



## XTrace

- 基于SEM的高性能微区荧光光谱仪

## 拓展SEM的分析能力，实现痕量元素分析



XTrace是一款可搭配在任意一台具有倾斜法兰槽SEM上的微焦点X射线源。利用该设备可使SEM具备完整意义上的微区XRF光谱分析能力。对于中等元素至重元素范围内的元素，其检测限提高了20-50倍。此外，因为X射线的信号激发深度深于电子束，利用该设备还可以检测更深层次样品的信息。

XTrace采用了X射线毛细导管技术，利用该技术，即使在非常小的样品区域也能产生很高的荧光强度。X射线毛细导管将X射线源的大部分射线收集，并将其聚焦成一个直径10或35微米的X射线束斑。

利用QUANTAX EDS\*系统的XFlash®系列电制冷能谱探头即可对所产生的X射线荧光光谱进行采集。XFlash®电制冷能谱探头使整个系统具备了非常高的能量分辨率，同时兼具了强大的信号采集能力。比如，利用有效面积30mm<sup>2</sup>的探头在分析金属元素时的输入计数率可达40kcps。

X射线毛细导管技术使荧光强度得到极大的增强，同时，荧光光谱的背底较低，这些都提高了系统对痕量元素的敏感度。相较于电子束激发的信号，其检测限可提高20-50倍。而且，因为X射线源激发信号对于高原子序数元素更有效，所以高原子序数元素检测限可提高至10ppm。

QUANTAX能谱仪系统和微区荧光光谱仪系统可在同一用户界面内结合使用，从而互相补强，实现定量分析结果的最优化。

\*本文中，EDS特指扫描电镜用能谱仪。

# 用户友好型设计

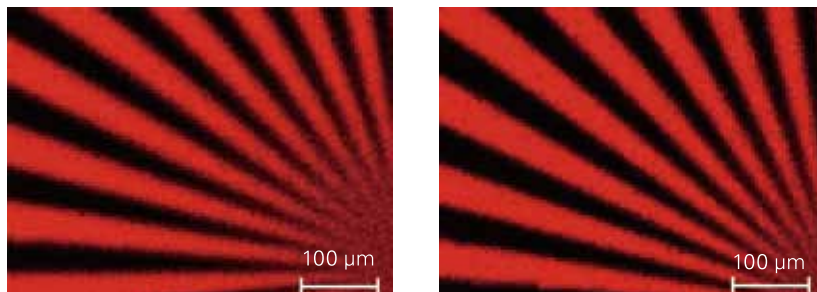
## 聚焦于分析任务, 而非繁琐的系统设置

- 利用ESPRIT HyperMap进行面分布分析的同时采集了所有的元素信息并存储, 便于后续的离线分析。
- 样品可利用EDS系统和micro-XRF系统并行进行分析, 而无需任何的样品移动。
- 两种分析方法无缝整合在同一分析软件 ESPRIT中, 切换分析方法只需轻点鼠标。
- XTrace 不会干扰任何SEM及EDS操作。

## 仅需点滴投入, 即可获得独立微区荧光光谱仪的强大功能

- 分析结果可与独立系统媲美。
- 样品倾斜后可对更大区域进行面分布分析。
- 提供三个初级滤片以压制衍射峰。
- 直接利用扫描电镜的样品台, 无需其它的样品台装置。
- 通过扫描电镜样品台的旋转轻松避免谱图中衍射峰的出现。
- 可倾斜样品以获得最小束斑直径。

