



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104870986 B

(45)授权公告日 2017.12.05

(21)申请号 201380068337.X

(22)申请日 2013.12.26

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104870986 A

(43)申请公布日 2015.08.26

(30)优先权数据

13/730358 2012.12.28 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2015.06.26

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/IB2013/061349 2013.12.26

(87)PCT国际申请的公布数据

W02014/102733 EN 2014.07.03

(73)专利权人 FEI 公司

地址 美国俄勒冈州

(72)发明人 M.D.史密斯 M.库尔特

(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
72001

代理人 王洪斌 陈岚

(51)Int.Cl.

G01N 23/225(2006.01)

G01N 23/203(2006.01)

(56)对比文件

WO 95/27917 A1,1995.10.19,

JP 特開2005-332593 A,2005.12.02,

US 2007/0164215 A1,2007.07.19,

US 2012/0019648 A1,2012.01.26,

German Figueroa等.《Advanced

Discrimination of Hematite and Magnetite
by Automated Mineralogy》.《10th

International Congress for Applied

Mineralogy(ICAM)》.2011,正文第199页.

审查员 翁永超

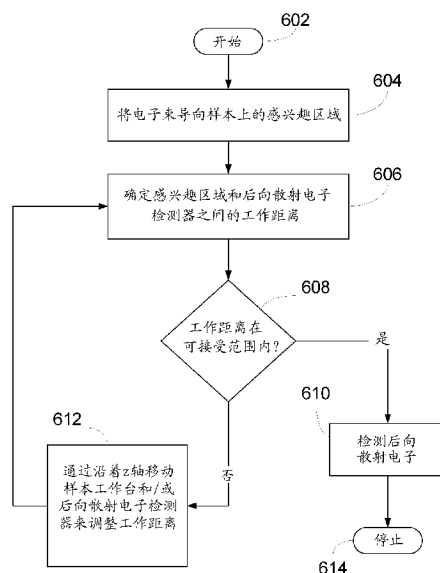
权利要求书3页 说明书8页 附图7页

(54)发明名称

用于执行自动化矿物学的过程

(57)摘要

一种用于使用电子显微镜确定样本的矿物含量的方法和系统。该方法包括将电子束导向样本的感兴趣区域,所述感兴趣区域包括矿物的未知构成。显微镜的后向散射电子检测器和样本的感兴趣区域之间的工作距离被确定。对于工作距离和预定工作距离之间的差作出补偿,其中预定工作距离是为所检测的后向散射电子提供期望灰度值的工作距离。补偿工作距离变化的一种方式是使用显微镜的自动对焦特征来调整工作距离。随后,来自样本的感兴趣区域的后向散射电子被检测。



1. 一种用于使用电子显微镜确定样本的矿物含量的方法,所述方法包括:
将电子束导向包括矿物的未知构成第一样本的第一表面;
通过使用电子显微镜的自动对焦特征确定所述第一样本的表面的焦点距离来确定第一工作距离,第一工作距离是在所述显微镜的后向散射电子检测器和第一样本的表面之间的距离;
补偿第一工作距离和预定工作距离之间的差,所述预定工作距离是为所检测的后向散射电子提供期望灰度值的工作距离;并且
检测来自所述第一样本的表面的后向散射电子。
2. 权利要求1的方法,进一步包括:
将电子束导向包括矿物的未知构成的第二样本的第二表面;
确定第二工作距离,第二工作距离是后向散射电子检测器和第二样本的第二表面之间的距离;
补偿第二工作距离和第一工作距离之间的差;和
检测来自第二样本的第二表面的后向散射电子。
3. 权利要求1的方法,其中确定第二工作距离进一步包括确定第二样本的表面的的焦点距离,所述焦点距离通过使用显微镜的自动对焦特征而被确定。
4. 权利要求1的方法,其中补偿第一工作距离和预定工作距离之间的差进一步包括调整样本工作台和/或后向散射电子检测器之间的z轴位置,以使得第一工作距离和预定工作距离之间基本上不存在差。
5. 权利要求1的方法,其中补偿第一工作距离和预定工作距离之间的差进一步包括:
对所检测的后向散射电子级别上的多个工作距离变化的效果进行建模;
基于第一工作距离和预定工作距离之间的差来计算后向散射电子灰度级别调整;和
基于所计算的后向散射电子灰度级别调整来调整所检测的后向散射电子灰度级别的一个或者多个。
6. 权利要求1的方法,进一步包括基于所检测的后向散射电子级别来确定电子束照射的第一样本的表面的第一样本的矿物构成。
7. 权利要求2或者权利要求3的方法,进一步包括:
基于来自第一样本的所检测的后向散射电子灰度级别,确定电子束照射的第一样本的表面的第一样本的矿物构成;和
基于来自第二样本的所检测的后向散射电子灰度级别,确定电子束照射的第二样本的表面的第二样本的矿物构成。
8. 权利要求1的方法,进一步包括:
检测响应于电子束而发射的x射线能量;和
基于所检测的后向散射电子灰度级别和所检测的x射线能量,确定电子束照射的第一样本的表面的第一样本的矿物构成。
9. 一种用于使用电子显微镜确定样本的矿物含量的方法,所述方法包括:
将电子束导向包括矿物的未知构成的第一样本的表面;
确定第一样本的表面第一焦点距离,所述第一焦点距离通过使用电子显微镜的自动对焦特征而被确定;

基于所述第一焦点距离而确定第一工作距离,所述第一工作距离是在所述电子显微镜的后向散射电子检测器和所述第一样本的表面之间的距离;

检测来自第一样本的表面的后向散射电子;

将电子束导向包括矿物的未知构成的第二样本的表面;

确定第二样本的表面的第二焦点距离,第二焦点距离通过使用显微镜的自动对焦特征而被确定;

基于所述第二焦点距离而确定第二工作距离,第二工作距离是在所述电子显微镜的后向散射电子检测器和所述第二样本的表面之间的距离;

调整样本工作台和/或后向散射电子检测器的z轴位置,以使得第二工作距离和第一工作距离之间基本上不存在差;和

检测来自第二样本的表面的后向散射电子。

10. 一种用于使用扫描电子显微镜确定样本的矿物含量的系统,所述系统包括:

扫描电子显微镜;

一个或者多个能量色散x射线检测器;

扫描电子显微镜的后向散射电子检测器;

系统控制器,所述系统控制器包括计算机处理器和非瞬时性计算机可读介质,所述非瞬时性计算机可读介质以计算机指令编码,当所述计算机指令被计算机处理器执行时,使得系统控制器执行以下步骤:

将电子束导向样本的包括矿物的未知构成的第一样本的表面;

通过使用所述扫描电子显微镜的自动对焦特征确定所述第一样本的表面的焦点距离来确定第一工作距离,第一工作距离是后向散射电子检测器和所述第一样本的表面之间的距离;

补偿第一工作距离和预定工作距离之间的差,所述预定工作距离是为所检测的后向散射电子提供期望灰度值的工作距离;并且

检测来自第一样本的表面的区域的后向散射电子。

11. 权利要求10的系统,进一步包括用于以下的计算机指令:

将电子束导向包括矿物的未知构成的第二样本的表面;

确定第二工作距离,所述第二工作距离是后向散射电子检测器和第二样本的表面之间的距离;

补偿第二工作距离和第一工作距离之间的差;和

检测来自第二样本的表面的区域的后向散射电子。

12. 权利要求11的系统,其中用于确定第二工作距离的计算机指令进一步包括用于以下的计算机指令:确定第二样本的表面的焦点距离,所述焦点距离通过使用扫描电子显微镜的自动对焦特征而被确定。

13. 权利要求10的系统,其中用于补偿第一工作距离和预定工作距离之间的差的计算机指令进一步包括用于以下的计算机指令:调整样本工作台和/或后向散射电子检测器的z轴位置,以使得第一工作距离和预定工作距离之间基本上不存在差。

