



# 中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 901—1995

---

## 电子探针分析仪

Electron Probe Microanalyzer

1995—10—19 发布

1996—03—01 实施

---

国家技术监督局 发布

# 电子探针分析仪检定规程

Verification Regulation of

Electron Probe Microanalyzer

JJG 901—1995

---

本检定规程经国家技术监督局于 1995 年 10 月 19 日批准，并自 1996 年 03 月 01 日起施行。

归口单位：上海市技术监督局

起草单位：上海市测试技术研究所

本规程技术条文由起草单位负责解释

本规程主要起草人：

张训彪 （上海市测试技术研究所）

# 目 录

一 概述 .....	( 1 )
二 技术要求 .....	( 1 )
三 检定条件 .....	( 2 )
四 检定项目和检定方法 .....	( 2 )
五 检定结果的处理和检定周期 .....	( 5 )
附录 1 电子探针分析仪检定记录 .....	( 6 )
附录 2 检定证书背面格式 .....	( 8 )

## 电子探针分析仪检定规程

本规程适用于新制造、使用中和修理后的电子探针分析仪（以下简称电子探针）的检定，也适用于配有波谱仪具有元素分析功能的扫描电子显微镜的检定。

### 一 概 述

电子探针主要用于测定固体样品中微小区域内原子序数从5号（硼）至92号（铀）元素的种类和含量，同时可以用于分析样品表面的形貌。其原理是：用细聚焦一定能量的电子束轰击样品，样品在电子的作用下产生X射线、二次电子等信息。用波谱仪将X射线按波长进行分散，并测定特征X射线的强度。根据特征X射线的波长确定元素的种类；根据特征X射线的强度进行修正计算，确定元素的含量。用二次电子成像分析表面形貌。

电子探针主要由电子光学系统、X射线色散系统、信号接收放大和显示系统、计算机系统、真空系统、供电系统等部分组成。

### 二 技 术 要 求

电子探针按其性能分为一级、二级、三级。

#### 1 外观

标明仪器名称、型号、制造单位、出厂日期、出厂编号等；面板上的标记清晰；部件装配牢固；导线连接可靠；无影响计量性能的损伤；操作自如，运转正常。

#### 2 放大倍数示值误差

一级不超过 $\pm 5\%$ ；二级不超过 $\pm 10\%$ ；三级不超过 $\pm 20\%$ 。

#### 3 二次电子像分辨率

一级不大于10 nm；二级不大于20 nm；三级不大于50 nm。

#### 4 探针束流稳定度

一级不大于 $3 \times 10^{-3}$ ；二级不大于 $5 \times 10^{-3}$ ；三级不大于 $10 \times 10^{-3}$ 。

#### 5 束斑位置稳定度

一级不大于 $0.5 \mu\text{m}$ ；二级不大于 $1 \mu\text{m}$ ；三级不大于 $2 \mu\text{m}$ 。

#### 6 样品台重复性

一级不超过 $1 \mu\text{m}$ ；二级不超过 $2 \mu\text{m}$ ；三级不超过 $5 \mu\text{m}$ 。

#### 7 X射线强度重复性

一级不大于1%；二级不大于2%；三级不大于4%。

#### 8 合金定量分析误差

一级不超过 $\pm 1.5\%$ ；二级不超过 $\pm 3\%$ ；三级不超过 $\pm 6\%$ 。

- 9 矿物定量分析误差  
一级不超过 $\pm 3\%$ ；二级不超过 $\pm 5\%$ ；三级不超过 $\pm 10\%$ 。
- 10 机壳绝缘电阻  
不小于 $20\text{ M}\Omega$ 。
- 11 X射线泄漏剂量当量  
不大于 $2.5\ \mu\text{Sv}$ 。

### 三 检定条件

- 12 环境条件
- 12.1 环境温度： $(20\pm 5)^\circ\text{C}$ 。
- 12.2 相对湿度：不超过 $70\%$ 。
- 13 电源  
电压 $\sim (220\pm 22)\text{ V}$ 。
- 14 检定用标准物质<sup>①</sup>
- 14.1 检定放大倍数用标准物质  
参见 JJG 550—1988 扫描电子显微镜检定规程 9.1 款。
- 14.2 合金标准物质  
电子探针分析用主元素含量标准偏差不大于 $0.1\%$ 的标准物质。
- 14.3 矿物标准物质  
电子探针分析用主元素含量标准偏差不大于 $0.2\%$ 的标准物质。
- 14.4 检定二次电子像分辨力用的标准物质。
- 15 主要配套设备
- 15.1 用于测定束电流的法拉第杯。
- 15.2 用于确定束斑位置的铁合金样品。
- 15.3 比长仪  
量程不小于 $60\text{ mm}$ ，误差不超过 $\pm 1\ \mu\text{m}$ 。
- 15.4 绝缘电阻表：不低于10级。
- 15.5 X射线剂量仪：误差不超过 $\pm 20\%$ 。

### 四 检定项目和检定方法

- 16 外观检查  
用目测和手感进行检查。
- 17 放大倍数示值误差的检定

① 是指经国家计量行政部门批准的标准物质。

17.1 在电子探针标称的放大倍数范围内选取 5 挡, 最低挡为 200 倍, 最高挡为检定二次电子像分辨力用的放大倍数。

17.2 将检定放大倍数的标准物质固定在样品台上, 使其工作面垂直于电子光学系统的轴线, 并调整到规定的工作距离的位置上。

17.3 将电子探针调整到最佳工作状态, 把标准物质上标记线的像调整至荧光屏的中心, 聚焦后拍照。

17.4 用比长仪测量出底片上标记线的间距  $L(\mu\text{m})$ 。

17.5 放大倍数  $M$  按式 (1) 计算:

$$M = \frac{L}{h} \quad (1)$$

式中:  $h$ ——标准物质上标记线的间距,  $\mu\text{m}$ 。

17.6 放大倍数的示值误差  $E$  按式 (2) 计算:

$$E = \frac{N - M}{M} \times 100\% \quad (2)$$

式中:  $N$ ——被检仪器放大倍数的标称值。

## 18 二次电子像分辨力的检定

18.1 将检定二次电子像分辨力用的标准物质固定在样品台上。若被检定的分辨力的值为  $d(\text{nm})$ , 则选取的放大倍数应不小于  $4 \times 10^5/d$ 。

18.2 将电子探针调整到最佳工作状态拍照, 照片的灰度应不小于 8 个等级。

18.3 用比长仪测量出照片上可以分辨的金颗粒边界的最小间距  $F(\mu\text{m})$ 。

18.4 二次电子像分辨力  $d(\text{nm})$  按式 (3) 计算:

$$d = \frac{F}{M} \times 10^3 \quad (3)$$

式中:  $M$ ——照片的实测放大倍数。

## 19 探针束流稳定度的检定

19.1 将电子探针调整到正常工作状态, 加速电压取 25 kV, 束流取  $1 \times 10^{-8}\text{A}$ 。

19.2 稳定 30 min 以后, 用法拉第杯测定束流, 连续测量 60 min。

19.3 束流稳定度  $\alpha$  按式 (4) 计算:

$$\alpha = \frac{l_{\max} - l_{\min}}{l_0} \quad (4)$$

式中:  $l_{\max}$ ——束流最大值;

$l_{\min}$ ——束流最小值;

$l_0$ ——束流初始值。

## 20 束斑位置稳定性的检定

20.1 将电子探针调整到正常工作状态, 加速电压取 25 kV, 束流取  $1 \times 10^{-8}\text{A}$ 。

20.2 使用铁合金样品

20.3 放大 5 000 倍观察, 并记录束斑位置。

20.4 15 min 以后, 再次放大 5 000 倍观察, 并记录束斑位置。

20.5 测量出二次观察到的束斑位置的中心距离为  $B$ 。

束斑位置稳定度  $\beta$  按式 (5) 计算:

$$\beta = \frac{B}{5\,000} \quad (5)$$

21 样品台重复性的检定

21.1 加速电压取 20 kV, 束流取  $1 \times 10^{-8}$  A, 放大倍数取 5 000 倍, 用二次电子像在样品上找一个标记点, 并将它移到中心位置拍一张照片。

21.2 记下样品台的位置, 将样品台分别在  $x$  方向和  $y$  方向移开 5 mm 以上, 再回到原来的位置, 并再拍一张照片。

21.3 测量出两张照片上标记点的间距  $C$ 。

21.4 样品台重复性  $r$  按式 (6) 计算:

$$r = \frac{C}{5\,000} \quad (6)$$

22 X 射线强度重复性的检定

22.1 将电子探针调整到正常工作状态。

22.2 分别用 4 种分光晶体测定适当元素特征 X 射线的强度。

22.3 每次总记数不低于 100 000, 连续测定 12 次。

22.4 X 射线强度重复性  $b$  按式 (7) 计算:

$$b = \frac{s}{\bar{X}} \quad (7)$$

式中:  $\bar{X}$  ——12 次计数的算术平均值;