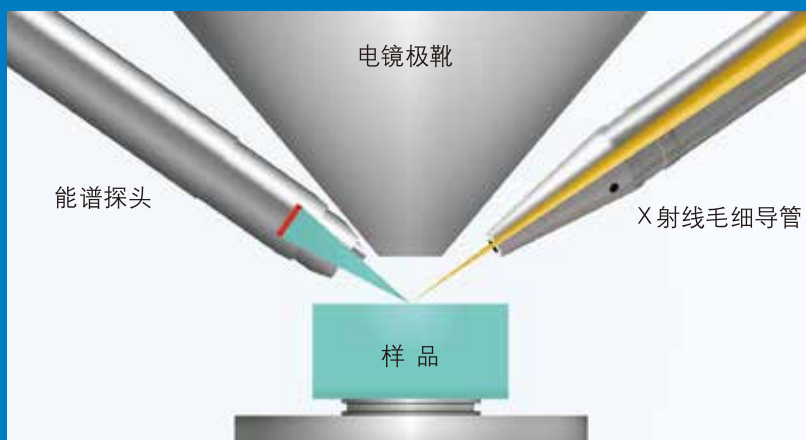
样品倾斜前后分辨率比较



样品: 铬星状线条  
扫描步长: 25 µm  
左图: 样品台未倾斜  
右图: 样品台倾斜30°以朝向X射线源, 显示了更好的空间分辨率。

## 工作原理

X射线毛细导管将X射线源的大部分射线收集并汇聚成微束斑, 然后照射在与扫描电镜观察区域相同的位置, 从而获得良好的空间分辨率及很强的荧光信号。左边的能谱探头及后续的数据处理器等采集、处理并评价样品被辐照后产生的荧光信号, 得出样品的成份信息。