14. 权利要求10的系统,其中用于补偿第一工作距离和预定工作距离之间的差的计算机指令进一步包括用于以下的计算机指令:

对所检测的后向散射电子灰度级别上的多个工作距离变化的效果进行建模；
基于第一工作距离和预定工作距离之间的差来计算后向散射电子灰度级别调整；和
基于所计算的后向散射电子灰度级别调整来调整所检测的后向散射电子灰度级别的一个或者多个。

15. 权利要求10的系统,进一步包括用于基于所检测的后向散射电子而确定第一样本的表面区域上的第一样本的矿物构成的计算机指令。

16. 权利要求11的系统,进一步包括用于以下的计算机指令:

基于来自第一感兴趣区域的所检测的后向散射电子,确定第一样本的表面区域处的第一样本的矿物构成;和

基于来自第二感兴趣区域的所检测的后向散射电子,确定第二样本的表面区域处的第二样本的矿物构成。

17. 权利要求10的系统,进一步包括用于以下的计算机指令:

检测响应于电子束而发射的x射线能量;和

基于所检测的后向散射电子灰度级别和所检测的x射线能量,确定第一样本的表面区域处的第一样本的矿物构成。

用于执行自动化矿物学的过程

技术领域

[0001] 本发明涉及自动化矿物学的领域,并且特别地涉及在自动化矿物学系统中的带电粒子束的使用。

背景技术

[0002] 矿物分析系统(诸如可从俄勒冈州(Oregon)的Hillsboro的FEI公司得到的QEMSCAN和MLA)已在许多年里被用来分析矿物样本。为了确定矿中存在的矿物类型和相对数量,小颗粒形式的样本被固定在环氧树脂中,并且被放置在真空中。将电子束导向样本,并且在被称为“能量色散x射线光谱学”或者“EDS”的过程中,响应于电子束来自样本的x射线能量被测量并且被绘制在直方图中以形成光谱。所测量的光谱可以与各种元素的已知光谱相比较,以确定存在哪些元素和矿物,并且其比例是多少。图1示出了具有嵌入在环氧树脂中的颗粒102的典型样本100。

[0003] 将花费相当多的时间来累积x射线光谱。当在初级束中的电子影响样本时,电子通过各种各样的机制损耗能量。一种能量损耗机制包括将电子能量转移到内壳的电子,其因而可以从原子中射出。随后,外壳的电子将落入到内壳中,并且可发射典型的x射线。典型的x射线的能量由内壳和外壳之间的能量差确定。因为壳的能量是元素的特性,所以x射线的能量也是发射x射线的材料的特性。当不同能量处的x射线的数量被绘制在图上时,人们获取到典型的光谱,诸如图2中所示出的黄铁矿光谱。针对引起x射线的电子的原始壳和最终壳而命名峰值。图2示出了硫K α 峰值、铁K α 峰值和铁K β 峰值。

[0004] 当电子束影响样本表面时,除了典型的x射线之外的其它发射是可检测的。发射背景或者轫致辐射x射线分布在大范围的频率上,并且可以让典型的x射线峰值难以辨别。在受到初级电子束影响时,可以从表面上发射次级电子、俄歇电子、有弹性地和无弹性地前向或者后向散射的电子、和光,并且可以用来形成表面的图像或者确定表面的其它属性。后向散射电子通常由固态检测器所检测,在固态检测器中,因为每个后向散射电子在半导体检测器中创建了许多电子空穴对,所以每个后向散射电子被放大。随着束被扫描,后向散射电子的检测器信号被用来形成图像,并且随着初级电子束在样本上移动,每个图像点的亮度由样本上的相对点处所检测的后向散射电子的数量来确定。

[0005] 电子的后向散射取决于表面中的元素的原子数量并取决于在表面、初级束、和检测器之间的几何关系。获得后向散射电子图像仅需要在每个点收集足够数量的电子,以产生具有不同属性的点之间的合理对比,并且因此显著快于获得足够数量的x射线以汇集在每个点处的完整光谱。同样,电子被后向散射的概率大于电子导致特定频率的典型x射线的发射的概率。获得后向散射的电子图像通常比获取足够的x射线以获得在单个静态点处可分析的光谱所花费的时间更少。

[0006] 在操作MLA系统的一个模式中,首先使用后向散射电子检测器来获取图像,并且随后,处理图像以标识根据对比而表现为具有相同元素构成的区域。随后,将束定位在每个所标识的区域的质心处达较长的静态时间,以收集表示该区域的x射线光谱。

[0007] 当使用x射线和后向散射电子(BSE)信息对困难的样本执行自动化的矿物学时,BSE的准确性和重复性对于区分具有相似化学分子式的矿物是关键的。例如,当分析铁矿石时,重要的是,准确地检测并且在赤铁矿(Fe_2O_3)和磁铁矿(Fe_3O_4)之间进行区分。虽然可以容易地使用光学显微镜定性地区分磁铁矿和赤铁矿,但是由自动化扫描电子显微镜/能量色散x射线光谱学(SEM-EDS)(诸如,MLA)进行定量表征是挑战性的,因为赤铁矿和磁铁矿在它们的化学构成和BSE亮度方面是相似的。当以低x射线计数(count)、采用20eV的能量范围、在标准的硅漂移检测器(SDD)上收集时,针对这些矿物的x射线光谱是近乎相同的。图3示出磁铁矿(Fe_3O_4)的示范性EDS的x射线光谱300。图4示出赤铁矿(Fe_2O_3)的示范性EDS的x射线光谱400。磁铁矿光谱300和赤铁矿光谱400的比较示出两种光谱是非常相似的。铁特性302和铁特性402近乎相同。氧特性304和氧特性404也近乎相同。这种相似性使得对于自动化矿物学应用而言区分赤铁矿和磁铁矿是困难的。在本领域中所需的是用于自动在具有相似化学分子式的矿物之间进行区分的改进方法。

发明内容

[0008] 本发明的目的在于提供用于标识样本材料中的未知构成的改进方法和装置。本发明的实施例针对一种用于使用电子显微镜确定样本的矿物含量的方法。该方法包括将电子束导向样本的感兴趣区域,所述感兴趣区域包括未知的矿物构成。确定在显微镜的后向散射电子检测器和样本的感兴趣区域之间的工作距离。对于在工作距离和预定工作距离之间的差作出补偿,其中所述预定工作距离是为所检测的后向散射电子提供期望的灰度值的工作距离。补偿工作距离的变化的一种方式是使用显微镜的自动对焦特征来调整工作距离。随后,检测来自样本的感兴趣区域的后向散射电子。

[0009] 本发明的其它实施例针对一种用于使用电子显微镜确定样本的矿物含量的系统。该系统包括扫描电子显微镜、一个或者多个能量色散x射线检测器、一个或者多个后向散射电子检测器和系统控制器。系统控制器包括计算机处理器和非瞬时性计算机可读介质。非瞬时性计算机可读介质由计算机指令编码,当所述计算机指令由计算机处理器执行时,其使得系统控制器将电子束导向样本的感兴趣区域,感兴趣区域包括矿物的未知构成。在显微镜的后向散射电子检测器和样本的感兴趣区域之间的工作距离被确定。对于在工作距离和预定工作距离之间的差作出补偿,其中预定工作距离是为所检测的后向散射电子提供期望的灰度值的工作距离。补偿工作距离的变化的一种方式是使用显微镜的自动对焦特征来调整工作距离。随后,检测来自样本的感兴趣区域的后向散射电子。

[0010] 前述已经相当宽泛地概述了本发明的特征和技术优点,以便以下的本发明的具体描述可以被更好地理解。本发明的附加特征和优点将在下文中描述。应由本领域技术人员领会的是,所公开的概念和具体实施例可以被容易地利用为用于修改或设计其它结构以便于实行本发明的相同目的的基础。还应该由本领域技术人员认识到的是,这样的等同构造没有背离随附权利要求中所阐述的本发明的精神和范围。

