其量子产率非常低,导致锂峰信号微弱,容易被淹没在低能量端的背景噪音中,因此即使样品表面存在可分析的金属锂,如何选择合适的 EDS 能谱分析工作条件,使得锂能更好地出峰,是成功检测锂的关键. 其基本思路是降低锂峰附近的背底噪音,提高信噪比,使锂的质量相对标准偏差

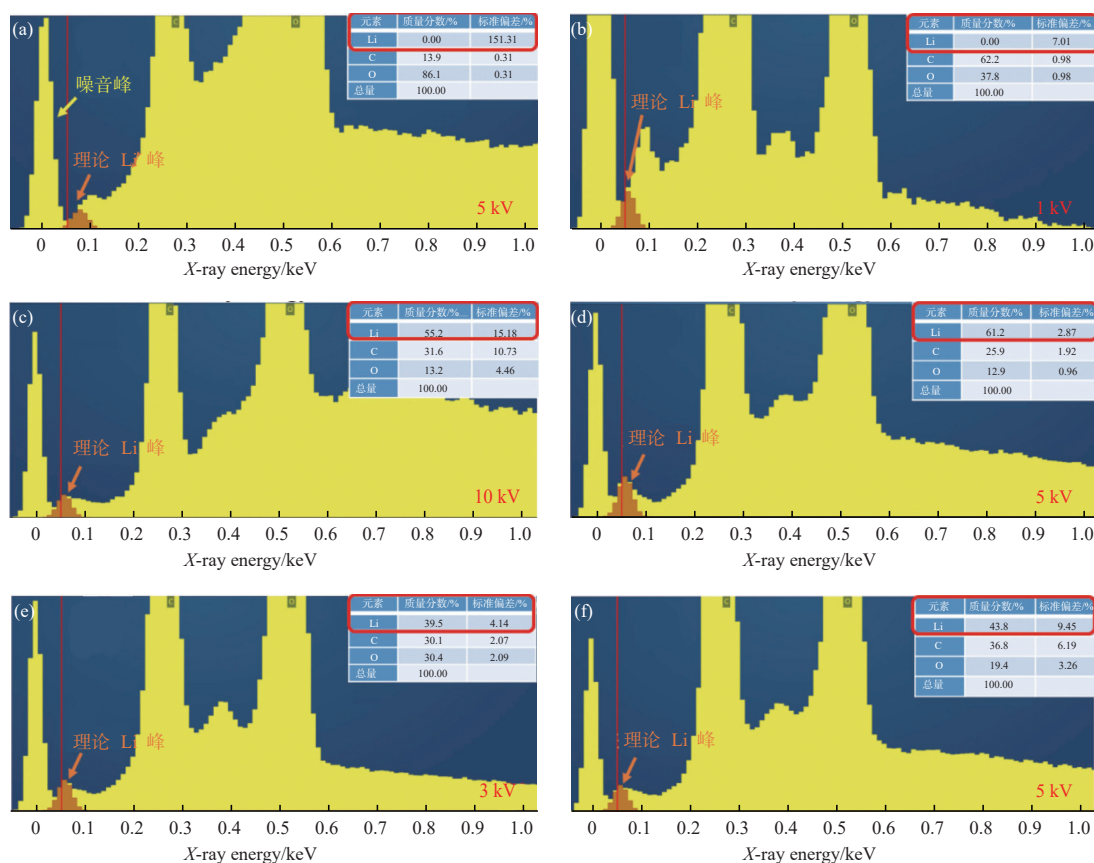


图 4 不同条件下锂峰的出峰与峰形

(a) 电子束加速电压为 5 kV 时样品表面氧化严重, 电子束加速电压为 (b) 1 kV, (c) 10 kV, (d) 5 kV 时受表面钝化膜保护的样品, 电子束加速电压为 (e) 3 kV, (f) 5 kV 时样品表面经过长时间电子束辐照

Fig. 4 Emergence and shape of peaks of lithium under different conditions

(a) severely oxidized samples of surfaces under 5 kV, samples protected by passivation films under (b) 1 kV, (c) 10 kV, (d) 5 kV, sample areas of surfaces under repeated radiation by electron beam under (e) 3 kV, (f) 5 kV

