

# 电子探针分析仪检定规程 (JJG 901-1995) 评 述

周剑雄 陈振宇

(中国地质科学院矿产资源研究所 北京 100037)

E-mail: [zjx@cags.net.cn](mailto:zjx@cags.net.cn)

## 0 前言

本文集之所以将本标准收录,并不仅仅因为是电子探针也具有扫描电镜的图像观察和测长功能,也需要规范,而更重要的是让分析型扫描电镜的使用者仔细研究本标准后,会明白自己的分析型扫描电镜为什么不能达到定量分析的原因所在,而且也更会明白要达到定量分析是一件如此轻而易举的事。

“电子探针分析仪的检定规程”是由上海测试中心张训彪起草的,发布于1995年。检测方法简明扼要,检定项目明确合理,是电子探针检测实验室的重要的仪器检定标准,许多条款也同时适用于扫描电子显微镜。本标准的内容大体与“电子探针分析仪的检测方法(GB/T15075-94)”标准一致。但在某些方面有一定差异。

在该检测方法中,标准的制订者对有关扫描电镜功能的几个关键检定的具体内容也作了如下的规定,这些规定对于获得较佳的图像是非常有益的,如:

(1) 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 $\pm 20\%$ 。

(2) 二次电子像分辨力:

一级不大于10nm; 二级不大于20nm; 三级不大于50nm。

(3) 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 $10 \times 10^{-3}$ 。

(4) 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 $2\mu\text{m}$ 。

这里特别指出的是:在该检定方法中,标准的制订者明确提出了必须应用的各种标准样品,包括放大倍率的标准样品、分辨力标准样品、合金成分标准样品、矿物成分标准样品等,如第14条中所列:

14 检定用标准物质

14.1 检定放大倍数用标准物质

参见JJG550-88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。

当然，由于技术的飞速发展，检测方法中有些规定已不太适合目前的实际情况，但其基本精神仍可适用。同样遗憾的是：这一检测方法没有对测长提出具体的要求，其实，电子探针在测长方面比扫描电镜有许多优点。电子探针必须进行下列几个方面的严格检定：

(1) 放大倍率的校验，非常简单地提到了放大倍数的校验应使用标样，由于国内几乎没有这方面的标样，这一规定几乎等于白说。如果有极佳的长度标准尺，不仅使电子探针的放大倍数得以正确性，并使电子探针测长成为可能。

(2) 二次电子图像分辨力的检定，以保证电子探针图像观察达到最佳状态，这是一个最基本的必须得检定，很难想象一个分辨力状态很差的电子探针能够提供合格的结果。

(3) 必须对电子探针进行背散射电子像平均原子序数差的灵敏度的检定，进行图像畸变（图像失真）的调整。因为背散射电子像在实际使用中比二次电子图像有许多优越性，在电子探针中更经常使用这一图像比进行必要的检定十分需要。

非常遗憾的是，由于某种原因，在电子探针实验室论证过程中，多数忽略了有关图像性能的检定，忽略了与测长有关的检定。往往把注意力主要集中在电子探针定量分析的正确度上，以至完全忽略了图像性能的检定。当然，国内缺乏必要的分辨力标样和长度标准样品，同样在客观上影响到上述检测方法的贯彻执行。该标准的内容要点如下表所示：

表 1 内容提要

编 号	JJG 901-1995	
名 称	(中文) 电子探针分析仪检定规程 (英文) Verification Regulation of Electron Probe Microanalyzer	
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	
主要起草人	张训彪 (上海市测试技术研究所)	
批准日期	1995 年 10 月 19 日	
实施日期	1996 年 3 月 1 日	
替代规程号		
适用范围	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分析功能的扫描电子显微镜的检定。	
主要技术要求	1.外观 2.放大倍数数值误差 3.二次电子像分辨力 4.探针束流稳定度 5.束斑位置稳定度 6.样品台重复性	7.X 射线强度重复性 8.合金定量分析误差 9.矿物定量分析误差 10.机壳绝缘电阻 11.X 射线泄漏剂当量

检定周期（年）	3
附录数目	2
出版单位	中国计量出版社
检定用标准物质	这是最为重要的事，且我们国内有许多这样的标准。
相关技术文件	
备注	

以下是该标准的主要内容摘录：

## 1 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调射线。二次电子等信息。用波谱仪将调射线按波长进行分散，并测定特征调射线的强度。根据特征调射线的波长确定元素的种类；根据特征调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，调射线色散系统。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。