附图说明

[0011] 为了对本发明和其优点的更透彻理解,现在对以下描述结合附图作出参考,在附图中:

- [0012] 图1示出了用于在EDS分析系统中查看的典型样本栓(plug)100;
- [0013] 图2示出了包括铁和硫的黄铁矿的示范性EDS x射线光谱;
- [0014] 图3示出了磁铁矿(Fe_3O_4)的示范性EDS x射线光谱300;
- [0015] 图4示出了赤铁矿(Fe_2O_3)的示范性EDS x射线光谱400;
- [0016] 图5示出了适用于实践本发明实施例的、具有x射线检测器540和后向散射电子检测器542的扫描电子束系统500;
- [0017] 图6示出了按照本发明的一个或者多个实施例的用于操作自动化矿物学系统的方法的流程图;
- [0018] 图7示出了按照本发明的一个或者多个实施例的用于操作自动化矿物学系统的可替换方法的流程图;
- [0019] 图8示出了反映标准BSE校准的分段BSE直方图;和
- [0020] 图9示出了反映增强的或者拉伸的BSE校准的分段BSE直方图。

具体实施方式

- [0021] 本发明的实施例包括一种用于自动配置扫描电子显微镜(SEM)的方法。
- [0022] 在MLA方法中,矿物相首先在线分段操作期间由其BSE灰度级别所辨别,并随后由其能量色散x射线(EDX)光谱所辨别。与相似的BSE值相关联的矿物被分成单相。BSE矿物分析的结果确定了样本中的矿物相和边界。这种图像分段的方法允许BSE检测器描画出样本中不同构成的区域,这提供了分离构成并且确定样本的整体含量的简单手段。
- [0023] 图8示出了反映标准BSE校准的分段BSE直方图。标准的BSE校准被设定使得装配媒介(树脂)被保持在低于15的后向散射亮度值,并且金的值是250。这种设定覆盖了所有常见矿物的BSE范围。铁氧化物典型处于从115到120的BSE灰度级别范围内。在磁铁矿(Fe_3O_4)和赤铁矿(Fe_2O_3)之间进行区分是困难的,因为两种矿物都表现在大约四或者五的灰度级别(在115与120之间)的窄带之内。增强的或者拉伸的BSE校准有助于在铁氧化物之间进行区分。
- [0024] 图9示出了反映增强的或者拉伸的BSE校准的分段BSE直方图。当增大对比度和亮度以将装配媒介扩展为接近0的后向散射亮度和接近250的黄铁矿时,对于铁氧化物的双峰峰值出现,其范围在从195到215内。双峰峰值可以被分为其表示赤铁矿(200)和磁铁矿(208)的两种模式。
- [0025] 对于一组给定的束样本流、对比度、和亮度设定而言,BSE灰度值受到对于样本表面和BSE检测器之间的距离(“工作距离”)的改变的影响是最大的。因此,为了获取在图9中示出的双峰峰值,在测量中必须一致地保持工作距离。本发明的实施例在每个样本块处利用了SEM的“自动对焦”特征,以确定焦点深度,并且因此确定在样本表面和BSE检测器之间的当前物理工作距离,并且调整Z轴以将样本引入到所配置的物理工作距离,并且将焦点深度设定为该相同距离。在例如美国专利号为5,084,618中描述了对于电子显微镜的示范性自动对焦系统。通过使用自动对焦来确定和调整工作距离,在测量中,物理工作距离被保持一致。在现有技术中,自动对焦被用来将电子显微镜图像保持在焦点中。在本发明的实施例中,自动对焦被用来将工作距离保持在可接受的范围内。也就是说,如果工作距离不在可接受的范围内,那么移动样本以使得电子显微镜图像不再处于焦点中,但是工作距离被引入

到可接受的范围内。在工作距离已经被引入到可接受的范围内之后,图像可以被引回到焦点。

[0026] 在可替换的实施例中,可以使用确定工作距离的其它手段,诸如激光干涉仪或者电容传感器。在其它可替换实施例中,将物理工作距离变化的效果建模为合成的BSE级别,并且自动对焦或者其它手段被用来确定当前物理工作距离,并且随后计算BSE调整。这个实施例对于不具有Z轴调整能力的系统是有用的。

[0027] 例如,样本支架可以具有十四种或者更多“冰球”风格的样本。测量每个样本的中心以确定样本有多高并且确定在样本表面和BSE检测器之间的工作距离。在六英寸的工作台(stage)中,这些测量可以在样本之间相差500微米或者更多。因为工作距离或者焦点距离的仅仅50微米可以影响一个灰度级别的BSE分析结果,所以对于保持样本表面和后向散射电子检测器之间的恒定工作距离变得非常重要。采用由于样本中的缺陷而导致的潜在地偏离500或者更多微米的样本的测量,自动对焦特征看来对所公开的设备和方法是关键的。自动对焦特征将确定每个样本点将具有的z轴上的精确高度,并且调整工作台或者样本的高度以确保一致的工作距离和焦点距离。

[0028] 图5示出了适用于实践本发明实施例的一种具有x射线检测器540和后向散射电子检测器542的扫描电子束系统500。向系统500提供扫描电子显微镜541以及电源和控制单元545。通过在阴极553和阳极554之间应用电压而从阴极553中发射电子束512。电子束532凭借聚光透镜556和物镜558而聚焦到细小的点(fine spot)。凭借偏转线圈560在样品上二维地扫描电子束532。聚光透镜556、物镜558和偏转线圈560的操作可以由电源和控制单元545控制。扫描电子束系统500还包括自动对焦系统560。自动对焦系统562确定电子束532的焦点深度并且调整透镜和偏转线圈以将电子束引入到期望的焦点。

[0029] 系统控制器533控制扫描电子束系统500的各种部分的操作。真空室510由受到真空控制器532控制的离子泵568和机械抽运系统569抽空。

[0030] 电子束532可以对焦在样本502上,样本502在较低的真空室510内的可移动的X-Y工作台504上。当电子束中的电子冲击样本502时,样本发出x射线,其能量与样本中的元素相关。在电子束入射区域附近产生x射线572,其具有对于样本的元素构成固有的能量。所发射的x射线由x射线检测器540收集,x射线检测器540优选为硅偏移检测器类型的能量色散检测器,但是也可以采用其他类型的检测器,其生成具有与所检测的x射线能量成比例的幅度信号。后向散射电子由后向散射电子检测器542来检测,后向散射电子检测器542优选为分段的BSE检测器。

[0031] 来自检测器540的输出由处理器520放大和排序,处理器520计数和排序在所指定的时间段期间、处于所选择的能量和能量分辨率和优选在每信道10-20eV之间的信道宽度(能量范围)的所检测的x射线总数量。处理器520可以包括计算机处理器;操作者接口装置(诸如键盘或者计算机鼠标);用于存储数据和可执行指令的程序存储器522;用于数据输入和输出、体现在可执行计算机程序代码中的可执行软件指令的接口装置和用于经由视频电路592显示多变量光谱分析的结果的显示器544。

[0032] 处理器520可以是标准实验室个人计算机的一部分,并且典型地耦合到至少某种形式的计算机可读介质。包括易失性和非易失性介质、可移除和不可移除介质二者的计算机可读介质可以是可由处理器520访问的任何可用介质。作为示例而不是限制,计算机可读

介质包括计算机存储介质和通信介质。计算机存储介质包括以用于存储信息(诸如计算机可读指令、数据结构、程序模块或者其它数据)的任何方法或者技术实施的易失性和非易失性、可移除和不可移除介质。例如,计算机存储介质包括RAM、ROM、EEPROM、闪存存储器或者其它存储器技术、CD-ROM、数字多用盘(DVD)或者其它光学盘存储装置、磁带盒、磁带、磁盘存储装置或者其它磁存储设备、或者可以被用来存储期望的信息并且可由处理器520访问的任何其它介质。

