



中华人民共和国国家标准

GB/T 4930—2021/ISO 14595:2014

代替 GB/T 4930—2008

微束分析 电子探针显微分析 标准样品技术条件导则

Microbeam analysis—Electron probe microanalysis—
Guidelines for the specification of certified reference materials (CRMs)

(ISO 14595:2014, IDT)

2021-05-21 发布

2021-12-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 研究材料的制备	2
5 材料的不均匀性	2
6 研究材料的稳定性	6
7 标准样品化学成分的测定	7
8 标准样品的制备、包装、运输和储存	7
9 标准样品证书	8
附录 A (资料性) 不均匀性数据统计评价计算过程示例	9
附录 B (规范性) 用于电子探针显微分析用标准样品分级	11
附录 C (资料性) 电子探针显微分析标准样品证书范例	12
参考文献	13

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 4930—2008《微束分析 电子探针分析 标准样品技术条件导则》，与 GB/T 4930—2008 相比，除编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) “研究物质的量必须满足能制备约 200 套标样”改为“研究材料的数量应足够用于标准样品的制备”(见 4.1, 2008 年版的 4.1)；
- b) 注改为正文。删除第一段的“基于这些因素,在此并未对抽样样本大小做出详细的规定,以便分析人员灵活地设计检测程序”(见 5.2, 2008 年版的 5.2)；
- c) 增加了“(或者合适的良好表征的复合试样,在其中重叠不会产生问题)”(见 5.3)；
- d) “对于能谱仪,死时间应设定在 30% 的位置上”改为“对于能谱仪来说,死时间应约为 30%”(见 5.3, 2008 年版的 5.3)；
- e) “本底”改为“背底”(见 5.5, 2008 年版的 5.5)；

- f) 为了纠正印刷错误,将公式 $\pm 2 \left\{ \frac{1}{n_s n_p n_e \hat{C}^2} \left[\frac{S_s}{(n_s - 1)} + \bar{B} \right] \right\}$ 改为 $\pm 2 \left\{ \frac{1}{n_s n_p n_e \hat{C}^2} \left[\frac{S_s}{(n_s - 1)} + \bar{B} \right] \right\}^{\frac{1}{2}}$ ；

将公式 $\pm 3 \left\{ \frac{1}{n_s n_p n_e \hat{C}^2} \left[\frac{S_s}{(n_s - 1)} + \bar{B} \right] \right\}$ 改为 $\pm 3 \left\{ \frac{1}{n_s n_p n_e \hat{C}^2} \left[\frac{S_s}{(n_s - 1)} + \bar{B} \right] \right\}^{\frac{1}{2}}$ (见 5.6, 2008 年版的 5.6)；

- g) “注”改为“正文”(见附录 A, 2008 年版的附录 A)。

本文件使用翻译法等同采用 ISO 14595:2014《微束分析 电子探针显微分析 标准样品技术条件导则》。

本文件由全国微束分析标准化技术委员会(SAC/TC 38)提出并归口。

本文件起草单位:宝武特种冶金有限公司、上海发电设备成套设计研究院有限责任公司、宝山钢铁股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心。

本文件主要起草人:姚雷、张作贵、胡莹、伍超群。

本文件于 1985 年首次发布,1993 年第一次修订,2008 年第二次修订,本次为第三次修订。

引 言

电子探针显微分析(EPMA)是通过比较法进行的一种定量分析方法,已在世界上广泛应用,有证标准样品(CRMs)对定量分析准确性有着关键影响。

因此本文件的修订有利于电子探针显微分析的国际交流和分析数据兼容。

本文件规定了如何评价和选择参考物质(RMs)¹⁾,如何评估标准样品不均匀性和稳定性,并给出了生产 EPMA 标准样品的化学成分测定方法。

世界上第一项此类标准,是 GB 4930—1985《电子探针分析 标准样品通用技术条件》,该标准由刘永康、林卓然、张宜起草,经全国电子探针分析标准样品标准化技术委员会(全国微束分析标准化技术委员会前身)审查通过报国家标准局(CBS)(为国家技术监督局 CSBTS 及中国国家标准委员会 SAC 前身)批准发布,于 1985 年实施。该标准经第一次修订而形成 GB/T 4930—1993,起草人刘永康、张宜、林卓然、索志成,由全国微束分析标准化技术委员会审查,国家技术监督局批准,1993 年 8 月 30 日发布,1994 年 7 月 1 日实施。

1993 年林卓然将 GB/T 4930—1993 译成英文版,并由国际标准化组织中国委员会(ISO/CS,即 CSBTS)向国际标准化组织微束分析技术委员会电子探针分会(ISO/TC 202/SC 2)申请立项国际标准。经国内外同行专家多次修改,报 ISO 批准,最终形成 ISO 14595:2003 Microbeam analysis-Electron probe microanalysis-Guidelines for the specification of certified reference materials (CRMs)。按照 GB/T 20000.2—2001 的规定,等同采用 ISO 14595 以替代 GB/T 4930—1993,相当于对原标准的修订。GB/T 4930—2008 由刘永康、万光权、梁细荣、杨秋剑起草,经全国微束分析标准化技术委员会审查通过,报 SAC 批准,于 2008 年 10 月 01 日实施。

2014 年对 ISO 14595:2003 版进行修订,最终形成 ISO 14595:2014《Microbeam analysis-Electron probe microanalysis-Guidelines for the specification of certified reference materials(CRMs)》。按照 GB/T 20000.2—2009 的规定,本文件等同采用 ISO 14595:2014 以替代 GB/T 4930—2008,相当于对 GB/T 4930—2008 的修订。

1) 参考物质(reference material, RM)按 JJF 1001—2011 中的相关定义:具有足够均匀和稳定的特定特性的物质,其特征被证实适用于测量中或标称特性检查中的预期用途。

微束分析 电子探针显微分析 标准样品技术条件导则

1 范围

本文件适用于电子探针显微分析(EPMA)中使用的单相标准样品(有证参考物质,CRMs),并给出了标准样品应用于平整抛光表面显微分析的使用指南。本文件不适用于有机和生物标准样品。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 15000.4—2019 标准样品工作导则 第4部分:证书、标签和附带文件的内容(ISO Guide 31:2015,IDT)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

不均匀性 heterogeneity

从一组试样中测得的元素成分值的变化。

注:不均匀性来自包括对试样与试样之间的测量、每一试样内微米尺度之间的测量,以及检测过程本身的不确定度。

3.2

研究材料 research material

在物理和化学特征上满足标准样品的要求,但在认证为标准样品前需要对其细节(包括化学成分、稳定性以及微区和宏观不均匀性)进行检测的材料。

3.3

稳定性 stability

〈通用〉试样在常温常压下长期保存时耐化学和物理变化的能力。

3.4

稳定性 stability

〈EPMA〉材料受到电子束轰击时耐化学成分变化的能力,即试样暴露于电子束期间观测到的耐相关特征 X 射线强度变化的能力。

3.5

不确定度 uncertainty

表征合理地赋予被测量之值的分散性,与测量结果相联系的参数。