

中华人民共和国国家标准

GB/T 18735—2014 代替 GB/T 18735—2002

微束分析 分析电镜(AEM/EDS) 纳米薄标样通用规范

Microbeam analysis—General guide for the specification of nanometer thin reference materials for analytical transmission electron microscope (AEM/EDS)

2014-07-24 发布 2015-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 皮 布 国 国 家 标 准 化 管 理 委 员 会

目 次

前	言	••••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	••••••	••••••	••••••	••••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	 • • • • • • • • • •	••••••	• • • •	Ι
弓	言			•••••		•••••	••••••		 • • • • • • • • • • • • • • • • • • • •		••••	\prod
1	范	围				• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••	••••••	 		•••••	1
2	规	范性引用文	.件			• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••	••••••	 		•••••	1
3	术	语和定义·		• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •			•••••	 	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •		1
4	薄	标样的技术	要求	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •		•••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	 	• • • • • • • • • •	•••••	2
5	研	究材料的检	ⅰ测	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	 	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••	3
	5.1		•••••									
	5.2	样品台 ·		• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •			•••••	 	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••	3
	5.3	测量条件	与方法 "		• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •			•••••	 			3
	5.4	薄标样判	别依据 …	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •			•••••	 	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •		4
6	标	样的分级·		• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	 	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••	4
	6.1	薄标样化	学成分的活	则定			•••••	•••••	 			4
	6.2	薄标样级	别的确定	••••••			•••••	••••••	 	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••	4
7	包	装与贮运·		• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •		•••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	 	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••	4
	7.1	标样包装	•••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •			•••••	 			4
	7.2	运输		• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •		•••••	•••••	 	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••	4
	7.3	保管		• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •			•••••	 			5
	7.4	标样的有	效期	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •		•••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	 	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••	5
숧	老士	ナ 献						•••••	 			6

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 18735-2002《分析电镜(AEM/EDS)纳米薄标样通用规范》。

本标准与 GB/T 18735-2002 相比主要变化如下:

- ——中英文名称修改为:"微束分析 分析电镜(AEM/EDS)纳米薄标样通用规范"和"Microbeam ananlysis—General guide for the specification of nanometer thin reference materials for analytical transmission electron microscope (AEM/EDS)";
- ——修改了适用范围的内容(见第1章);
- ——更新和增加了引用标准(见第2章);
- ——增加和修改了术语和定义,将公式和原理放在术语下面的注释中进行表述(见第3章);
- ——将"标样"改为"薄标样"(见第 4 章、第 5 章);
- ——修改了薄标样化学定值和薄标样个数的要求(见 4.1、4.2);
- ——增加了对薄标样的厚度要求的说明和计算例证的注释(见 4.3);
- ——增加了对薄标样稳定性要求的说明性注释(见 4.4);
- ——将"碳膜支持网"修改为"超薄碳膜支持网"(见 4.5);
- ——增加了"检测仪器"和"样品台"次级标题(见 5.1、5.2);
- ——将"试样"修改为"研究材料"(见 5.1、5.2、5.3.4);
- ——增加了分析时常用的几个典型工作电压值(见 5.3.1);
- ——修改了测量样品个数和待测元素 X 射线强度统计测量的要求(见 5.3.3、5.3.5 和 5.3.8);
- ——增加了比例因子测量时参考元素的说明性注释(见 5.3.6);
- ——修改和增加了比例因子 K_{A-B} 的扩展不确定度和不确定度及相应的注释(见 5.3.8 和 5.3.9);
- ——修改了薄标样的判别依据(见 5.4);
- ——增加了标样的分级(见第6章);
- ——增加了有助于理解本标准的必要的参考文献。

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。

本标准起草单位:武汉理工大学。

本标准主要起草人:孙振亚。

本标准于 2002 年 12 月首次发布,本次为第一次修订。

引 言

本标准规定的各项准则,主要适用于分析电镜,即配备 X 射线能谱仪附件的透射电子显微镜 (AEM/EDS)依据比值法即 Cliff-Lorimer 法,在可以忽略试样基体的 X 射线吸收效应进行无机薄样品元素定量分析时,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的一般原则。为进一步制定 AEM 的定量分析方法标准奠定基础。

本标准对于开展微粒和微区样品的分析电镜的元素定量分析,特别是适应迅速发展的纳米材料的成分定量分析和高加速电压分析型透射电镜的发展,建立基于标准样品的比较定量分析方法,提高定量分析准确度具有积极的指导作用。

微束分析 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配备 X 射线能谱仪(EDS),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。

本标准适用于采用分析电镜(AEM/EDS)进行无机薄样品的微区元素定量分析。本标准不包括有机物和生物标样。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 4930—2008 微束分析 电子探针分析 标准样品技术条件导则(ISO 14595:2003,IDT) GB/T 21636—2008 微束分析 电子探针显微分析(EPMA) 术语(ISO 23833: 2006,IDT)

3 术语和定义

GB/T 21636-2008 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

分析电镜 analytical transmission electron microscope

指配备有 X 射线能谱仪(EDS)的透射电子显微镜或装有扫描附件的透射电镜,能同时对微区进行元素分析。

3.2

临界厚度 critical thickness

 T_{s}

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。

注: 临界厚度 T_s 可用式(1)表示:

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 射线检出角。

3.3

比例因子 ratio factor

 K_{A-B}

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