[0033] 程序存储器522可以包括可移除和/或不可移除、易失性和/或非易失性存储器形式的计算机存储介质,并且可以提供计算机可读指令、数据结构、程序模块和其它数据的存储。一般地,处理器520凭借在不同时间存储在计算机的各种计算机可读存储介质中的指令而被编程。程序和操作系统典型地例如分布在软盘或者CD-ROM上。从那里,它们被安装在计算机的辅助存储器中或者被载入到计算机的辅助存储器中。在执行时,它们被至少部分地载入到计算机主电子存储器中。当这些和其它各种类型的计算机可读存储介质含有用于实施以下结合微处理器或者其它数据处理器描述的步骤的指令或者程序时,本文描述的发明包括这样的介质。当计算机按照本文描述的方法和技术而被编程时,本发明还包括计算机本身。

[0034] 如上文描述而获取的x射线光谱可以被存储在存储器522的一部分,诸如所测量的光谱存储器部分523。数据模板存储器部分524存储数据模板,诸如已知元素的光谱,或者在一些实施例中,已知材料的衍射图案。加权因子存储器部分525存储用于每个数据模板的加权因子,所述加权因子与数据模板相组合以产生近似所测量的光谱的所计算的光谱。加权因子与相对应于数据模板的元素样本中的丰度(abundance)相关。处理器520使用上文描述的方法来使误差值最小化,所述误差值表示在所测量的图样与数据模板和加权因子的组合之间的不同。

[0035] 图6示出了按照本发明的一个或者多个实施例的用于操作自动化矿物学系统的方法的流程图。在图6中示出的方法特别适用于具有用于调整在样本502和后向散射电子检测器542之间的工作距离的装置的系统。例如,样本工作台504可以是可在z轴上调整的,以将样本工作台504调动为更接近或更远离后向散射电子检测器542。方法在开始块602处开始。电子束532被导向样本表面上的感兴趣区域(步骤604)。系统控制器533可以通过以下来自自动配置SEM 541,即:设定和测量电子束532的样本束流,并且使用两种标准材料自动设定对比度和亮度级别。例如,当分析铁矿石时,黄铜矿和石英可以被用作标准材料。

[0036] 自动对焦系统560随后被用来确定在样本502和后向散射电子检测器542之间的工作距离(步骤606)。系统随后确定工作距离是否在预定的可接受范围内(步骤608)。预定可接受范围是窄范围的工作距离,对于窄范围的工作距离,一组给定的束样本流、对比度和亮度设定产生在正被标识的元素或者构成之间进行最佳区分的BSE灰度值。如果工作距离在预定可接受范围内,那么系统以后向散射电子检测继续进行(步骤610)。如果工作距离不在预定可接受范围内,那么系统调整在样本502和后向散射电子检测器542之间的工作距离,以使得工作距离在预定可接受访问内(步骤612)。在一个实施例中,在z轴上调动样本工作台504,以将样本502移动得更靠近或更远离后向散射电子检测器542。如果工作距离小于预定可接受范围,那么将样本工作台504在z轴上调动为远离后向电子检测器542,以使得工作距离增大,直到工作距离在预定可接受范围内。如果工作距离大于预定可接受访问,那么在

z轴上朝着后向散射电子检测器542调动样本工作台504,以使得工作距离减小,直到工作距离在预定可接受范围内。在可替换的实施例中,在z轴上调动后向散射电子检测器542以将工作距离引入到预定可接受范围内。一旦工作距离在预定可接受范围内,那么系统以后向散射电子检测继续进行(步骤610)。过程在停止块614处结束。

[0037] 图7示出了按照本发明的一个或者多个实施例的用于操作自动化矿物学系统的可替换方法的流程图。在图7示出的方法特别适用于不具有用于调整样本502和后向散射电子检测器542之间的工作距离的装置的系统。例如,样本工作台504可能仅仅在x和y方向上进行调动,并且在z轴上可能是固定的,并且不能将样本工作台504调动得更靠近或更远离后向散射电子检测器542。方法在开始块702处开始。电子束532被导向样本表面上的感兴趣区域(步骤704)。系统控制器533可以通过以下来自动配置SEM 541,即:设定和测量电子束532的样本束流并且使用两个标准材料自动设定对比度和亮度级别。例如,当分析铁矿石时,黄铁矿和石英可以被用作标准材料。

[0038] 随后,使用自动对焦系统560来确定在样本502和后向散射电子检测器542之间的工作距离(步骤706)。系统随后确定工作距离是否处于预定可接受范围内(步骤708)。预定可接受范围是窄范围的工作距离,其产生在正被标识的元素或构成之间进行最佳区分的BSE灰度值。如果工作距离在预定可接受范围内,那么系统以后向散射电子检测继续进行(步骤710)。如果工作距离不在预定可接受访问内,那么系统基于所建模的工作距离变化和所测量的工作距离而计算BSE调整级别(步骤712)。系统以后向散射电子检测继续进行(步骤710)并且使用所计算的BSE调整级别来调整所检测的BSE级别(步骤714)。过程在停止块716处结束。

[0039] 按照本发明的一些实施例,用于使用电子显微镜确定样本的矿物含量的方法包括将电子束导向样本的第一感兴趣区域,所述第一感兴趣区域包括矿物的未知构成;确定第一工作距离,第一工作距离是在显微镜的后向散射电子检测器和样本的第一感兴趣区域之间的距离;补偿在第一工作距离和预定工作距离之间的差,所述预定工作距离是为所检测的后向散射电子提供期望灰度值的工作距离;并且检测来自样本的第一感兴趣区域的后向散射电子。

[0040] 在一些实施例中,方法进一步包括将电子束导向样本的第二感兴趣区域,所述第二感兴趣区域包括矿物的未知构成;确定第二工作距离,所述第二工作距离是在后向散射电子检测器和样本的第二感兴趣区域之间的距离;补偿在第二工作距离和第一工作距离之间的差;并且检测来自样本的第二感兴趣区域的后向散射电子。在一些实施例中,补偿在第二工作距离和第一工作距离之间的差进一步包括对所检测的后向散射电子级别上的多个工作距离变化的效果进行建模;基于在第二工作距离和第一工作距离之间的差而计算后向散射电子级别调整;并且基于所计算的后向散射电子级别调整而调整所检测的后向散射电子级别中的一个或者多个。在一些实施例中,方法包括基于来自第一感兴趣区域的所检测的后向散射电子级别而确定第一感兴趣区域的矿物构成;并且基于来自第二感兴趣区域的所检测的后向散射电子级别而确定第二感兴趣区域的矿物构成。

[0041] 在一些实施例中,确定第一工作距离进一步包括确定第一感兴趣区域的焦点深度,所述焦点深度通过使用显微镜的自动对焦特征而确定。在一些实施例中,确定第二工作距离进一步包括确定第二感兴趣区域的焦点深度,所述焦点深度通过使用显微镜的自动对

焦特征而确定。

[0042] 在一些实施例中,补偿在第一工作距离和预定工作距离之间的差进一步包括调整样本工作台和/或后向散射电子检测器的z轴位置,以使得基本上不存在第一工作距离和预定工作距离之间的差。

[0043] 在一些实施例中,补偿第一工作距离和预定工作距离之间的差进一步包括对所检测的后向散射电子级别上的多个工作距离变化进行建模;基于第一工作距离和预定工作距离之间的差计算后向散射电子级别调整;并且基于所计算的后向散射电子级别调整而调整所检测的后向散射电子级别的一个或者多个。

[0044] 在一些实施例中,方法进一步包括基于所检测的后向散射电子级别确定第一感兴趣区域的矿物构成。

[0045] 在一些实施例中,方法进一步包括检测响应于电子束所发射的x射线能量;并且基于所检测的后向散射电子级别和所检测的x射线能量而确定第一感兴趣区域的矿物构成。