$s$  ——12 次计数的标准偏差。

22.5 超轻元素的 X 射线重复性可以降低一级要求。

23 合金定量分析误差的检定

23.1 将电子探针调整到正常工作状态。

23.2 对合金标准物质进行定量分析, 测定出标准物质中某一主元素的质量百分比。

23.3 连续测定 3 次, 3 次测得值的算术平均值为  $m$ 。

23.4 合金标准物质定量分析误差  $e$  按式 (8) 计算:

$$e = m - m_0 \quad (8)$$

式中:  $m_0$  ——合金标准物质中某一主元素质量百分比的标准值。

24 矿物定量分析误差的检定

24.1 将电子探针调整到正常工作状态。

24.2 在矿物标准物质的工作面上喷镀一层厚度大约为 20 nm 的碳膜。

24.3 将矿物标准物质作为被测定的样品进行定量分析, 测定出矿物标准物质中某一主元素的质量百分比。

24.4 连续测定 3 次, 3 次测得值的算术平均值为  $n$ 。

24.5 矿物标准物质定量分析误差  $f$  按式 (9) 计算:

$$f = n - n_0 \quad (9)$$

式中： $n_0$ ——矿物标准物质中某一主元素质量百分比的标准值。

#### 25 机壳绝缘电阻的检定

断开电子探针电源，用绝缘电阻表一端接在电源输入端的火线上，另一端接在电子探针的金属壳上，测定两端的电阻值。

#### 26 X射线泄漏量的检定。

加速电压取 30 kV，束电流取  $1 \times 10^{-6}$  A，用 X 射线剂量仪测量各部位 X 射线的最大泄漏量。

### 五 检定结果的处理和检定周期

#### 27 检定结果的处理

27.1 技术要求中 4, 7, 8, 9, 10, 11 条为主要技术指标，主要指标全部不低于某一等级，非主要指标有 3 项不低于这个等级，则认为这个等级为此电子探针的等级。

27.2 经检定定级的电子探针，发给检定证书。

27.3 经检定达不到三级技术要求的电子探针，发给检定结果通知书，并注明达不到三级技术要求的项目。

#### 28 检定周期

电子探针的检定周期一般为 3 年。

## 附录 1

## 电子探针分析仪检定记录

- 1 仪器名称: \_\_\_\_\_  
 制造单位: \_\_\_\_\_
- 2 型号: \_\_\_\_\_, 编号: \_\_\_\_\_  
 温度: \_\_\_\_\_, 湿度: \_\_\_\_\_
- 3 外观: \_\_\_\_\_
- 4 放大倍数示值误差

档 次	一	二	三	四	五
标 称 值					
实 测 值					
示值误差					

- 5 二次电子像分辨率  
 放大倍数: \_\_\_\_\_, 最小间距: \_\_\_\_\_  
 分 辨 力: \_\_\_\_\_
- 6 束流稳定度  
 初始值: \_\_\_\_\_, 最大值: \_\_\_\_\_  
 最小值: \_\_\_\_\_, 稳定度: \_\_\_\_\_
- 7 束斑稳定度  
 中心距离: \_\_\_\_\_, 稳定度: \_\_\_\_\_
- 8 样品台重复性  
 标记点间距: \_\_\_\_\_, 重复性: \_\_\_\_\_
- 9 X射线重复性  
 X射线计数值: \_\_\_\_\_
- \_\_\_\_\_
- \_\_\_\_\_
- \_\_\_\_\_
- \_\_\_\_\_
- \_\_\_\_\_
- \_\_\_\_\_

重复性: \_\_\_\_\_

## 10 合金定量误差

测定值：\_\_\_\_\_

平均值：\_\_\_\_\_

标准值：\_\_\_\_\_

定量误差：\_\_\_\_\_

## 11 矿物定量误差

测定值：\_\_\_\_\_

平均值：\_\_\_\_\_

标准值：\_\_\_\_\_

定量误差：\_\_\_\_\_

## 12 机壳绝缘性能：\_\_\_\_\_

## 13 X射线泄漏剂量当量：\_\_\_\_\_

## 14 结论：\_\_\_\_\_

检定员\_\_\_\_\_，校验员\_\_\_\_\_，日期\_\_\_\_\_年\_\_\_\_\_月\_\_\_\_\_日

## 附录 2

### 检定证书背面格式

- 1 外观:
  - 2 放大倍数示值误差:
  - 3 二次电子像分辨力:
  - 4 束流稳定度:
  - 5 束斑稳定度:
  - 6 样品台重复性:
  - 7 X射线重复性:
  - 8 合金定量误差:
  - 9 矿物定量误差:
  - 10 机壳绝缘性能:
  - 11 X射线泄漏量:
  - 12 结论:
-