



ATP003 扫描电镜和电子探针技术 考核及培训大纲

CSTM 合格评定 试验人员能力专业委员会
全国分析检测人员能力培训委员会 (NTC)

文件编号：ATP003/A:2024-1

发布日期：2024 年 5 月 1 日

1 总则

1.1 目标

了解扫描电镜及电子探针分析技术的基本概念及基础理论知识,熟悉扫描电镜及电子探针的仪器组成及工作原理,具备扫描电镜及电子探针仪器的实际操作能力,掌握扫描电镜及电子探针分析技术在相关领域的应用。

1.2 适用范围

本大纲适用于扫描电镜及电子探针分析技术的考核和培训。

1.3 应具备通用基础知识

1.3.1 通用基础

熟悉电子传播的基本原理,具备所从事学科的基础以及基本的电脑操作,了解扫描电镜的基础知识。

1.3.2 分析测试基本操作

具备实验室一般仪器和设备的操作能力,具备高真空仪器操作的基本知识。

2 技术要求

2.1 ATP 003-1 扫描电镜和电子探针技术基础

2.1.1 术语及概念

(1) 电子束的产生与性质

发射源类型、波粒二象性、电磁透镜、电子束与物质的相互作用。

(2) 表面分析常用术语及基础常识

分辨率、景深、工作距离、球差、色差、象散、束流、荷电现象、晶体分光、正比计数器。

2.1.2 基本原理

掌握扫描电镜的基本原理和分析技术

2.1.2.1 电子束与物质的相互作用:

电子散射、相互作用区域、激发深度

2.1.2.2 扫描电镜的工作原理与结构

基本结构: 电子枪, 电子透镜, 各种探测器

基本概念: 图像分辨率, 二次电子, 背散射电子、X射线、透射电子、荧光。

2.1.2.3 电子探针的工作原理和结构

基本结构：电子枪，电子透镜，光学显微镜，晶体分光系统，X射线计数系统，电子计算机系统

基本概念：特征X射线，布拉格方程，ZAF校正，XPP校正和PRZ校正，PCD电流，吸收电流

2.1.2.4 X射线能谱仪的工作原理和结构

(1) 能谱仪的基本结构

探测器（锂漂移硅、SDD）、信号接收器和处理系统

(2) 基本概念

空间分辨率、能谱分辨率、特征X射线、活时间、死时间等

2.1.2.4 电子背散射衍射技术的基本原理与构造

(1) 基本原理：布拉格方程，弹性散射，衍射锥，Hough 变换，菊池线，晶面指数，晶带轴，晶体取向

(2) 基本构造：低光敏感性的CCD相机，闪烁体（磷光屏），前置背散射电子探头（FSD）及其控制器，数据库及处理器。

2.1.3 扫描电镜和电子探针的几种成像技术

- (1) 二次电子成像；
- (2) 背散射电子成像；
- (3) 低真空成像技术；
- (4) 低电压成像技术；
- (5) 环境扫描成像技术。

2.1.4 扫描电镜和电子探针的几种附件

- (1) 电子背散射衍射技术（EBSD）；
- (2) X射线能谱分析技术（EDS）；
- (3) X射线波谱分析技术（WDS）。

2.1.5 扫描电镜和电子探针的特点和应用

2.1.6 扫描电镜和电子探针的制样

2.1.6.1 扫描电镜制样：

粉末样品：干法、湿法

块状样品：平面样品，截面样品

特殊样品：冷冻掰断、冷冻干燥、临界点干燥等

2.1.6.2 电子探针的制样

粉末样品：包埋，抛光

块状样品：切割，抛光

生物样品：干燥，包埋，切片

2.1.6.3 背散射电子衍射技术的制样

块状样品：切割，抛光（硅溶胶抛光或离子束抛光或电解抛光）

2.1.7 喷镀处理

喷金，喷碳（背散射电子衍射技术对不导电样品需要喷碳厚度约2-5nm）

2.1.8 考核方式

书面考核

2.2 ATP 003-2 扫描电镜和电子探针仪器与操作

2.2.1 仪器设备基本构成

2.2.1.1 扫描电镜（SEM）的基本构成，各系统的主要用途及特点：

- （1） 发射源的分类及特点
- （2） 聚光镜和物镜
- （3） 样品室
- （4） 各种探测器
- （5） 图像记录

2.2.1.2 电子探针（EPMA）的基本构成，各系统的主要用途及特点

- （1） 发射源的分类及特点
- （2） 电子透镜
- （3） 光学显微镜
- （4） 罗兰圆，分光晶体
- （5） 正比计数器
- （6） 数据处理系统

2.2.1.3. 电子背散射电子衍射技术（EBSD）操作要点

熟悉EBSD制样技术。熟悉SEM-EBSD连用的进样。熟悉EBSD的软件操作系统及后数据处理系统。

2.2.2 样品制备和镀膜仪的使用

(1) 样品制备的基本原则

(2) 真空度、离子束、镀膜时间，膜层厚度

2.2.3 仪器设备操作

扫描电镜和电子探针的一般操作步骤：

掌握所用仪器的操作技术；包括开机和关机，仪器状态的判断，所带附件能谱仪（EDS）、波谱仪（WDS）及其背散射电子衍射（EBSD）的开机，关机，并检查谱仪是否正常，仪器的日常维护，仪器软件使用，操作安全规范及注意事项。

