



中华人民共和国国家标准

GB/T 15244—2013
代替 GB/T 15244—2002

GB/T 15244—2013

微束分析 硅酸盐玻璃的定量分析 波谱法及能谱法

Microbeam analysis —Quantitative analysis of silicate glass by wavelength
dispersive X-ray spectrometry and energy dispersive X-ray spectrometry

中华人民共和国
国家标准
微束分析 硅酸盐玻璃的定量分析
波谱法及能谱法
GB/T 15244—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2013年10月第一版 2013年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47523 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 15244-2013

2013-07-19 发布

2014-03-01 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

参 考 文 献

- [1] 李香庭,钱伟君,高建华. 玻璃的 EPMA 定量分析. 电子显微学报,1989,8(4).
- [2] 李香庭. 不稳定样品的 EPMA 分析. 电子显微学报,1994,13(1).
- [3] 李香庭,钱伟君,高建华. SiO₂-PbO 玻璃的 EPMA 定量分析方法. 电子显微学报,1995,14(5).
- [4] J Matousek, V Hulinsky, R Metselaar, J Corish. Quantitative Analysis of Multicomponent Silicate Glass by Electron Microprobe. Pure & Appl Chem. 1990,62.

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 15244—2002《玻璃的电子探针定量分析方法》

本标准与 GB/T 15244—2002 相比主要内容变化如下：

- 增加了标准样品的选择原则(见 5.1 和 5.2)；
- 删除 5.3 中 (K-44)和(K-45)；
- 增加了试样制备后的要求(见 6.1)；
- 修改了试样和标准样品蒸镀导电膜的具体要求(见 6.3)；
- 修改了仪器定量分析前开机时间的要求(见 7.1.1)；
- 增加了“分析区域较大时,也可以用电子探针的同轴光学显微镜确定分析部位”(见 7.14)；
- 加速电压选择中增加了过压比的要求,修改了不同原子序数的加速电压选择方法(见 7.2.1)；
- 增加了硅漂移能谱仪(SDD)的束流选择方法(见 7.2.2)；
- 增加了用电子束扫描的方法分析不稳定玻璃(见 7.2.3)；
- 修改了 X 射线线系的原子序数选择范围(见 7.2.4)；
- 增加了 SDD 能谱仪的测量条件(见 7.3.3)；
- 增加了 X 射线强度在测量时间内变化量小于 1%的要求(见 7.3.5)；
- 增加了轻元素的差值法测量(见 8.2)；
- 增加了无标样 EDS 定量分析方法(见 8.4)。

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。

本标准起草单位:中国科学院上海硅酸盐研究所。

本标准主要起草人:李香庭、曾毅、吴伟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15244—2002。

析。有时也可以用入射电子束在试样表面一个很小区域进行扫描分析,选择的电子束扫描范围,可以通过扩大分析区域时的 X 射线相对强度不发生变化来确定。对无法用定点分析的扫描电镜,可用大于 5 000 倍的放大倍率进行扫描的方法选择分析区域。

标样和试样的 X 射线强度要在相同的电子束直径或者相同的放大倍率下测量。

7.2.4 特征 X 射线

分析元素的原子序数 Z 为 11~30 时,通常选用 K 线系。

分析元素的原子序数 Z 为 29~71 时,通常选用 L 线系。

分析元素的原子序数 Z 为 72~92 时,通常选用 M 线系。

当分析的轻元素 $K\alpha$ 线与某些重元素的 L 线或 M 线互相重叠时,或者其他分析元素的线系之间的谱峰重叠时,可选用互相不重叠的其他线进行分析。

注:特征 X 射线的选择见 GB/T 17359—2012。

7.3 测量步骤

7.3.1 试样表面要垂直于入射电子束。

7.3.2 确定试样的分析部位后,首先用波谱仪或者能谱仪对试样进行定性分析,然后根据定性分析结果确定定量分析的元素。

7.3.3 根据 7.2 测量条件的要求,选择加速电压、束流、电子束直径和特征 X 射线线系。EDS 定量分析的 X 射线总计数应该达到 250 000 左右,应符合 GB/T 17359—2012 规定,以减小 X 射线计数的统计误差。