[0046] 按照本发明的一些实施例,用于使用电子显微镜确定样本的矿物含量的方法包括将电子束导向样本的第一感兴趣区域,所述第一感兴趣区域包括矿物的未知构成;确定第一感兴趣区域的第一焦点深度,所述第一焦点深度通过使用显微镜的自动对焦特征而被确定;基于第一焦点深度确定第一工作距离,所述第一工作距离是在显微镜的后向散射电子检测器和样本的第一感兴趣区域之间的距离;检测来自样本的第一感兴趣区域的后向散射电子;将电子束导向样本的第二感兴趣区域,所述第二感兴趣区域包括矿物的未知构成;确定第二感兴趣区域的第二焦点深度,所述第二焦点深度通过使用显微镜的自动对焦特征而被确定;基于第二焦点深度而确定第二工作距离,所述第二工作距离是在显微镜的后向散射电子检测器和样本的第二感兴趣区域之间的距离;调整样本工作台和/或后向散射电子检测器的z轴位置以使得基本上不存在第二工作距离和第一工作距离之间的差;并且检测来自样本的第二感兴趣区域的后向散射电子。

[0047] 按照本发明的一些实施例,用于使用电子显微镜来确定样本的矿物含量的系统包括扫描电子显微镜、一个或者多个能量色散x射线检测器、一个或者多个后向散射电子检测器、包括计算机处理器和非瞬时性计算机可读介质的系统控制器,所述非瞬时性计算机可读介质由计算机指令编码,以使得当其被计算机处理器执行时,使得系统控制器执行将电子束导向样本的第一感兴趣区域的步骤,所述第一感兴趣区域包括矿物的未知构成;确定第一工作距离,所述第一工作距离是在显微镜的后向散射电子检测器和样本的第一感兴趣区域之间的距离;补偿第一工作距离和预定工作距离之间的差,所述预定工作距离是为所检测的后向散射电子提供期望灰度值的工作距离;并且检测来自样本的第一感兴趣区域的后向散射电子。

[0048] 在一些实施例中,系统进一步包括用于以下的计算机指令,即:将电子束导向样本的第二感兴趣区域,所述第二感兴趣区域包括矿物的未知构成;确定第二工作距离,所述第二工作距离是在后向散射电子检测器和样本的第二感兴趣区域之间的距离;补偿在第二工作距离和第一工作距离之间的差;并且检测来自样本的第二感兴趣区域的后向散射电子。

[0049] 在一些实施例中,用于确定第二工作距离的计算机指令进一步包括用于确定第二感兴趣区域的焦点深度的计算机指令,所述焦点深度通过使用显微镜的自动对焦特征而被确定。在一些实施例中,用于补偿第二工作距离和第一工作距离之间的差的计算机指令进一

步包括用于对所检测的后向散射电子级别上的多个工作距离变化的效果进行建模的计算机指令;基于第二工作距离和第一工作距离之间的差而计算后向散射电子级别调整;并且基于所计算的后向散射电子级别调整而调整所检测的后向散射电子级别中的一个或者多个。

[0050] 在一些实施例中,系统进一步包括用于以下的计算机指令,即:基于来自第一感兴趣区域的所检测的后向散射电子而确定第一感兴趣区域的矿物构成;并且基于来自第二感兴趣区域的所检测的后向散射电子而确定第二感兴趣区域的矿物构成。

[0051] 在一些实施例中,用于确定第一工作距离的计算机指令进一步包括用于确定第一感兴趣区域的焦点深度的计算机指令,所述焦点深度是通过使用显微镜的自动对焦特征而被确定的。在一些实施例中,用于补偿第一工作距离和预定工作距离之间的差的计算机指令进一步包括用于以下的计算机指令,即:调整样本工作台和/或后向散射电子检测器的z轴位置,以使得基本上不存在第一工作距离和预定工作距离之间的差。

[0052] 在一些实施例中,用于补偿第一工作距离和预定工作距离之间的差的计算机指令进一步包括用于以下的计算机指令,即:对所检测的后向散射电子级别上的多个工作距离变化的效果进行建模;基于第一工作距离和预定工作距离之间的差计算后向散射电子级别调整;和基于所计算的后向散射电子级别调整来调整所检测的后向散射电子级别的一个或者多个。

[0053] 在一些实施例中,系统进一步包括用于基于所检测的后向散射电子而确定第一感兴趣区域的矿物构成的计算机指令。在一些实施例中,系统进一步包括用于以下的计算机指令,即:检测响应于电子束所发射的x射线能量;并且基于所检测的后向散射电子级别和所检测的x射线能量而确定第一感兴趣区域的矿物构成。

[0054] 虽然已经详细描述了本发明和其优点,但是应该理解的是,可以在本文中作出各种改变、替代和更改,而不会偏离由所附权利要求限定的本发明的精神和范围。而且,本应用的范围不打算限制在本说明书中描述的过程、机器、制造、主题的构成、装置、方法和步骤的特定实施例。本领域普通技术人员将根据本发明的公开内容容易领会的是,与本文描述的相对应实施例执行基本相同的功能或者实现基本相同结果的、现存的或者随后开发的过程、机器、制造、主题的构成、装置、方法或者步骤可以按照本发明而被利用。相应地,所附权利要求打算将这样的过程、机器、制造、主题的构成、装置、方法或者步骤包括在其范围之内。

