

MV_RR_CNG_0396 电子探针和扫描电镜 X 射线能谱定量分析通则

1. 电子探针和扫描电镜 X 射线能谱定量分析通则说明

编号	GB/T 17359—1998
名称	(中文) 电子探针和扫描电镜 X 射线能谱定量分析通则 (英文) General specification of X-ray EDS quantitative analysis for EPMA and SEM
归口单位	全国微束分析标准化技术委员会
起草单位	中国有色金属工业总公司北京有色金属研究总院、地矿部地质科学研究院矿床地质研究所、核工业部北京地质研究院共同负责起草。
主要起草人	刘安生、周剑雄、张宜
批准日期	
实施日期	
替代规程号	
适用范围	本标准规定了与电子探针和扫描电镜联用的X射线能谱仪的定量分析方法的技术要求和规范。本标准适用于电子探针和扫描电镜X射线能谱仪对块状试样的定量分析。
主要技术要求	
是否分级	否
检定周期（年）	
附录数目	2
出版单位	中国标准出版社
检定用标准物质	
相关技术文件	GB/T 4930—93 电子探针分析标准样品通用技术条件 GB/T 15074—94 电子探针定量分析方法通则
备注	

2. 电子探针和扫描电镜 X 射线能谱定量分析通则摘要

1 范围

本标准规定了与电子探针和扫描电镜联用的 X 射线能谱仪的定量分析方法的技术要求和规范。本标准适用于电子探针和扫描电镜 X 射线能谱仪对块状试样的定量分析。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，

所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 4930—93 电子探针分析标准样品通用技术条件

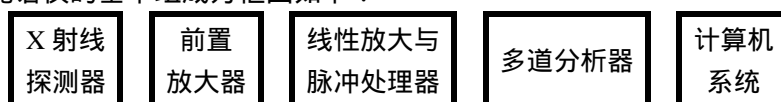
GB/T 15074—94 电子探针定量分析方法通则

3 分析方法原理

在电子探针和扫描电镜等分析仪器中，应用一定能量并被聚焦的电子束轰击样品时，被轰击区发射出样品中所含元素的特征 X 射线，利用半导体探测器的能量色散特性，对接收的信号进行转换、放大。再经过线性放大器、脉冲处理器、多道分析器的进一步放大、处理和分析，可获得各元素的特征 X 射线的能谱及其强度值，再通过与相应元素的标准样品的 X 射线能谱的对比测定，以及修正计算处理，最终可以获得被测样品的化学组成的定量分析结果。

4 射线能谱仪

4.1 X 射线能谱仪的基本组成方框图如下：



4.2 X 射线能谱仪的主要组成部分

4.2.1 X 射线探测器：通常是 Si(Li) 半导体探测器，用于探测试样发射的 X 射线，使能量不同的 X 射线转换为电压不同的电脉冲信号。

4.2.2 前置放大器：将来自探测器的信号作初级放大。

4.2.3 线性放大器和脉冲处理器：将经过前置放大器初级放大的信号作进一步放大、并进行模拟或数字化处理。

4.2.4 多道分析器：将来自脉冲处理器的信号作进一步处理，完成对 X 射线谱的能量和强度的初步分析。

4.2.5 电子计算机系统：配备有能满足能谱分析所必须的功能完整的硬件和相应的各种分析程序软件，用于对从试样收集到的 X 射线能谱进行定性和定量分析，并输出分析结果。

