



中华人民共和国国家标准

GB/T 17359—2023

代替 GB/T 17359—2012

微束分析 原子序数不小于 11 的元素 能谱法定量分析

Microbeam analysis—Quantitative analysis using energy-dispersive spectrometry (EDS) for elements with an atomic number of 11 (Na) or above

(ISO 22309:2011, MOD)

2023-12-28 发布

2024-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

| | |
|--|-----|
| 前言 | I |
| 引言 | III |
| 1 范围 | 1 |
| 2 规范性引用文件 | 1 |
| 3 术语和定义 | 2 |
| 4 试样制备 | 4 |
| 5 仪器准备 | 5 |
| 6 分析步骤 | 5 |
| 7 数据处理 | 6 |
| 7.1 通则 | 6 |
| 7.2 峰的识别 | 6 |
| 7.3 峰强度的估计 | 7 |
| 7.4 k 值的计算 | 7 |
| 7.5 基体效应 | 7 |
| 7.6 参考物质的应用 | 7 |
| 7.7 无标样分析 | 7 |
| 7.8 结果的不确定度 | 8 |
| 7.9 结果报告 | 9 |
| 附录 A (资料性) 原子序数小于 11 的元素分析 | 10 |
| 附录 B (资料性) 谱峰与干扰峰鉴别 | 11 |
| 附录 C (资料性) 谱峰的标定 | 12 |
| 附录 D (资料性) 影响测量结果不确定度的因素 | 13 |
| 附录 E (资料性) 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

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 17359—2012《微束分析 能谱法定量分析》，与 GB/T 17359—2012 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 删除了吸收校正、原子序数校正、韧致辐射、有证参考物质、电子探针显微分析、荧光校正、入射电子束能量、EDS 定量分析、溯源性、X 射线吸收的术语和定义(见 2012 年版的 3.1、3.4、3.7、3.8、3.12、3.15、3.17、3.24、3.32、3.35)；
- b) 更改了能量分辨率和空间分辨率的术语及定义(见 3.21、3.22,2012 年版的 3.28、3.29)；
- c) 更改了试样均匀性的要求(见 4.2,2012 年版的 4.2)；
- d) 更改了清除试样表面污染物的要求(见 4.3,2012 年版的 4.3)；
- e) 更改了试样制备的要求(见 4.5,2012 年版的 4.5)；
- f) 更改了试样导电性的要求(见 4.6,2012 年版的 4.6)；
- g) 更改了参考物质的要求(见 4.8,2012 年版的 4.8)；
- h) 更改了探测器的要求(见 5.5,2012 年版的 5.5)；
- i) 更改了加速电压的要求(见 6.1,2012 年版的 6.1)；
- j) 更改了系统计数率范围的要求(见 6.2,2012 年版的 6.2)；
- k) 更改了选择分析位置的要求(见 6.5,2012 年版的 6.5)；
- l) 更改了峰的识别的要求(见 7.2,2012 年版的 7.2)；
- m) 更改了参考物质应用的要求(见 7.6,2012 年版的 7.6)；
- n) 更改了确认分析方法的要求(见 7.8.2,2012 年版的 7.8.2)；
- o) 更改了分析结果归一化的要求[见 7.9 j),2012 年版的 7.9 j)]。

本文件修改采用 ISO 22309:2011《微束分析 原子序数大于等于 11(Na)的元素能谱法定量分析》。

本文件与 ISO 22309:2011 相比做了下述结构调整：

——根据附录在正文中的提及顺序，调整了附录的编排顺序。

本文件与 ISO 22309:2011 的技术差异及其原因如下：

- 用规范性引用的 GB/T 20726—2015 替换了 ISO 15632:2002(见 5.1、5.4、5.5)，以适应我国的技术条件，增加可操作性；
- 用规范性引用的 GB/T 27025—2019 替换了 ISO/IEC 17025:2005(见 7.9)，以适应我国的技术条件，增加可操作性；
- 用规范性引用的 GB/T 30705 替换了 ISO 14594[见 6.1 c)]，以适应我国的技术条件，增加可操作性；
- 用规范性引用的 GB/T 27788 替换了 ISO 16700(见 6.3)，以适应我国的技术条件，增加可操作性；
- 删除了文中未引用的“吸收校正、原子序数校正、韧致辐射、有证参考物质、电子探针显微分析、荧光校正、入射电子束能量、EDS 定量分析、溯源性、X 射线吸收”的术语和定义，以符合我国标准的编写规则；
- 修改了能量分辨率和空间分辨率的术语及定义，使其更加明确地区分能量分辨率和空间分辨

率(见 3.20、3.21)。

本文件做了下列编辑性改动：

——删除了 ISO 22309:2011 3.16 的注(见 3.10)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国微束分析标准化技术委员会(SAC/TC 38)提出并归口。

本文件起草单位：核工业北京地质研究院、中国地质科学院矿产资源研究所、中国科学院地质与地球物理研究所、广东省科学院工业分析检测中心。

本文件主要起草人：范光、葛祥坤、陈振宇、于阿朋、毛骞、伍超群。

本文件于 2012 年首次发布，本次为第一次修订。

引 言

高能电子束作用于试样上会产生 X 射线,这种 X 射线随着试样中不同的化学组成(原子类型)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。如果能够测量这些 X 射线强度,将其与一个适当的参考物质或一组参考物质的 X 射线强度作比较,并用适当的方法校正,那么每一元素的含量就能得以测定。“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先前测量的参考 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准确度必然比利用参考物质方法的测试准确度低(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)和能谱法(EDS)。本文件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,本文件讨论了一些有关这方面的问题。

微束分析 原子序数不小于 11 的元素 能谱法定量分析

1 范围

本文件描述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,本文件也包含这方面的内容。本文件描述了多种能谱法定量分析方法。

本文件适用于利用参考物质或“无标样”程序对质量分数高于 1%的、原子序数 $Z > 10$ 的元素进行定量分析。

本文件也给出了对原子序数小于 11 的轻元素分析方法的信息。

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。本文件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法(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 A 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试样中的其他元素。

附录 A 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。然而,许多其他问题对于这两种技术来说都是共同的。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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—2019 检测和校准实验室能力的通用要求(ISO/IEC 17025:2017,IDT)

GB/T 20726—2015 微束分析 电子探针显微分析 X 射线能谱仪主要性能参数及核查方法(ISO 15632:2012,IDT)

GB/T 27788 微束分析 扫描电镜 图像放大倍率校准导则(GB/T 27788—2020,ISO 16700:2016,IDT)

GB/T 30705 微束分析 电子探针显微分析 波谱法实验参数测定导则(GB/T 30705—2014,ISO 14594:2009,MOD)