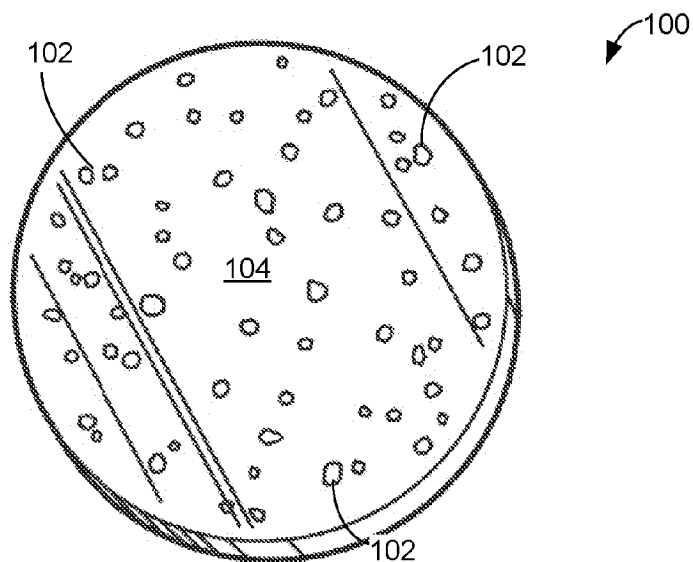


图 1

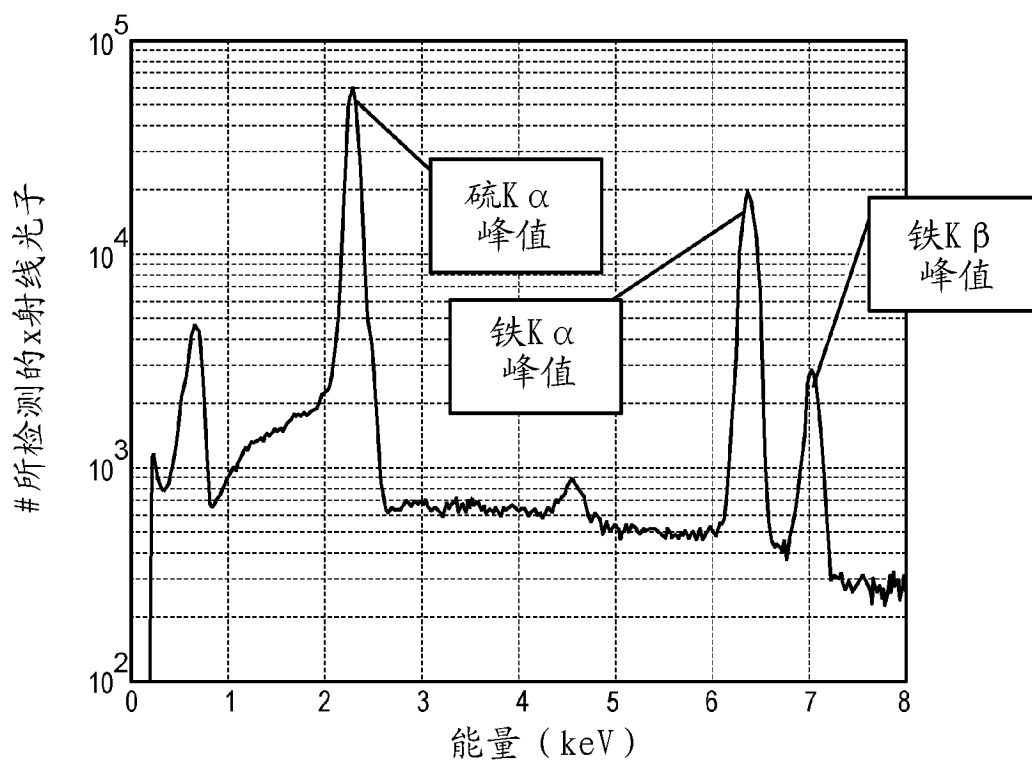


图 2

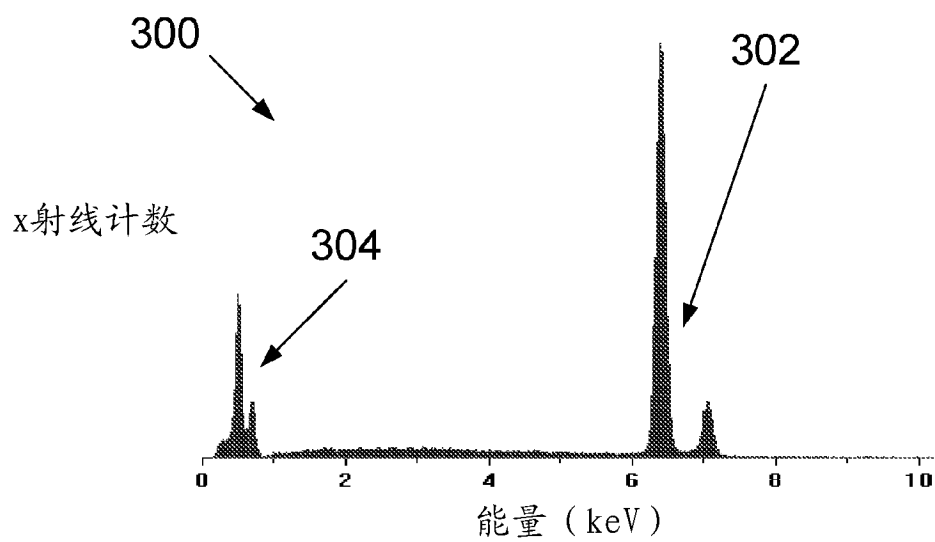


图 3