7.3.4 波谱仪谱峰测量时间可根据所分析元素的 X 射线计数率选择,被分析的主元素的 X 射线强度通常在 10^3 CPS ~ 10^4 CPS 范围内,测量时间一般用 5 s~10 s,背底的测量时间约为 3 s~5 s。能谱仪的测量活时间应根据能谱仪输出计数率确定,输出计数率为 2 500 CPS~5 000 CPS 时,活时间一般用 50 s~100 s。大面积 SDD 能谱仪的输出计数率较高,测量时间一般用 10 s~50 s。

7.3.5 波谱仪 X 射线测量过程中,要优先测量 Na^+ 、 K^+ 、 Ag^+ 等可迁移离子组分。

7.3.6 在选定的分析条件下,测量含碱金属的玻璃试样和标样时,应该确认 X 射线强度在测量时间内变化量小于 1%,否则,要改变加速电压、束流、电子束直径等测量条件,使 X 射线强度随测量时间的变化量小于 1%。

7.3.7 对某些不稳定玻璃试样,在改变测量条件后,X 射线强度随测量时间的变化量仍超过 1%时,则必须进行动态测量,即在 X 射线测量过程中同时移动样品台。样品台的移动速度及每次移动的距离,要根据所测量的试样大小和所测量的 X 射线强度不随时间有明显变化的要求来确定。一般情况下,可选用 20 μ m/s 的速度移动样品台。

7.3.8 对有明显离子迁移的玻璃试样,可用 X 射线收集效率明显高于 WDS 的 EDS 进行分析。为了避免离子迁移或者为了得到某个区域的元素平均值,用微区面扫描的方式进行定量分析。在不产生离子迁移的条件下,扫描面积要尽量小。标样测量时,也必须用相同的条件进行扫描分析。

8 X 射线强度测量和校正计算方法

8.1 硅酸盐玻璃的定量分析时,根据仪器自带的定量分析软件不同,可调用 Bence-Albee 定量校正计算程序(简称 B-A 法)、 $\phi(\rho z)$ 、ZAF 氧化物定量校正程序或者 XPP 化学计量法(不直接测量氧,根据所测得的其他元素含量按化学计量配氧)等定量校正程序,分别测定试样和标准样品中各元素的特征 X 射线强度和背底强度进行定量校正计算。

8.2 根据所选择的定量校正程序,对测得的标准样品和试样的 X 射线强度自动进行死时间校正、背底

微束分析 硅酸盐玻璃的定量分析 波谱法及能谱法

1 范围

本标准规定了电子探针仪(EPMA)和扫描电子显微镜(SEM)的 X 射线波谱仪(WDS)和能谱仪(EDS)对硅酸盐玻璃的定量分析方法。

本标准适用于硅酸盐玻璃试样(包括碱金属的硅酸盐玻璃)的波谱法(WDX)和能谱法(EDX)的定量分析。

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 4930—2008 电子探针分析标准样品技术条件导则

GB/T 17359—2012 微束分析 能谱法定量分析

GB/T 17366 矿物岩石的电子探针分析试样的制备方法

GB/T 28634—2012 微束分析 电子探针显微分析 块状试样波谱法定量点分析

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

场致迁移 field-induced migration

在绝缘体中由电子或离子轰击造成的内部电场使原子发生迁移的效应。

3.2

硅酸盐玻璃 silicate glass

以二氧化硅为主要成分的玻璃。最常用的有钠钙硅酸盐玻璃、钠铝硅酸盐玻璃、钠硼硅酸盐玻璃、建筑玻璃、日用玻璃、大部分光学玻璃、玻璃纤维等。

3.3

离子迁移 ion migration

在电子束照射下,试样中某些元素的离子向电子束轰击点移动的现象。

3.4

迁移组分 migration composition

在电子束照射下,试样中发生离子迁移的元素。

3.5

动态测量 dynamic measurement

在测量试样 X 射线强度的同时,移动试样台或者电子束照射点的方法。