5 试样

5.1 各种不同种类的试样制备，应按照 GB/T 15074 的有关规定操作

5.2 将试样制成适于装入所用仪器样品座内的尺寸，并将试样分析表面磨平、抛光。

5.3 试样表面要作净化处理，如用无水乙醇或丙酮溶液清洗，或用超声波清洗装置进行清洗，去掉一切外来的污染物。

5.4 对不允许磨光的样品，应在显微镜下观察和挑选出较为平坦的表面，以备分析用。

5.5 不导电的样品要喷镀碳膜或其他导电膜。并保证与试样座有良好的导电通路。

6 标准样品

标准样品的选择原则。

6.1 首先选用国家标准化行政主管部门批准颁发的国家级标准样品。若尚无合适的国标时，可选用相应机构认可的研究标样。

6.2 应尽量选择成分和结构与被分析试样相近的标准样品。

6.3 应检查标准样品的有效期、表面质量(清洁度、无损伤划痕)和导电性。

7 测量前的准备

- 7.1 电子探针仪或扫描电镜的电子枪灯丝充分预热，使发射电流稳定。
- 7.2 对电子光学系统进行合轴调整。
- 7.3 X 射线能谱仪：
- 7.4 经常检查 X 射线探测器的窗口污染程度：
- 7.5 X 射线能谱仪的系统检查：
- 7.6 运行相应的 X 射线能谱定量分析程序。

8 测量条件的选择

- 8.1 加速电压的选择应是样品中主要元素的特征 X 射线的临界激发电压的 2~3 倍以上。在定量分析时，推荐使用如下的加速电压值：

常见金属和合金：25 kV
硫化物：20 kV
硅酸盐和氧化物：15 kV
超轻元素（<F）：10 kV

- 8.2 调节电子束入射束流的大小，通常为 $1 \times 10^{-9} \sim 1 \times 10^{-10}$ A，使 X 射线总计数率在 2 000 ~ 3 000 cps 范围内（生物样品可在 800 cps 左右），并使死时间小于 30%。在定量分析过程中，电子束流应保持稳定。

- 8.3 被分析特征 X 射线系的选择。

- 8.3.1 一般原则：优先采用被分析元素的主要发射线系，若样品中含有其他元素对该特征线造成干扰，可按下列顺序选择其他线系：K、L、M、K、L、M。

- 8.3.2 推荐采用的线系：

被分析元素原子序数 $Z < 32$ 时，采用 K 线系
被分析元素原子序数 $32 \leq Z \leq 72$ 时，采用 L 线系
被分析元素原子序数 $Z > 72$ 时，采用 M 线系

- 8.3.3 选择不受重叠峰、逃逸峰等干扰的谱线，在确定有峰干扰时应认真作谱峰剥离。

- 8.4 计数时间设定应满足分析精密度的要求，一般为 100 s。或使全谱总计数量大于 200 000。在测量低含量元素并有精度要求时，应适当延长计数时间。使满足下式要求：

$$N_p - N_b \geq 3\sqrt{NB}$$

式中： N_p ——该元素谱峰处计数；
 N_b ——本底处计数。

9 测量分析步骤

- 9.1 分析部位的确定

- 9.2 定性分析

选用加速电压(25 kV)和计数时间(100 s)，检查试样中所含元素的种类和确定大致含量。

- 9.3 建立标准样品数据库

根据定性分析结果，建立或调用相应的标准样品的数据文件。建立被分析样品的文件清单(元素、价态、线系、测量条件，处理模式)等。

- 9.4 定量分析

10 允许误差

以下规定适用于不包含超轻元素的样品。

- 10.1 对平坦的无水分、致密、稳定和导电良好的样品，定量分析总量偏差小于 $\pm 3\%$ 。
- 10.2 对于不平坦样品，可用三点分析结果的平均值表示，或在总量偏差小于等于 $\pm 5\%$ 的情况下，如确认没有遗漏元素时，允许使用归一化值作为定量分析结果。偏差大于 $\pm 5\%$ 时，只能作半定量分析结果处理。
- 10.3 主元素($> 20\%$ wt)的允许的相对误差 5%；
 - 3% wt 含量 20% wt 的元素，允许的相对误差 10%；
 - 1% wt 含量 3% wt 的元素，允许的相对误差 30%；
 - 0.5% wt 含量 1% wt 的元素，允许的相对误差 $< 50\%$ 。

11 分析结果的发布

- 11.1 定量分析结果的报告格式参见 GB/T 15074，并应附有以下具体说明。
- 11.2 应说明选用标准样品的种类、级别。
- 11.3 应说明选用修正计算方法的名称。
- 11.4 多数元素的能谱探测极限约在 0.1% wt 左右，对于低于 0.1% wt 的分析值应有分析方法的补充说明。

注：需要查阅全文，请与出版发行单位联系。