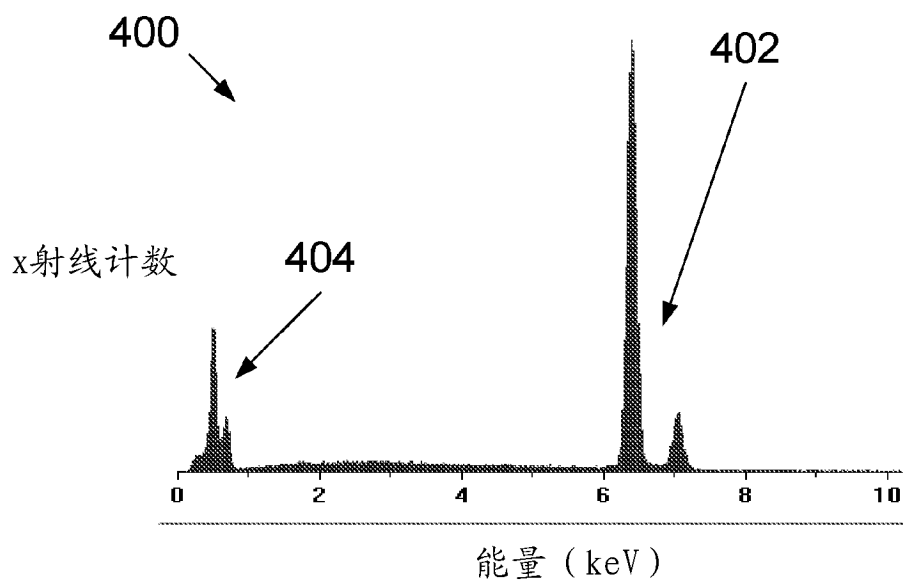


图 4

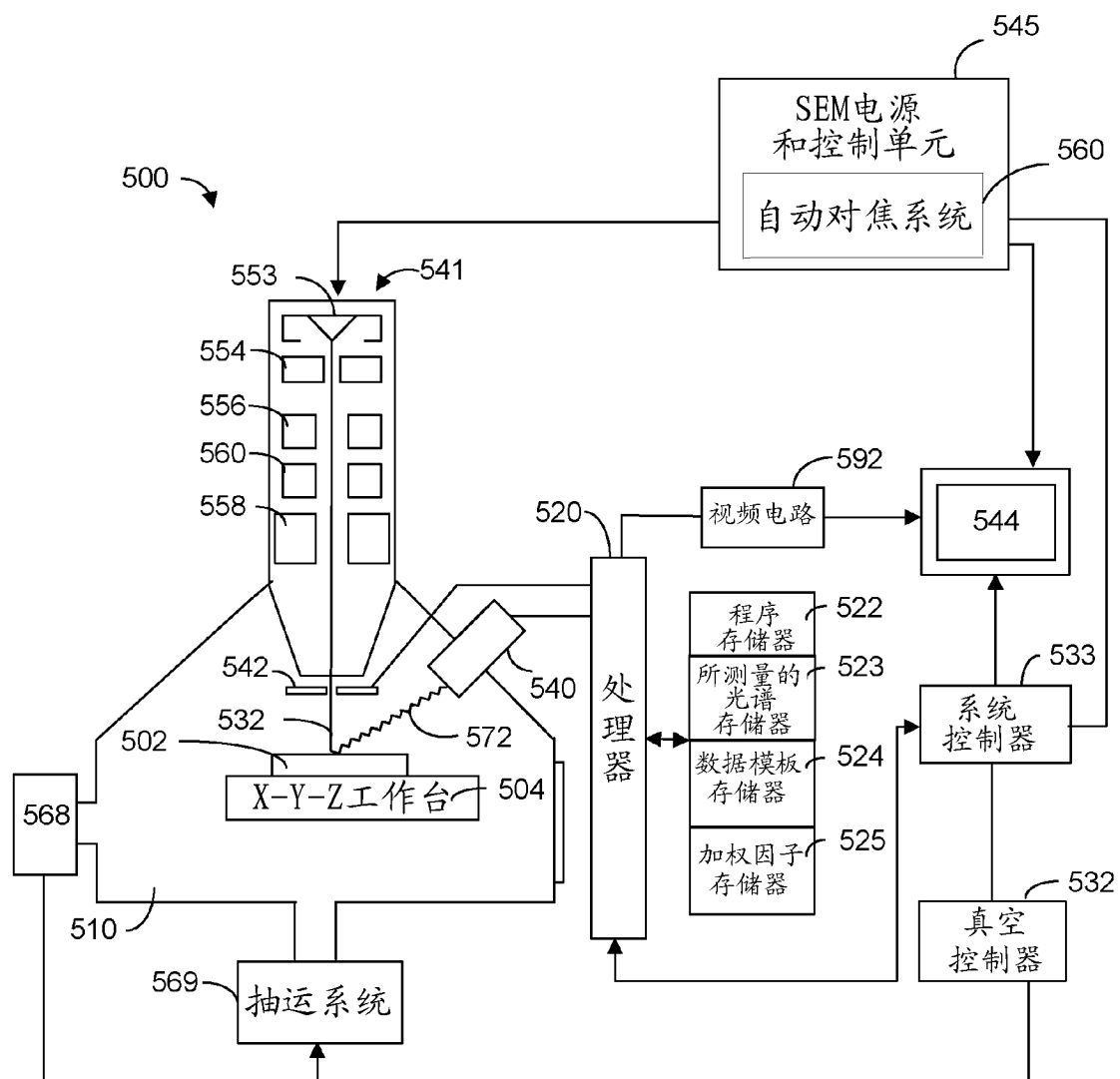


图 5

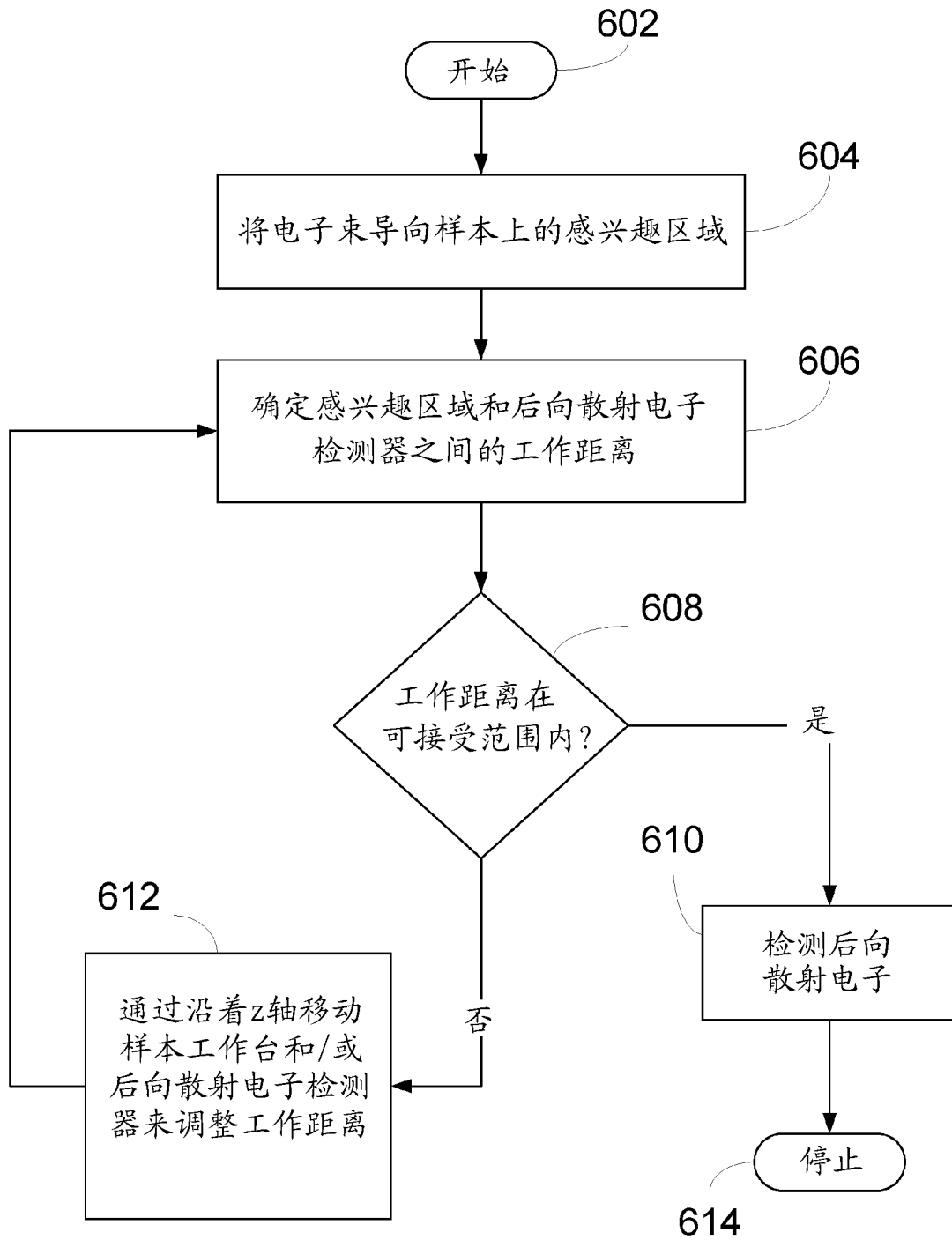


图 6

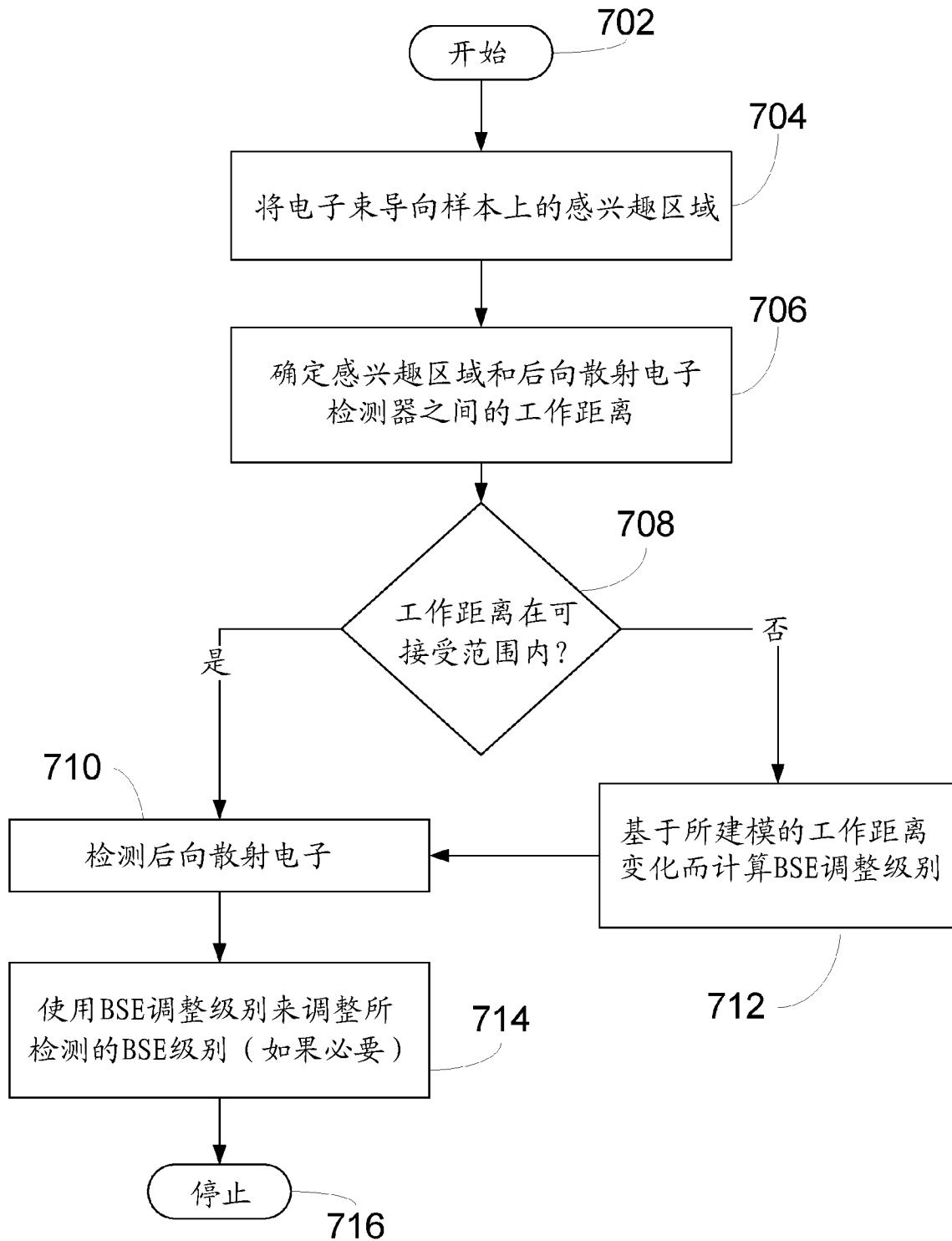


图 7

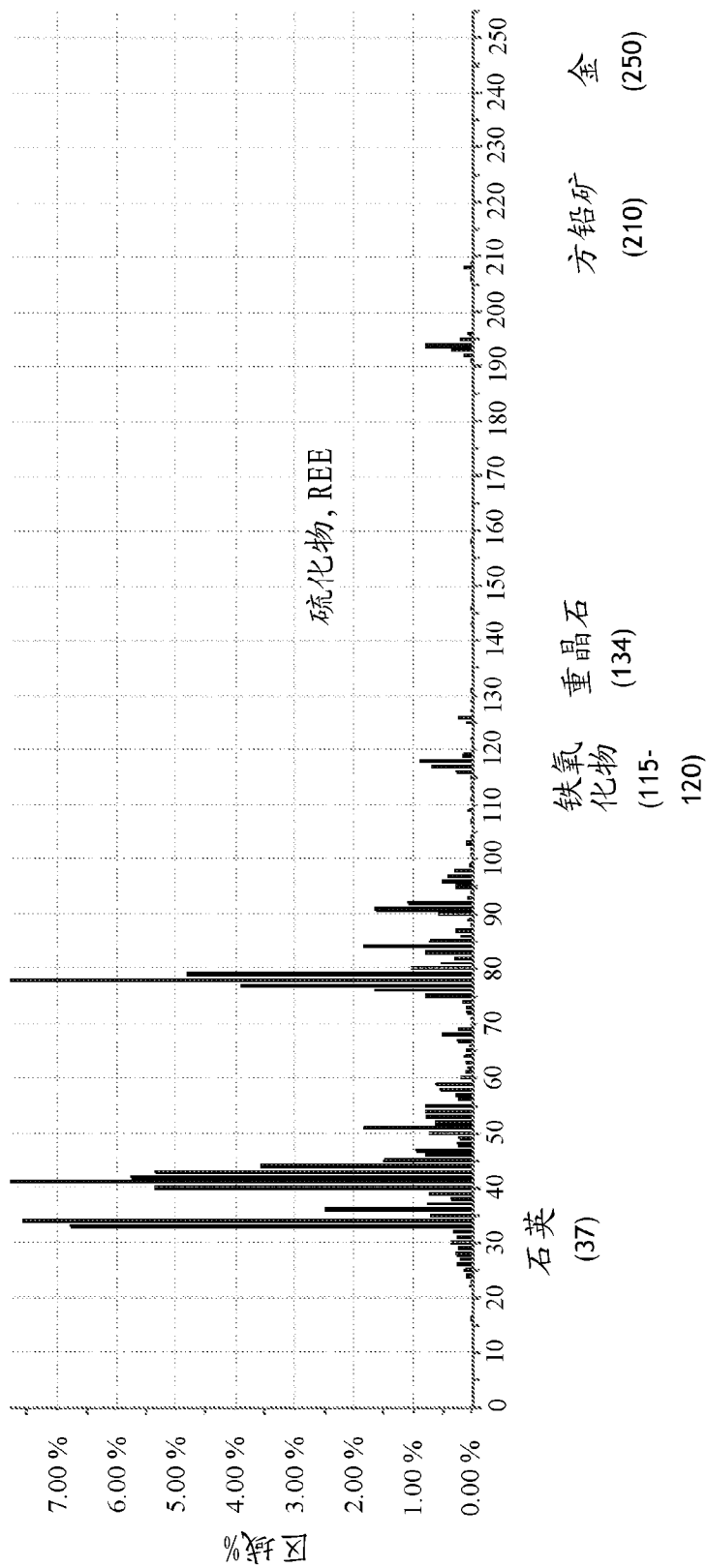


图 8

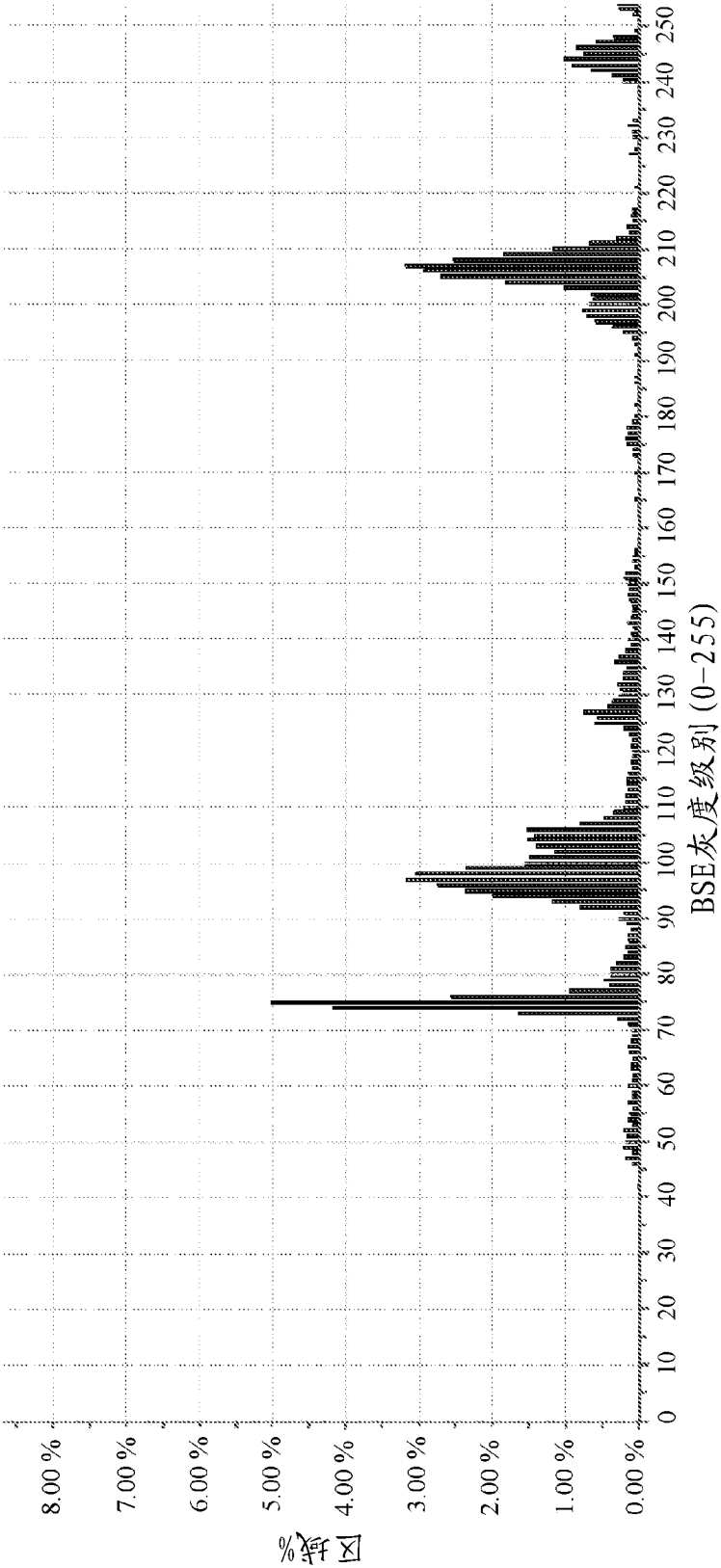


图 9