2.2.4 仪器校准与检定

了解所用仪器的校准与检定规程、定期核查等要求，掌握所用仪器的日常校准方法。

2.2.5 仪器的维护

掌握仪器各个系统和部件的日常维护，常见故障的初步判断与分析。

2.2.6 安全操作

掌握实验室安全操作规范，了解高真空仪器以及射线防护的基本知识。

2.2.7 考核方式

2.2.7.1 书面考核

2.2.7.2 实际操作考核

2.3 ATP 003-3 扫描电镜和电子探针的标准方法与应用

2.3.1 扫描电镜标准方法

2.3.1.1 形貌分析：利用二次电子进行形貌观察，利用背散射电子进行成分像观察，以及两者结合。

(1) 二次电子图像的基本原理、一般步骤、基本要求与特点、方法原理及适用范围；

(2) 试样处理；

(3) 二次电子图像分析中的注意事项：荷电现象，象散，视野，合适放大倍数；

(4) 不同探头的切换、原理及在不同领域的应用；

(5) 获得高质量图像的影响因素。

2.3.1.2 成分分析：利用X-射线进行样品表面元素组成分析（EDS或WDS）

(1) 定性分析

基本分析方法及发展，参数的熟练选择，数据分析

(2) 定量分析

无标样测定法，有标样分析法

2.3.2 电子探针的标准方法

2.3.2.1 掌握图像观察的基本要求与特点、方法原理及适用范围

(1) 二次电子图像观察

(2) 背散射电子图像的观察

2.3.2.2 掌握成分分析的基本要求与特点、方法原理及适用范围

(1) 定性分析

(a) 波谱（WDS）定性分析的基本原理和步骤

(b) 能谱（EDS）定性分析的基本原理和步骤

(c) 定性分析注意事项：

试样及其导电性的要求，电压和束流的选择

(2) 定量分析

(a) 波谱（WDS）定量分析的原理和步骤

(b) 能谱（EDS）定量分析的原理和步骤

(c) 定量分析注意事项：

试样及其导电性的要求，束流，束斑，电压，分析元素线系和分光晶体及其标样的选择，各元素测量的先后次序，测试结果的判定

(3) 面分析和线分析

(a) 波谱 (WDS) 面分析和线分析;

(b) 能谱 (EDS) 面分析和线分析;

(c) 面分析和线分析注意事项。

电压、束流、驻留时间、步长的选择, 空间分辨率, 样品台移动和光栅移动的选择

2.3.3 考核方式

2.3.3.1 书面考核

2.3.3.2 实际样品考核

2.4. ATP 003-4 扫描电镜和电子探针的数据处理

2.4.1 能谱数据处理

注意各种伪峰和重叠峰的识别, 包括和峰, 逃逸峰及干扰峰。

2.4.2 波谱数据处理

(1) 测定结果数据的处理和判别

重量百分比和原子百分比误差

(2) 重叠峰分离方法

(3) 测量误差及其影响因素

掌握标样的选择与样品表面光滑度的差异带来的误差。

2.4.2 背散射电子衍射 (EBSD) 的数据处理及计算方法

(1) 点分析模式: 衍射花样的匹配、标定、晶体取向的确定。

(2) 区域采谱 (mapping): 取向分布图, 数据列表, 取向分类统计, 极图分析, 反极图分析, 织构分析。

2.4.4 考核方式

实际样品考核。

3 考核实施说明

3.1 考核试题范围

根据学科及仪器的侧重点不同，考核范围有所不同：

A级：包括本大纲规定项下所有内容

B级：本大纲规定中的除与电子探针和波谱仪、背散射电子衍射系统有关的内容

C级：本大纲规定中的除与电子探针和波谱仪有关的内容

D级：本大纲规定中除与电子探针和波谱仪、能谱仪有关的内容

3.2 考核包括书面考核和实际操作考核两部分

3.3 书面考核

3.3.1 书面考核内容

- (1) 技术基础
- (2) 仪器设备与操作
- (3) 标准方法与应用
- (4) 分析结果的数据处理

3.3.2 书面考核试题类型

书面考核试题的类型包括选择题、判断题、填空题、问答题和计算题。

3.3.3 书面考核为开卷考试。

3.3.4 书面考核总分100 分制，85 分为及格分数。

3.4 实际操作考核

3.4.1 实际操作考核包括仪器设备实际操作考核和实际样品考核两部分。

3.4.2 仪器设备实际操作考核

- (1) 仪器设备实际操作考核由考核教师根据相关细则考核评定；
- (2) 仪器设备实际操作考核评分等级：通过，不通过。

3.4.3 实际样品考核

实际样品考核采取盲样测试考核或利用能力验证结果的办法。

- (1) 盲样测试考核的样品由考核中心发放；
- (2) 考生在实验室独立测试，填写完整的原始记录和报告单，报出结果；
- (3) 实际样品考核成绩的等级：通过，不通过。

1) 考核的样品如为有指定值的样品，将报出结果与指定值比较，按相关标

准要求判定；

2) 其他样品由考核教师根据相关标准/规定要求判定。

3.4.4 实际操作考核的综合成绩由考核教师根据仪器设备实际操作考核和实际样品考核综合判定：两项均通过的为通过，其中任何一项未通过则为不通过。

3.5 所有考生应遵守《检测人员考核管理程序》中规定的《考场规则》，违反者将取消考核资格和成绩。