

ICS 37.020
N 33



中华人民共和国国家标准

GB/T 18735—2002

分析电镜(AEM/EDS)纳米薄标样 通用规范

General specification of nanometer thin standard specimen for
analytical transmission electron microscopy (AEM/EDS)

2002-05-22 发布

2002-12-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语	1
4 标样的技术要求	2
5 试样的检测	2
6 包装与贮运	3

前 言

本标准无相应国际标准参照,是我国首次在该领域制定的国家标准,本标准规定的各项准则,主要适用于分析电镜,即透射电子显微镜——X射线能谱仪(AEM/EDS),依据比值法即Cliff-Lorimer法进行无机薄样品定量分析时,测量比例因子 K_{A-B} 所需纳米薄标样的通用规范和检测方法。

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:武汉理工大学、中科院广州地球化学研究所。

本标准起草人:孙振亚、刘永康。

分析电镜(AEM/EDS)纳米薄标样 通用规范

1 范围

本标准规定了分析电镜(AEM/EDS)即透射电子显微镜或装有扫描附件的透射电镜——X射线能谱仪,测量比例因子(K_{A-B})所用纳米薄标样的技术要求、检测条件和检测方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 4930—1993 电子探针分析标准样品通用技术条件

3 术语

3.1

临界厚度 critical thickness

在一定的加速电压下,样品分析区域对X射线的吸收效应可以忽略而无须做吸收校正时的最大厚度。

临界厚度 T_s 可用下式表示:

$$T_s = 1 / (5 \rho | \mu_B - \mu_A | \csc \alpha) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——试样的密度;

μ_A ——元素A的特征X射线在样品中的质量吸收系数;

μ_B ——元素B的特征X射线在样品中的质量吸收系数;

α ——与X射线能谱仪相关的X射线出射角。

引用上式,忽略吸收效应,测量两个元素A、B的特征X射线强度比值 I_A/I_B 时,产生的相对误差最大为10%。

3.2

比例因子 ratio factor

在一定的工作电压下,对已知成分且厚度小于或等于临界厚度的薄试样,从同一微区同时测得元素A与B的特征X射线某一谱线强度,则比例因子 K_{A-B} 由下式给出:

$$K_{A-B} = (C_A/C_B) \times (I_B/I_A) \quad \dots\dots\dots (2)$$

上式中A和B分别为试样中待测元素和参考元素。 C_A 和 C_B 则分别为元素A和B的化学定值质量百分比含量; I_A 和 I_B 则为相同分析条件下,元素A和B相应的特征X射线测量强度。

同样的方法,可测得试样中其他元素的比例因子。如果已知第三个元素C的比例因子 K_{C-B} ,则元素