尽可能小, 峰形更高、更窄, 最终成功实现金属锂的定性分析。

在电子束加速电压的选择上, 由于锂峰能量很低(仅有 0.054 keV), 理论上应选择较小的加速电压避免激发时过压比太大。但由于表面钝化膜的存在, 若选择较小的加速电压(如 1 kV), 由于电子束穿透深度较小, 样品内部的锂信号容易被表面钝化膜吸收, 导致锂难以出峰, 分析结果中碳和氧的信号占据主导, 如图 4(b)所示。需要指出的是, 在图 4(b)中, 0.1 keV 附近处存在一个明显的峰包, 该能量的特征 X 射线峰理应对应的是 Be 元素。考虑到该样品并不含有 Be 元素, 且该峰在其他锂片样品的谱图中也有出现, 同时峰位置在一定范围内有所变化, 因此认为该峰由样品的韧致辐射背底所致。若采用较大加速电压(如 10 kV), 则会导致锂峰附近的韧

致辐射背底噪音偏大, 使锂峰即使初现端倪, 但存在峰形拖尾、标准偏差过大等问题, 如图 4(c)所示。当加速电压为 5 kV 时, 如图 4(d)所示, 在锂的理论出峰位置可以看到峰形较好且明显的锂峰, 分析结果中锂的标准偏差明显下降, 表明出峰理想。当加速电压为 3 kV 时, 锂峰会在一定程度上受样品表面杂质层的影响, 信号偏弱, 出峰稍逊于 5 kV, 如图 4(e)所示。

笔者还发现了一个有趣的现象, 即电子束的反复辐照也可能是造成谱图背底噪音较大的原因之一。若用首次辐照和反复辐照的测试方法加以研究, 可发现在相同加速电压(如 5 kV)下, 首次辐照采集的区域, 其所得谱图可以得到较理想的锂峰以及较小的标准偏差, 如图 4(d)所示。而对一个区域进行反复电子束辐照, 如持续辐照 2 min 后再采集数据,

锂峰会明显变宽,标准偏差变大,出峰不理想,如图4(f)所示.这可能是由于电子束激发产生的韧致辐射背底存在一定弛豫或延迟效应,经过持续累积,影响后续的谱图采集.经过试验观察,发现背底在经过2~3 min后即可恢复,恢复后所采集数据的背底与新鲜采集区域的基本一致.

3 结论

通过降低电子束加速电压和减小采集区域的面积,可有效降低样品荧光干扰信号对有窗EDS能谱分析的影响.若借助无窗EDS能谱仪,利用其优异的低能量端信号采集和分析能力,最终可成功实现稀土掺杂荧光粉的无干扰EDS能谱测试.虽然利用无窗EDS能谱分析金属锂面临诸多挑战,但借助样品表面钝化膜的保护作用,采用合适的电子束加速电压(如3~5 kV),可有效降低样品表面污染以及低能量端的韧致辐射背底噪音的影响,提高信噪比,最终得到较理想的锂峰,成功实现金属锂的EDS能谱检测.这些分析工作中积累的经验将有助于对特殊样品分析中出现的问题进行判断和解决,也为无窗EDS能谱分析特殊、疑难样品提供成功案例和可借鉴的经验.

致谢:

感谢牛津仪器科技(上海)有限公司的马岚博士和康伟工程师在实验结果讨论中给予的帮助.

参考文献:

- [1] Newbury D E, Ritchie N W M. Performing elemental microanalysis with high accuracy and high precision by scanning electron microscopy/silicon drift detector energy-dispersive X-ray spectrometry (SEM/SDD-EDS)[J]. *Journal of Materials Science*, 2015, 50 (2): 493-518.
- [2] Török S B, Lábár J, Injuk J, et al. X-ray spectrometry[J]. *Analytical Chemistry*, 1996, 68 (12): 467-486.
- [3] 焦汇胜, 李香庭. 扫描电镜能谱仪及波谱仪分析技术[M]. 长春: 东北师范大学出版社, 2011.
- [4] 张大同. 扫描电镜与能谱仪分析技术[M]. 广州: 华南理工大学出版社, 2009.
- [5] Schreiner M, Melcher M, Uhler K. Scanning electron microscopy and energy dispersive analysis: applications in the field of cultural heritage[J]. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 2007, 387 (3): 737-747.
- [6] 王忠. 扫描电子显微镜-能谱分析仪(SEM-EDS)中面扫描法在高分子材料失效分析中的应用[J]. *中国检验检测*, 2022, 30(6): 7-11.
- [7] 赵东升, 郑海鹏, 雷振锋. 扫描电镜与能谱分析在碳酸盐岩储集层中的应用[J]. *电子显微学报*, 2001, 20(4): 389-390. [ZHAO Dongsheng, ZHENG Haipeng, LEI Zhenfeng. Application of scanning electron microscope and spectrum analysis in carbonate rock reservoir[J]. *Journal of Chinese Electron Microscopy Society*, 2001, 20 (4): 389-390.]
- [8] Marks S, Jabar S, West G, et al. High resolution low kV SEM EDS-breaking convention with low working distance EDS[J]. *Microscopy and Microanalysis*, 2020, 26 (S2): 2170-2172.
- [9] Newbury D E, Ritchie N W M. Is scanning electron microscopy/energy dispersive X-ray spectrometry (SEM/EDS) quantitative?[J]. *Scanning*, 2013, 35 (3): 141-168.
- [10] Newbury D E, Ritchie N W M. Electron-excited X-ray microanalysis by energy dispersive spectrometry at 50: analytical accuracy, precision, trace sensitivity, and quantitative compositional mapping[J]. *Microscopy and Microanalysis*, 2019, 25 (5): 1075-1105.
- [11] 蔡志威, 梁键谋, 陈超. 扫描电子显微镜-能谱联用在鉴别药包材上的应用[J]. *分析测试技术与仪器*, 2022, 28(3): 260-266. [CAI Zhiwei, LIANG Jianmou, CHEN Chao. Application of scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy in identification of pharmaceutical packaging materials[J]. *Analysis and Testing Technology and Instruments*, 2022, 28 (3): 260-266.]
- [12] 郑娜, 徐丽, 沈素丹, 等. 扫描电子显微镜和能谱分析高性能热塑性板材[J]. *分析测试技术与仪器*, 2022, 28(3): 254-259. [ZHENG Na, XU Li, SHEN Sudan, et al. Analysis of high-performance thermoplastic plates based on scanning electron microscopy and energy dispersive spectrometry[J]. *Analysis and Testing Technology and Instruments*, 2022, 28 (3): 254-259.]
- [13] 蔡志伟, 任小明, 禹宝军. 难检测样品的能谱分析技术研究[J]. *电子显微学报*, 2021, 40(1): 55-60. [CAI Zhiwei, REN Xiaoming, YU Baojun. Study on the energy spectrum analysis technology of difficult to detect samples[J]. *Journal of Chinese Electron Microscopy Society*, 2021, 40 (1): 55-60.]
- [14] Lin H W, Noguchi H, Uosaki K. Application of windowless energy dispersive spectroscopy to determine

- Li distribution in Li-Si alloys[J]. Applied Physics Letters, 2018, 112 (7): 1-4.
- [15] Marshall A T. The windowless energy dispersive-X-ray detector-prospects for a role in biological X-ray-microanalysis[J]. Scanning Electron Microscopy, 1984: 493-504.
- [16] 高尚, 黄梦诗, 杨振英, 等. 扫描电镜中X射线能谱仪的技术进展[J]. 分析科学学报, 2022, 38(1): 115-121. [GAO Shang, HUANG Mengshi, YANG Zhenying, et al. Technical progress of X-ray energy dispersive spectroscopy in scanning electron microscope[J]. Journal of Analytical Science, 2022, 38 (1): 115-121.]
- [17] 唐靓, 叶慧琪, 肖东. 溶胶-凝胶法制备YAG: Ce, Yb 纳米荧光粉及其发光性质研究[J]. 发光学报, 2018, 39(8): 1051-1058. [TANG Liang, YE Huiqi, XIAO Dong. YAG: Ce, Yb nano-phosphor synthesized by sol-gel method and its luminescence properties[J]. Chinese Journal of Luminescence, 2018, 39 (8): 1051-1058.]
- [18] 林海凤, 王海波, 张瑞西, 等. 白光LED用氮化物及氮氧化物红色荧光粉的研究现状[J]. 材料导报, 2010, 24(21): 10-13. [LIN Haifeng, WANG Haibo, ZHANG Ruixi, et al. Present research situation of the nitride and oxynitride red phosphors for white-LED[J]. Materials Reports, 2010, 24 (21): 10-13.]

声明

本刊许可中国学术期刊(光盘版)等数字化传播的声明

本刊已许可中国学术期刊(光盘版)、超星全文“域出版”期刊、《中文科技期刊数据库》、《中国终身教育学术研究数据库》、《中国科研仪器案例成果数据库》和《万方数据-数字化期刊群》在其系列数据库产品中以数字化方式复制、汇编、发行、信息网络传播本刊全文。该社著作权使用费与本刊稿酬一并支付。作者向本刊提交文章发表的行为即视为同意我社上述声明。

《分析测试技术与仪器》编辑部