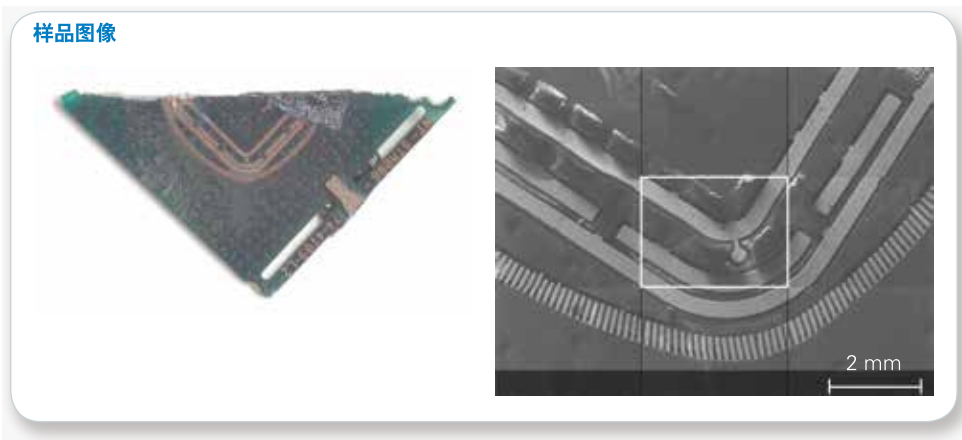
# 应用实例

XTrace极大地扩展了扫描电镜元素分析的灵活性。其应用领域包括元素分析（金属、催化剂等），法医学（涂料、玻璃、枪击残留物等），地质学及其它很多领域。

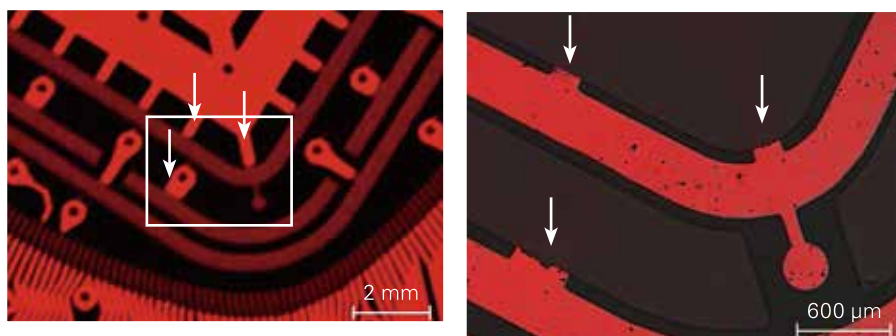
## 多层样品的表征

利用XTrace对多层样品进行分析具有特别的优势。因为多层样品的内部结构比较复杂，仅仅利用能谱仪可能无法观测到其中的部分结构。

样品: PCB多层板  
左图: 光学图像  
右图: 二次电子图像

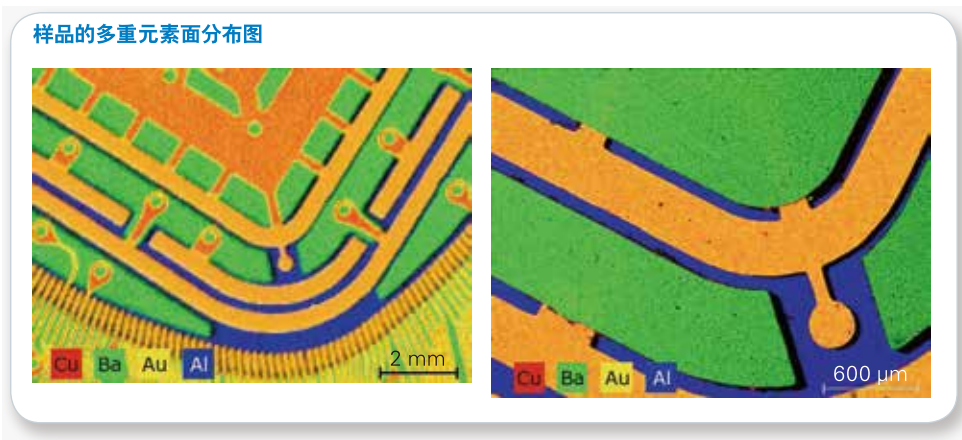


## 铜的单一元素面分布图



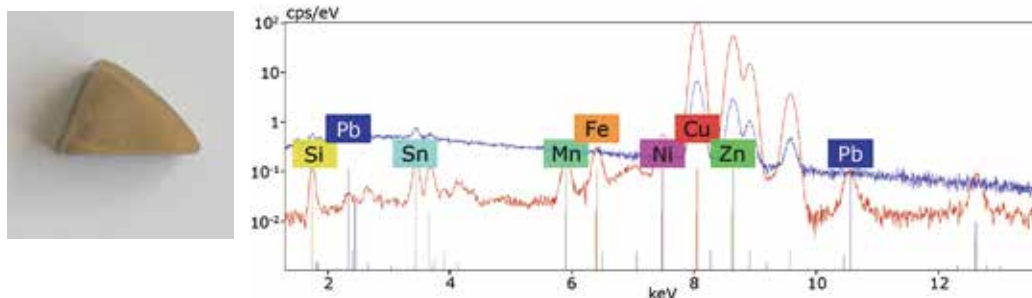
左图: 二次电子图像区域中铜元素的微区荧光光谱面分布图。白色矩形区域为右图能谱仪面分布分析区域。  
右图: 二次电子图像与能谱仪铜元素面分布图叠合图像。白色箭头所指区域为焊点, 其在微区荧光光谱面分布图中可见, 但能谱面分布图中却观察不到这些焊点。出现这种差异的原因在于X射线所激发出信号的深度更深。

Micro-XRF (左) 和EDS (右) 的多重元素面分布图。图中显示了Cu元素、Ba元素、Au元素和Al元素的分布情况。从两图对比可以看出, Au元素存在的位置远比能谱仪元素面分布图中所显示的多。



## ● 穷竭其力, 让扫描电镜能做更多

### 铜合金的图像及谱图



铜合金照片(左)及其XRF谱图和EDS谱图的比较(右)。从红色XRF谱图中可看到该样品中存在很多的痕量元素。从XRF谱图的定量分析结果可知该样品为黄铜(CuZn33)。

### 可靠性更高的金属和合金鉴别

微区XRF的高敏感性使其非常适合于合金,尤其是金属小颗粒,比如发动机磨损产生的碎片等物质的分析及鉴定。

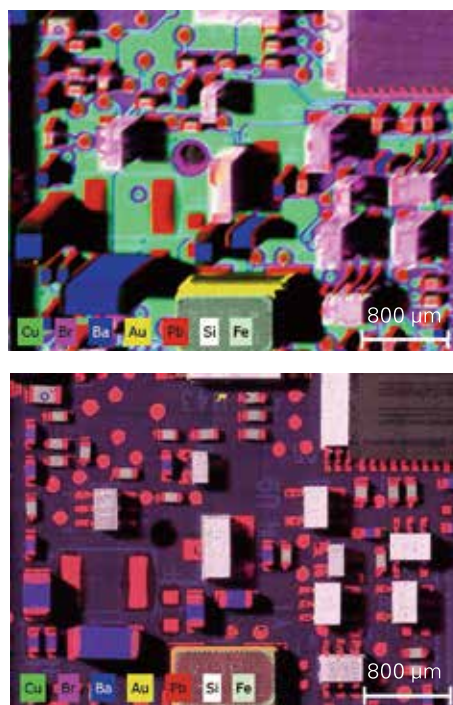
### PCB板元件及电路的分析

利用XRF对于痕量元素的高灵敏度及信号激发深度的长处来分析此类样品具有特别的优势。PCB板可能含有被RoHS指令禁止的有害元素。这些元素可以被微区XRF更可靠地检测出来,特别是RoHS等指令要求设备具有非常低的检测限。

### 聚合物中的金属及有害元素

聚合物通常被工程采用以实现特定的目的。其中就包含了利用金属和矿物作为添加物来实现工程目的。利用XTrace即可探测聚合物中的添加物并表征出其面分布情况。比如, RoHS指令中对玩具类商品的检测。

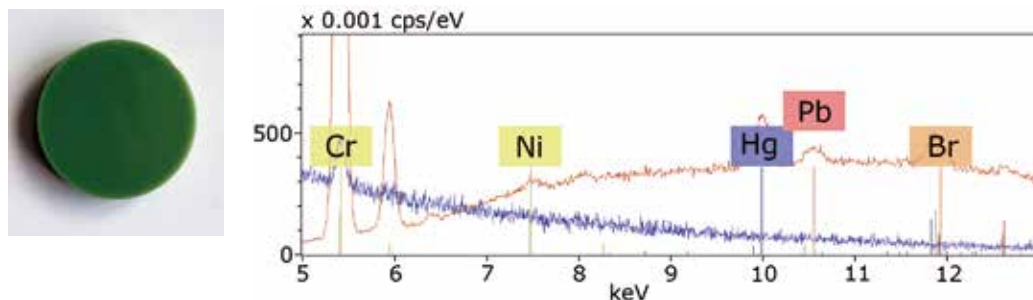
### PCB的微区XRF和EDS面分布分析



对于同一PCB样品区域的微区XRF(上图)和EDS(下图)元素面分布图。两种分析均采用同一颜色标识同一元素。两幅图中可观察到的不同颜色差异来自于X射线对于样品更深的穿透深度。铜元素明显地富集在更深的结构层。微区XRF面分布图中的阴影来自于相对于样品表面倾斜的X射线源与样品表面凹凸不平的形貌特征。阴影效应可通过样品倾斜朝向X射线源以减少影响。

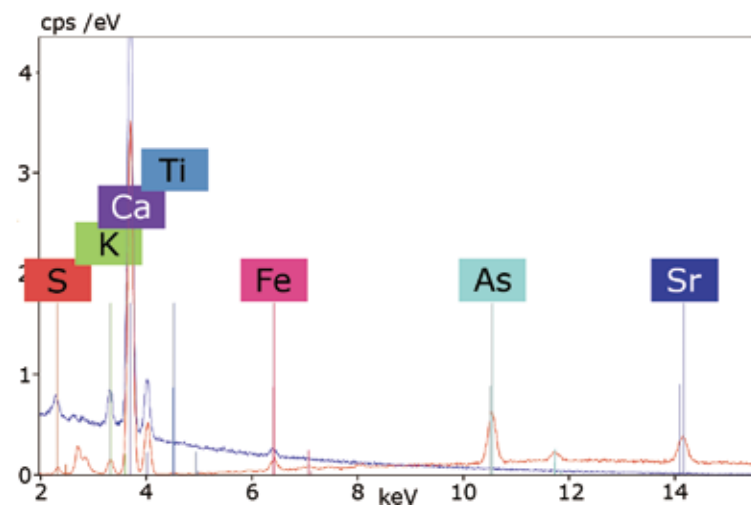
一种用于金属及有害元素检测测试的标准有机物光学图像照片(左)和谱图(右)。微区XRF谱图(红色)显示了Ni、Hg、Pb及Br等痕量元素的存在。而这些元素利用EDS(蓝色)均无法探测出来。两种谱图的采集条件相同,均为输入计数率6 kcps的情况下采集了300秒。

### 聚合物的图像及谱图



# 熟悉的操作界面

标准玻璃样品的Micro-XRF谱图和EDS谱图



NIST 620标准玻璃样品的micro-XRF谱图(红色) 和EDS谱图(蓝色) 比较。Micro-XRF谱图中低能端未标示的谱峰为光管散射峰(铑L线系)。

标准玻璃样品的组合定量结果

Element	At. No.	Line S.	EDS Mass [%] Norm.	XRF Mass [%] Norm.	Comb. Mass [%] Norm.	Certified Val. /M%
Oxygen	8	K-Series	45.71	45.58	46.03	46.82
Sodium	11	K-Series	10.54	10.32	10.61	10.68
Magnesium	12	K-Series	2.32	2.27	2.33	2.22
Aluminium	13	K-Series	1.34	0.89	0.89	0.95
Silicon	14	K-Series	33.94	34.99	34.18	33.70
Sulfur	16	K-Series	0.16	0.12	0.12	0.11
Potassium	19	K-Series	0.37	0.35	0.35	0.34
Calcium	20	K-Series	5.30	5.34	5.34	5.08
Titanium	22	K-Series	0.00	0.01	0.01	0.01
Iron	26	K-Series	0.28	0.03	0.03	0.03
Arsenic	33	K-Series	0.04	0.06	0.06	0.04
Strontium	38	L-Series	0.00	0.04	0.04	-

XRF: Oxygen quantification by stoichiometry

标准玻璃样品定量结果表。分别显示了EDS定量结果,微区XRF定量结果及两种方法的组合结果。最右列为该标准样品各元素的认证含量。

XTrace分析与布鲁克其它微分析设备软件EDS, WDS和EBSD一起集成在ESPRIT软件中。该集成软件为用户提供了独一无二的便利性:

- 所有的分析工具操作均在同一界面下进行
- 不同分析工具间的操作切换只需轻点鼠标
- 对于同一样品位置可实现不同分析方法的直接应用, 无需任何样品移动
- 可将不同分析方法取得的结果轻松整合在一起

对于XTrace用户来说, 另一个特别的优势就是用户可以将EDS和微区XRF的定量分析结果互相结合以得到更可靠的定量分析结果。

## 至强组合- XRF和EDS定量方法结合以得到更准确的结果

ESPRIT对微区XRF谱图进行分析时采用了一种最先进的无标样基础参数法(Fundamental Parameter, FP)以得到准确、可靠的定量分析结果。当然, 还可利用校准标样进行进一步的优化。

利用ESPRIT软件可同时使用微区XRF和EDS的定量结果, 从而使两种分析方法的优势均得以体现。对于轻元素, EDS定量分析结果很可靠; 同时, 微区XRF在分析中等元素或重元素时其检测限低至10ppm。这就意味着利用ESPRIT软件将EDS和微区XRF的定量结果结合以后, 可得到迄今为止所有其它能量色散谱仪从未得到过的精确结果。

## ● 灵活的分析手段

本系统除可利用扫描电镜样品台的移动进行分析 and 线扫描外, 还可进行单幅或多幅XRF面分布分析。面分布数据存储于超级面分布数据库(ESPRIT HyperMap)中, 在该数据库中存储着每个点完整的谱图数据。利用该数据库, 可在任意时间进行任何想要的离线分析。

### 点分析

将鼠标十字光标置于超级面分布图上的任意一点后, 在谱图栏即会出现该点的谱图。这样, 方便用户快速确定目前位置的元素组分情况。

### 线扫描

在超级面分布图上任意选择一条线, 即可得到该条线上的元素分布情况, 可以是定性性质的线扫描分布图, 也可以是定量性质的线扫描分布图。

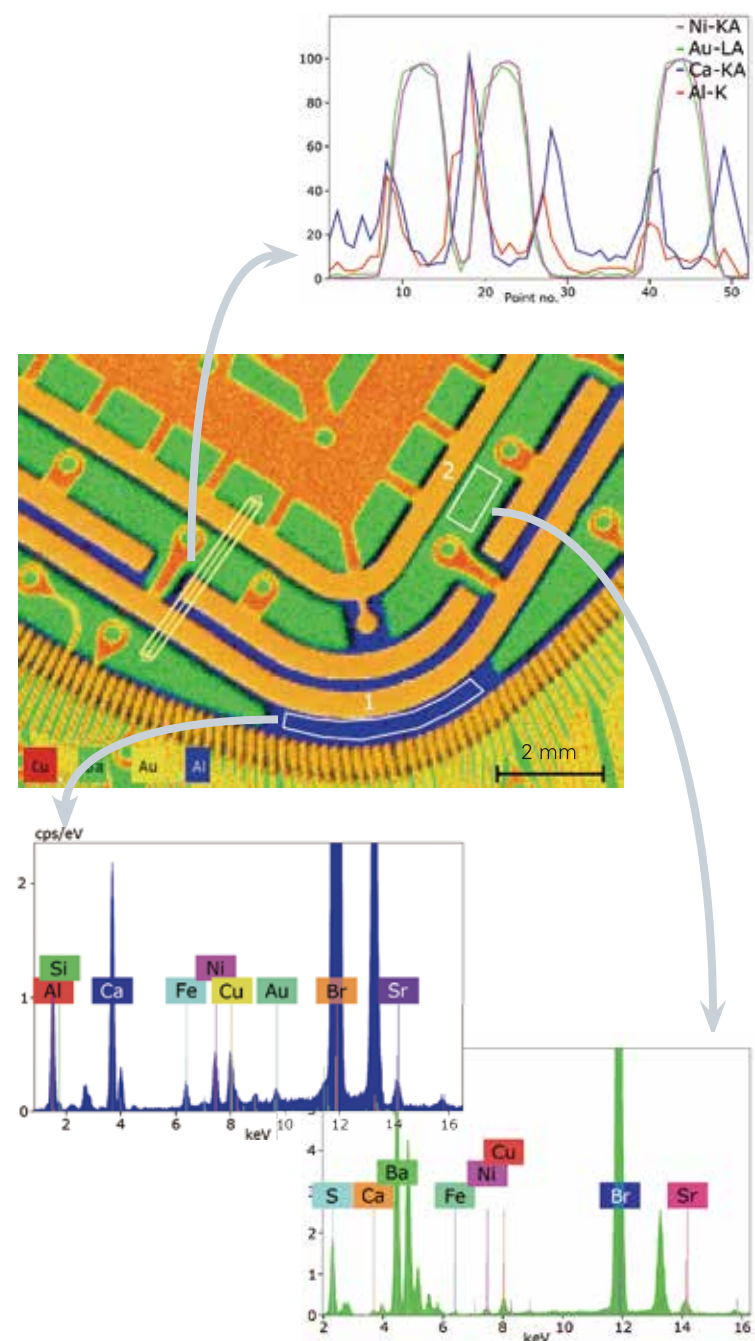
### 选区分析

在超级面分布图上也可以进行选区分析, 在图上选择任意的形状后, 比如矩形、椭圆形等等, 该区域内的所有点的成份信息会集成显示在同一个谱图中。

### 相分析

面分布分析的结果有时候非常复杂且难于解释, 特别是样品中存在多种元素时。此时, 利用ESPRIT自动相分析工具可鉴别出组分相似的区域并将其归纳为样品中不同的化学相。

超级面分布分析



超级面分布可轻松的提取并处理包含其中的数据。

顶图: Ni, Au, Ca 和 Al 元素的线扫描分析图。

底图: 区域“1”和“2”的集合谱图。



参数	细节描述
样品类型	固体, 颗粒
激发源	配备毛细导管的高质量X射线光管
激发源参数 靶材 光管参数 束斑直径 毛细导管长度 初级滤片	标配Rh靶, 可选Mo, W靶 50 kV, 600 $\mu$ A(最大30 W, 取决于X射线光管) 有10 $\mu$ m和35 $\mu$ m两种可选 (Mo-k) 400 mm 3级初级滤片, 标配100 $\mu$ m Al, 20 $\mu$ m Ti, 10 $\mu$ m Ni(可依据客户需求定制其它滤片)
探测器	XFlash <sup>®</sup> 硅漂移探测器*
设备控制	无需其它更多的电脑, 推荐使用QUANTAX EDS所配电脑*
软件	Bruker ESPRIT
设备控制功能	完全控制光管参数及滤片
谱图分析	XRF 谱峰鉴别, 背景修正, 谱峰面积计算, 无标样定量分析, XRF 和 EDS 组合定量分析, 镀层分析
元素面分布分析	超级面分布HyperMap
结果输出	定量分析结果, 统计分析, 线扫描, 元素面分布
功率	100 - 240 VAC (1P), 50/60 Hz
尺寸	300 mm x 250 mm x 140 mm
重量	11 kg
质量标准及安全防护	ISO 9001:2008, CE certified 全面的射线保护系统, 辐射 < 1 $\mu$ SV/h

\* Xtrace需要搭配一台QUANTAX能量色散X射线谱仪(EDS)共同工作, 它包括XFlash<sup>®</sup> 硅漂移探测器, SVE信号处理单元与系统工作站。

● 布鲁克 (北京) 科技有限公司

纳米分析仪器部

热线: 400-856-4000

info.bna.cn@bruker.com

www.bruker.com

