

ICS 71.040.99
N 53



中华人民共和国国家标准

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

GB/T 17359—2012/ISO 22309:2006

微束分析 能谱法定量分析

Microbeam analysis—Quantitative analysis using energy dispersive spectrometry

(ISO 22309:2006, IDT)

中华人民共和国
国家标准

微束分析 能谱法定量分析

GB/T 17359—2012/ISO 22309:2006

*

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

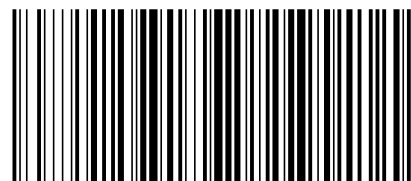
*

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 34 千字
2012年11月第一版 2012年11月第一次印刷

*

书号: 155066·1-45829 定价 24.00 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 17359-2012

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

参 考 文 献

- [1] ASTM E1508,1998(2003),Standard Guide to Quantitative Analysis by Energy—Dispersive Spectroscopy
- [2] ENV 1071-4,Advanced technical ceramics—Methods of test for ceramic coatings—Part 4: Determination of chemical composition
- [3] HEINRICH,K. F. J. Electron Beam X-Ray Microanalysis, Van Nostrand Reinhold Company,1981
- [4] HEINRICH, K. F. J. and NEWBURY, D. E. Electron Probe Quantitation, Plenum Press, 1991
- [5] Ed: HREN, J. J., GOLDSTEIN, J. I. and JOY, D. C. Introduction to Analytical Electron Microscopy, Plenum Press, 1979
- [6] SCOTT, V. D., LOVE, G. and REED, S. J. B. Quantitative Electron—Probe Microanalysis, Second edition, Ellis Horwood, 1995
- [7] REED, S. J. B. Electron Microprobe Analysis, Second edition, Cambridge University Press, 1993
- [8] GOLDSTEIN, J. I. et al. Scanning Electron Microscopy and X-ray Analysis—A Text for Biologists, Materials Scientists, and Geologists, Third edition, Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2003
- [9] ASTM E3-01, Standard Practice for Preparation of Metallographic Specimens
- [10] Table 14. 6. K series X-Ray Wavelength and Energies, Table 14. 7. L series X-Ray Wavelength and Energies, Table 14. 8. M series X-Ray Wavelength and Energies in reference[8]
- [11] WHITE, E. W. and JOHNSON, G. G. X-ray Emission and Absorption Wavelengths and Two—Theta Tables, ASTM Data Series DS 37A, 1970
- [12] ISO Guide 33:2000, Uses of certified reference materials
- [13] EURACHEM/CITAC, Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 2nd edition, ed: Ellison, S. L. R., Rosslein, M. and Williams, A, 2000
- [14] Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML, Geneva (1996) ISBN 92-67-10188-9
- [15] FARRANT, T. Practical Statistics for the Analytical Scientist: A Bench Guide, Royal Society of Chemistry, 1997
- [16] ASTM E456-04, Standard Terminology for Relating to Quality and Statistics
- [17] MARINENKO, R. B., BIANCANIELLO, F., BOYER, P. A. and RUFF, A. W. Standard Reference Materials: Preparation and Characterization of an Iron-Chromium-Nickel Alloy for Microanalysis, SRM 479a, NBS Special Publication 260-70, 1981
- [18] ISO 14595, Microbeam analysis—Electron probe microanalysis—Guidelines for the specification of certified reference materials (CRMs)

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

附录 D
(资料性附录)

原子序数小于 11 的元素分析

D.1 如果用轻元素和重元素的 L 线或 M 线进行定量分析,会引起除本标准提到的问题之外的其他许多问题。首先,由于试样产生的谱图会出现 L 线和 M 线与来自低能量 K 线相应谱峰的重叠,操作者在处理这些问题时应特别谨慎,并注意下面的要点:除非所有假峰(尤其是 C 和 O 的假峰)的影响已被清除,否则定性分析也不正确。

利用参考物质校验实验技术的有效性是这类工作的基本特征。

D.2 用 EDS 分析时,低能量的谱峰都非常靠近,它们的分离效果没有高能量峰的分离效果好,轻元素的 K 线系谱峰与重元素的 L 和 M 线系谱峰经常重叠。低于 1 keV 的 L 和 M 线系峰的峰形不能被正确地分辨,当出现重叠峰时(如 Ti/N、V/Cr/O、Mn//Fe/F),峰强度的测量取决于软件峰剥离的方法。

D.3 重叠峰的出现也会使背底修正变得困难。如果探测器的效率未知,或者由于系统安装后产生了污染使探测器的效率发生了变化,那么外推的背底曲线就不准确。

D.4 在 20 kV 的加速电压下,低能量 X 射线的强烈吸收及吸收系数的不确定性很大,引起峰强度的不确定性远大于高能量峰强度的不确定性。在低加速电压下,吸收较小,但导电膜或污染物薄膜的影响会很明显,这与高能量峰的过压比减小产生的影响相同。在 20 kV 时,试样表面倾斜几度就会使一些低能量峰强度变化 10% 甚至更高。另外,在低加速电压下,大多数试样表面存在的氧化薄层成分会被增强,所以测量的氧的质量百分比并不代表试样中氧的真实组成。

D.5 用碳导电膜时,大约有 10% 的氮的 $K\alpha$ 信号被 20 nm 厚度的碳薄膜吸收。薄膜本身也产生碳峰,即碳膜对测量的碳峰强度也有影响。

D.6 轻元素的定量分析要求试样室无污染。在分析过程中,电子束下的试样表面会产生碳的污染物,这在非常清洁真空系统下可以忽略,但每分钟产生几个纳米厚度的污染物是不能忽略的。碳导电薄膜和碳污染物层能吸收低能量 X 射线并产生碳的 X 射线峰。真空油会凝结在探测器窗口上并使低能量峰效率逐渐降低。水蒸气会穿过薄膜窗口,探测器真空中的一些物质长时间也会放气,并在探测晶体的前表面产生结冰和污染。低能量线会更有可能会受到所有这些使探测器效率发生变化的因素影响。

D.7 用碳导电胶使试样接地时,背散射电子撞击试样表面会产生假的碳 X 射线。试样表面的碳导电镀膜、在探测器前面的安装磁性电子阱也会产生碳 X 射线。

D.8 当计数率超过几千计数/s 时,碳的和峰会被错误地认为是氧的 $K\alpha$ 峰。

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。