## 2 技术要求

电子探针按其性能分为一级、二级和三级。

### 2.1 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。

### 2.2 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 $\pm 20\%$ 。

### 2.3 二次电子像分辨力

一级不大于 $10\text{nm}$ ；二级不大于 $20\text{nm}$ ；三级不大于 $50\text{nm}$ 。

### 2.4 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 $10 \times 10^{-3}$ 。

### 2.5 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 $2\mu\text{m}$ 。

### 2.6 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 $5\mu\text{m}$ 。

### 2.7 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 $4\%$ 。

### 2.8 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 $\pm 6\%$ 。

### 2.9 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 $\pm 10\%$ 。

### 2.10 机壳绝缘电阻

不小于 $20\text{ M}\Omega$ 。

### 2.11 X射线泄漏剂量当量

不大于 $2.5\mu\text{Sv}$

## 3 检定条件

### 3.1 环境条件

3.1.1 环境温度： $20\pm 5^\circ\text{C}$ 。

3.1.2 相对湿度：不超过 $70\%$ 。

### 3.2 电源

电压 $\sim 220\pm 22\text{V}$ 。

### 3.3 检定用标准物质

#### 3.3.1 检定放大倍数用标准物质

参见JJG 550—88扫描电子显微镜检定规程9.1款。

#### 3.3.2 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。

#### 3.3.3 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。

#### 3.3.4 检定二次电子像分辨力用的标准物质。

### 3.4 主要配套设备

3.4.1 用于测定束电流的法拉第杯。

3.4.2 用于确定束斑位置的铁合金样品。

#### 3.4.3 比长仪

量程不小于 $60\text{mm}$ ，误差不超过 $\pm 1\mu\text{m}$ 。

3.4.4 绝缘电阻表：不低于10级。

3.4.5 X射线剂量仪：误差不超过 $\pm 20\%$ 。

是指经国家计量行政部门批准的标准物质。

## 4 检定项目和检定方法

### 4.1 外观检查

用目测和手感进行检查。

### 4.2 放大倍数示值误差的检定

4.2.1 在电子探针标称的放大倍数范围内选取5档，最低档为200倍。最高档为检定二次电子像分辨力用的放大倍数。

4.2.2 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。

4.2.3 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。

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

4.2.5 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( $\mu\text{m}$ )。

4.2.6 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。

### 4.3 二次电子像分辨力的检定

4.3.1 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 $d$ (nm)，则选取的放大倍数应不小于 $4 \times 10^5/d$ 。

4.3.2 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。

4.3.3 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 $F(\mu\text{m})$ 。

4.3.4 二次电子像分辨力 $d$ 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。

### 4.4 探针束流稳定度的检定

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

4.4.2 稳定30min以后，用法拉第杯测定束流，连续测量60min。

4.4.3 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。

### 4.5 束斑位置稳定性的检定

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

4.5.2 使用铁合金样品

4.5.3 放大5 000倍观察，并记录束斑位置。

4.5.4 15min以后，再次放大5 000倍观察，并记录束斑位置。

4.5.5 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:

$$\beta = \frac{B}{5000} \quad (5)$$

### 4.6 样品台重复性的检定

4.6.1 加速电压取20kV，束流取 $1 \times 10^{-8}\text{A}$ ，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。

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

4.6.3 测量出两张照片上标记点的间距C。

4.6.4 样品台重复性r按式(6)计算：

$$r = \frac{C}{5000} \quad (6)$$

### 4.7 X射线强度重复性的检定

4.7.1 将电子探针调整到正常工作状态。

4.7.2 分别用四种分光晶体测定适当元素特征X射线的强度。

4.7.3 每次总记数不低于100 000，连续测定12次。

4.7.4 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。

4.7.5 超轻元素的X射线重复性可以降低一级要求。

### 4.8 合金定量分析误差的检定

4.8.1 将电子探针调整到正常工作状态。

4.8.2 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。

4.8.3 连续测定三次，三次测得值的算术平均值为m。

4.8.4 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。

### 4.9 矿物定量分析误差的检定

4.9.1 将电子探针调整到正常工作状态。

4.9.2 在矿物标准物质的工作面上喷镀一层厚度大约为20nm的碳膜。

4.9.3 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。

4.9.4 连续测定三次，三次测得值的算术平均值为n。

4.9.5 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。

### 4.10 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。

### 4.11 X射线泄漏量的检定。

加速电压取30kV，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。

### 5 检定结果的处理和检定周期

#### 5.1 检定结果的处理

5.1.1 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。

5.1.2 经检定定级的电子探针, 发给检定证书。

5.1.3 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。

#### 5.2 检定周期

电子探针的检定周期一般为 3 年。

附录 A

## 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
- 5 二次电子像分辨力  
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 B

## 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: