



中华人民共和国国家标准

GB/T 17359—2012/ISO 22309:2006
代替 GB/T 17359—1998

微束分析 能谱法定量分析

Microbeam analysis—Quantitative analysis using energy dispersive spectrometry

(ISO 22309:2006, IDT)

2012-07-31 发布

2013-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 试样制备	5
5 仪器准备	5
6 分析步骤	6
7 数据处理	7
附录 A (资料性附录) 谱峰的标定	10
附录 B (资料性附录) 峰鉴定/干扰	11
附录 C (资料性附录) 影响测量结果不确定度的因素	12
附录 D (资料性附录) 原子序数小于 11 的元素分析	14
附录 E (资料性附录) 单个实验室及不同实验室之间再现性研究的数据举例	15
参考文献	16

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 17359—1998《电子探针和扫描电镜 X 射线能谱定量分析通则》。

本标准与 GB/T 17359—1998 相比,主要内容变化:

——增加了轻元素定量分析的技术要求;

——增加了术语与定义;

——增加了无标样定量分析的技术要求;

——增加了测量不确定度的要求;

——增加了资料性附录 A、附录 E;

——删除了分析方法原理;

——删除了附表 1 和附表 2 的标准样品清单。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 22309:2006《微束分析 能谱法定量分析》。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会(SAC/TC 38)提出并归口。

本标准主要起草单位:核工业北京地质研究院、中国地质科学院矿产资源研究所。

本标准主要起草人:范光、葛祥坤、周剑雄、陈振宇、于阿朋。

引 言

当一种高能电子束作用到一个试样上时会产生 X 射线,这种 X 射线随着试样中不同的化学组成(原子类别)特征而具有不同的能量(波长)。每种元素的 X 射线强度与该元素在试样中的含量相关。如果用测得的这些 X 射线强度与一个适当的参考物质或一组参考物质的 X 射线强度比较并用适当的方法校正,就可得到每一元素的含量。“无标样”程序也可以提供试样的定量结果,但要有存储在软件包中的预先测量的参考 X 射线强度或通过理论计算得到的 X 射线强度与之作对比。这种基于一些假设的程序的测试精度必然比利用参考物质方法的测试精度低(见参考文献[1]~[8])。检测特征 X 射线有两种常见的方法:波谱法(WDX)、能谱法(EDX)。本标准所采用的方法是能谱法。

利用能谱法分析时,轻元素(原子序数 $Z < 11$ (Na)的元素)的定量分析更加复杂,本标准讨论了一些这方面的问题。

微束分析 能谱法定量分析

1 范围

本标准规定了用安装在扫描电镜(SEM)或电子探针(EPMA)上的能谱仪对试样上特定点或特定区域进行定量分析的方法。定量分析是指用质量分数(百分数)表示元素的含量。正确鉴别试样中所有元素是定量分析中必不可少的组成部分,因此,本标准也包含这方面的内容。本标准提供了多种能谱法定量分析方法,本标准适用于利用参考物质或“无标样”程序对质量分数高于1%的元素进行定量分析。本标准对原子序数大于10的元素的分析置信度更高。

本标准也规定了对原子序数小于11的轻元素的分析方法。

注:当没有重叠峰,并且相应的特征X射线被强烈地激发时,能谱仪也可以测量质量分数在0.1%水平的元素。本标准主要应用于表面平整试样的定量分析,基本方法也适用于表面不平整试样的分析,但会引入附加的不确定度分量。

目前没有公认的轻元素的准确能谱仪(EDS)定量分析方法,以下是几种常用于轻元素分析的EDS方法:

- a) 测量峰面积并对比峰强度。如附录D中所述的原因,这种方法对轻元素分析结果的不确定度比重元素大。
- b) 当已知试样中的轻元素以化学计量的方式与重元素($Z > 10$)结合时,该轻元素的浓度可以通过与其他元素的相关浓度比进行测定。这种方法通常用于硅酸盐矿物试样中氧的测定。
- c) 通过差值法计算浓度,即用100%减去能够分析元素的总百分数即为轻元素的百分数。这种方法只有在很好的束流稳定性和单独测量至少一个参考样品的条件下才能够应用,并且还需要精确测定样品中的其他元素。

附录D总结了重元素存在时轻元素定量分析中的问题。如果仪器上安装了能谱仪和波谱仪(WDS),可以用WDS来克服EDS分析中的低能量谱峰重叠问题。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 27025—2008 检测和校准实验室能力的通用要求(ISO/IEC 17025:2005, IDT)

GB/T 20726—2006 半导体探测器X射线能谱仪通则(ISO 15632:2002, IDT)

ISO 14594 微束分析 电子探针微分析 波谱仪实验参数测定导则(Microbeam analysis—Electron probe microanalysis—Guidelines for the determination of experimental parameters for wavelength dispersive spectroscopy)

ISO 16700:2004 微束分析 扫描电子显微术 图像放大倍数校正导则(Microbeam analysis—Scanning electron microscopy—Guidelines for calibrating image magnification)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。