实验室应对其检测方法的不确定度进行分析，影响电子探针定量分析结果的不确定度的主要来源有试样制备、仪器校准、分析条件选择、标样选择和校正方法等。详细的不确定度来源可参见ISO 22309:2006 附录 C。

11 结果报告

结果报告应包括 ISO/IEC 17025 要求的内容，特别是结果报告中应包括以下信息：

a) 仪器名称、型号；
b) 分析条件(包括加速电压、电子束电流、束斑直径、检出角等)；
c) 使用的标样；
d) 校正方法(如果不是采用 ZAF 校正)；
e) 分析结果的不确定度估计(客户要求时提供)。

GB/T 15616-2008

版权专有 侵权必究

*
书号:155066·1-34671
定价： 10.00 元

ICS 71.040.99
N 53

中华人民共和国国家标准

GB/T 15616—2008
代替 GB/T 15616—1995

金属及合金的电子探针定量分析方法

Quantitative method for electron probe microanalysis of metals and alloys

2008-08-20 发布 2009-04-01 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

8.4.3.2　选择谱峰两侧合适的位置(避开干扰线和吸收边)测量 I_{B1} 和 I_{B2},利用上述比值 a 计算试样背底强度:

$$I_B = a_1 \times I_{B1}$$

或

$$I_B = a_2 \times I_{B2}$$

9　计算元素质量分数

9.1　对各元素谱峰强度 I' 进行死时间校正,见 GB/T 15074。

9.2　分别对各元素谱峰计数和背底强度做束流校正,校正方法见 GB/T 15074。

9.3　计算特征谱峰强度,计算见式(2):

$$I_P^0 = I_i^0 - I_B^0$$

$$I_P = I_i - I_B \qquad \cdots\cdots (2)$$

式中:

有上标"0"代表标样,没有上标的代表试样,I_i 是未扣除背底前谱的强度计数,I_p 是扣除背底后谱峰强度计数。

9.4　计算强度比(K 值)

9.4.1　采用纯元素标样时,元素 i 的 K 值计算见式(3):

$$K_i = (I_P/I_P^0)_i \qquad \cdots\cdots (3)$$

9.4.2　采用含 i 元素的合金或化合物作标样时,元素 i 的 K 值计算见式(4):

$$K_i = \left(\frac{I_P}{I_P^0} \cdot C_i^0\right)_i \qquad \cdots\cdots (4)$$

式中:

C_i^0——标样中元素 i 的质量分数。

9.5　基体校正——ZAF 校正

ZAF 校正方法是电子探针定量分析中普遍使用的一种校正方法,适用于块状固体试样中除超轻元素以外的元素($11<Z<92$)定量分析的校正处理,它是根据电子和物质相互作用的基本物理过程,用三个近似独立的系数 Z、A 和 F 的相乘积来代表试样中各种元素的校正函数,其中:

Z——试样中各元素综合原子序数校正系数;

A——试样中各元素综合的吸收校正系数;

F——各元素间的特征 X 射线相互激发的荧光效应校正系数。

Z、A、F 系数与试样基体中各元素的含量、原子序数、加速电压、X 射线检出角有关。关于 Z、A 和 F 的计算可参见 ISO 22489 及其所引用的有关文献。

也可以选择其他校正方法,见 GB/T 15074 和 ISO 22489。

9.6　计算试样中元素 i 的质量分数

试样中元素 i 的质量分数 C_i 的计算公式见式(5):

$$C_i = K_i \cdot (Z \cdot A \cdot F)_i \qquad \cdots\cdots (5)$$

Z、A、F 分别为原子序数、吸收、和荧光校正系数。

10　分析准确度

分析准确度取决于所分析元素的质量分数、检测条件和校正计算,本方法分析准确度为:

a)　元素含量在 40%～100%时,相对误差≤2.0%;

b)　元素含量在 20%～40%时,相对误差≤4.0%;

c)　元素含量在 10%～20%时,相对误差≤6.0%;

d)　元素含量在 1%～10%时,相对误差≤15.0%。

中　华　人　民　共　和　国
国　家　标　准
金属及合金的电子探针定量分析方法
GB/T 15616—2008
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946　68517548
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 0.5　字数 8 千字
2008 年 11 月第一版　2008 年 11 月第一次印刷
*
书号:155066·1-34671　定价 10.00 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)68533533

6.3 如显微分析需要同时对照观察组织，则建议试样与标样表面作同样轻度腐蚀，并注意腐蚀后用超声波清洗装置清洗表面。

6.4 试样应是块状的金属与合金，颗粒状试样需镶嵌后再研磨和抛光，颗粒度不小于 5 μm。

6.5 镶嵌、研磨、抛光和组织显示方法应按照 GB/T 13298 进行。

7 实验条件

7.1 仪器处于定量分析所要求的校准状态和稳定状态，见 GB/T 15074、ISO 22489。

7.2 根据待检测试样中所含元素和分析要求选择分析线系、分光晶体、加速电压、电子束束流、束斑直径和测量时间。

7.2.1 推荐采用的线系

a) 被分析元素原子序数＜32 时，采用 K 线系；

b) 被分析元素原子序数 72≥Z≥32 时，采用 L 线系；

c) 被分析元素原子序数＞72 时，采用 M 线系。

按照常规分析线系，如有谱线重叠时，可依次选用 K_α，L_α，M_α，K_β，L_β，M_β 等其他线分析。

7.2.2 按所要检测元素的 X 射线线系选择相应的分光谱仪及分光晶体，一般情况下可参照仪器操作说明书进行选择，但是应注意根据所分析材料的情况，尽量使用同一块分光晶体检测其中尽可能多的元素，以降低因为谱仪位置调整引起的误差。

7.2.3 加速电压应选择试样中被检测主要元素分析线的临界激发电压的 2 倍～3 倍，通常采用 20 kV～25 kV。

7.2.4 电子束流的选择

7.2.4.1 一般在 1×10^{-8} A～1×10^{-7} A 范围内选用。

7.2.4.2 电子束流应调到使主元素分析线系的特征 X 射线计数率大于 1×10^{3} CPS；

7.2.4.3 对于含量近于 1%的微量元素可适当加大电流（改变束流时，分析位置不应改变），使其特征 X 射线在规定的计数时间内总计数不少于 3 000。

7.2.5 束斑直径

通常应将束斑调到最小，如需获得较大区域的平均成分，可适当扩大束斑，但不得超过 50 μm。

7.2.6 检测时间的确定

7.2.6.1 根据元素的含量，可在 10 s～60 s 范围内选择，要满足 7.2.4.2 和 7.2.4.3 计数条件。

7.2.6.2 背底测量时间可在 6 s～10 s 范围内选择。

8 检测方法和步骤

8.1 参照 GB/T 20725 的要求进行定性分析，确定被分析试样中的主要元素和次要元素。

8.2 根据定性分析结果，确定标样和实验条件。

8.3 选择一种成分与试样相近的标样检验仪器的分析可靠性。

8.4 测量特征 X 射线的峰值强度和背底强度：

8.4.1 测量标样元素的特征 X 射线的峰值强度 I_i^0，并在谱峰左右选择合适位置测量背底强度 I_{B1}^0 和 I_{B2}^0。

8.4.2 在完全相同的实验条件下，测量试样中元素的特征 X 射线的峰值强度 I_i 和背底强度 I_{B1} 和 I_{B2}。

8.4.3 背底强度计算

8.4.3.1 用在标样上谱峰两侧对称处测量的计数值 I_{B1}^0 和 I_{B2}^0，按式(1)计算背底强度 I_B^0 值和比值 a：

$$I_B^0 = (I_{B1}^0 + I_{B2}^0)/2 \qquad \cdots\cdots(1)$$

$$a_1 = I_B^0/I_{B1}^0$$

或

$$a_2 = I_B^0/I_{B2}^0$$

前　言

本标准代替 GB/T 15616—1995《金属及合金的电子探针定量分析方法》。

本标准与 GB/T 15616—1995 相比主要变化如下：

——在“范围”中删除了原“浓度在 1%以上”的规定，增加“也适用于用配置了波谱仪的扫描电子显微镜对金属及合金做定量分析”的规定；

——增加了引用标准；

——部分术语按 ISO 23833:2006 进行了修改；

——增加第 11 章“结果报告”；

——删除了原标准附录 A。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会提出。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：钢铁研究总院、北京航空材料研究院。

本标准起草人：朱衍勇、钟振前、毛允静、董玉琢。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 15616—1995。