

EDS 操作规程

1、 EDS 原理简介 (Energy Dispersive Spectrometer)

- EDS 能谱仪采集信号为：特征 X 射线，其产生区域如图 1 所示。
- 定量分析有效区域尺寸：长宽高均须大于 $1\mu\text{m}$ 。

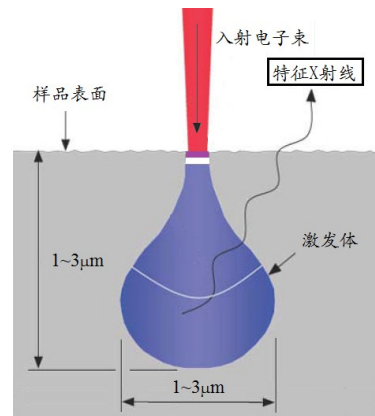









图 1 特征 X 射线产生区域示意图

2、 EDS 测定操作步骤








- ① 调节电压：**EHT=20kV**；
- ② 调节工作距离：图像聚焦清晰后，调整 z 值，使得 **WD=8.5**（点击 camera，在 TV 模式下调整 z 值，保证样品不碰撞物镜末端）；
- ③ 在 EDS 电脑上打开 EDS 操作软件 INCA，可选择：

- 定量测定  **Point & ID**：定量点和定量区域元素分析；
- 面分布  **Mapping**：进行线分布和面分布元素定性分析；

④ 定量分析 Point&ID 测定

- 采集感兴趣区图像  → 采集设置 → 处理时间 —— 选择 5 或 6；
- 采集谱图 → 点分析 、矩形区域分析 。定量分析最优化弹框 → 重试；
- 观察死时间在 30% 左右，满量程 cts > 10000，表明定量分析结果较为准确；
- 谱图采集完成 → 确认元素：左键双击周期表相应元素即可选中或删除该元素；
- 定量分析 → 报告：在模板选框 → 定量分析结果 → 图像/光谱/结果汇总（自选），可在注释框做注释 → 点击 ，导出 word 报告；
- 单图像多区域可多次采集谱图，新图像可回到：样品 → 新建样品 ，重复上述步骤即可；
- 分析结束后，将 word 报告文档另存至 D 盘 → 导师 → 自己的文件夹下即可。

⑤ 面分布 Mapping 测定

- 采集感兴趣区图像  → SmartMap 设置 → 处理时间——选择 1 或 2;
 - SmartMap → 设定区域分析 、全图像分析 、线扫描分析 ，选定后定点击 ，定量分析最优化弹框 → 重试，开始分析;
 - 元素设置：左键双击周期表相应元素即可选中或删除该元素;
 - 元素线扫描/元素面分布图：显示图像及元素分布图。
 - 改变元素面分布图颜色：点击需改变元素分布图，右键菜单 → 对比度 → 图像对比度弹框 → 灰度下拉菜单 → 选择颜色，可调节左侧亮度及对比度，点击确定即可。
 - 分析时间自定，SmartMap → 点击 ，手动停止分析;
 - 元素线扫描/元素面分布图 → 报告：在模板选框 → SmartMap → 面分布图线/扫描 → X 射线面分布图像（自选），可在注释框做注释 → 点击 ，导出 word 报告;
 - 单图像多区域可多次采集谱图，新图像可回到感兴趣区重新采集图像，重复上述步骤即可。分析结束后，将 word 报告文档另存至 D 盘 → 导师 → 自己的文件夹自己的文件夹下即可。
- ⑥ 测定结束后关闭 INCA 软件，可选择不保存项目，或保存项目至 D 盘自己的文件夹下，须使用电镜室配备的 SEM 专用 U 盘或自带光盘拷走数据。
- ⑦ 导出定量分析谱图 txt 格式操作：确认元素 → 谱图上右键单击 → 输出 → EMSA → 保存至 D 盘 → 导师 → 自己的文件夹。