**电子探针显微分析仪校准结果的测量不确定度评定**

**一、电子探针显微分析仪长度测量示值误差测量结果的不确定度评定**

电子探针显微分析仪长度测量示值误差测量不确定度受到测量重复性、图像像素分辨率、标准器不确定度等因素的影响。本附录为电子探针显微分析仪长度测量示值误差测量结果的不确定度评定。

**A.1 测量方法**

评定电子探针X方向长度测量示值误差时，调整样品台，旋转标准器使栅格线条沿着竖直方向，栅格间距的测量方向沿着图像的X轴。聚焦清晰后采集图像，并记录相应的图像放大倍率。测量图像上X方向*M*（*M*≥5）个栅格周期结构的长度*D*，标准器X方向间距的测量值*L*=*D*/*M*，重复测量6次，计算6次测量值的算术平均值。

**A.2 测量模型**

采用标准器进行测量时，电子探针显微分析仪长度测量示值误差结果的测量模型：

（A.1）

式中：Δ*L* —电子探针长度测量示值误差，nm；

—标准器间距测量算术平均值，nm；

*L*s —标准器间距标准值，nm。

**A.3 灵敏系数和合成方差**

因为，所以灵敏系数*c*i：

 （A.2）

 （A.3）

、分别为和*Ls*的标准不确定度，因、相互独立，其合成方差2可以表示为：

2 = + （A.4）

式中：—电子探针长度测量重复性引入的不确定度分量；

—标准器引入的不确定度分量。

**A.4 合成标准不确定度**

（A.5）

**A.5 扩展不确定度**

*U*=，*k*=2 （A.6）

**A.6 不确定度评定示例**

本示例评定以放大倍数1000倍，使用电子探针测量周期栅格间距标准值为10034nm（*U*=26nm，*k*=2）的标准物质为例，对电子探针显微镜分析仪X方向测长示值误差测量结果的不确定度进行评定。

A.6.1 电子探针测长引入的不确定度分量

电子探针测长引入的不确定度包括测量重复性引入的不确定度分量和图像像素分辨率引入的不确定度分量。

A.6.1.1  测量重复性引入的标准不确定度分量

电子探针测量重复性引入的不确定度分量可以通过6 次重复测量得到，测量结果见表A.1：

表A.1 标准器间距测量结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准值/nm | 测量值/nm | | | | | | 测量均值/ nm | 标准差/nm |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 10034 | 9980 | 10000 | 10000 | 10000 | 9980 | 9980 | 9990 | 11.0 |

实际测量时采用6次重复测量结果的平均值，则测量重复性引入的标准不确定度分量为：

A.6.1.2 图像像素分辨力引入的标准不确定度分量

图像像素分辨力*R*为每个像素对应的长度尺寸：

式中：*R*—图像像素分辨力，nm；

*C*—图像中标准物质的长度，nm；

*N*p—与标准器的长度对应的像素数。

测量周期为12个，由图像像素分辨力引入的标准不确定度分量为均匀分布，则

A.6.1.3 电子探针测量引入的不确定度分量

*u*1和*u*2取其中较大者，

＝＝4.5nm

A.6.2 标准器引入的不确定度分量

标准器引入的不确定度可根据校准证书给出的扩展不确定度进行计算，由标准器校准证书测量结果的扩展不确定度*U*=26nm，*k*=2，则

**A.7 标准不确定度分量一览表**

输入量的标准不确定度分量汇总表见表A.2。

表A.2 不确定度分量一览表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 标准不确定度分量 | 不确定度来源 | 标准不确定度值/nm |
|  | 电子探针测量引入的不确定度 | 4.5 |
|  | 标准器引入的不确定度 | 13.0 |

**A.8 合成标准不确定度**

=13.7nm

**A.9 扩展不确定度**

取包含因子*k*=2，则扩展不确定度为：

*U*=＝2×13.7nm=28nm

**二、电子探针显微分析仪定量分析示值误差测量结果的不确定度评定**

电子探针显微分析仪定量分析示值误差测量不确定度受到测量重复性、标准物质不确定度等因素的影响。本附录为电子探针显微分析仪定量分析示值误差测量结果的不确定度评定。

**B.1 测量方法**

使用合金或矿物标准物质进行波谱仪定量分析示值误差的校准，根据标准物质中待测元素的种类，选用电子探针自带标准样品中相同元素的纯金属标准样品或化学组成相近的已知成分的标准样品，设置自动寻峰对该元素进行测试。在相同的测试条件下测试标准物质中的同一元素，设置元素测试属性跟随自带标准样品，重复测量6次，计算6次测量结果的算术平均值。

**B.2 测量模型**

电子探针定量分析示值误差按照公式（B.1）进行计算：

（B.1）

式中：Δ*W* —电子探针定量分析示值误差，%；

—标准物质中元素质量分数测量算术平均值，%；

*W*s —标准物质中元素质量分数标准值，%；

**B.3 方差和灵敏系数**

 （B.2）

 （B.3）

、分别为和*W*s的标准不确定度，因**和**相互独立，其合成方差2可以表示为：

2 = + （B.4）

式中：—电子探针定量分析测量重复性引入的不确定度分量；

—标准物质引入的不确定度分量。

**B.4 合成标准不确定度**

（B.5）

**B.5 扩展不确定度**

*U*=，*k*=2 （B.6）

**B.6 标准不确定度评定**

B.6.1测量重复性引入的标准不确定度*u*1

以标称值为13.06%（*U*=0.16%，*k*=2）的含S元素标准物质方铅矿（PbS）为例，重复测量6次，测量结果如下表:

表B.1 Au元素测量结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标称值/ % | 测量值/ % | | | | | | 平均值/ % | 标准差/ % |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 13.06 | 13.673 | 13.535 | 13.560 | 13.372 | 13.513 | 13.413 | 13.511 | 0.108 |

S元素测量结果实验标准差为0.108%。 因此，测量重复性引入的标准不确定度为：



B.4.2标准物质引入的不确定度分量

标准物质块引入的不确定度主要来源于标准物质的元素定量分析结果不确定度，可根据标准物质证书给出的扩展不确定度来计算。

由标准物质的标准物质证书测量结果的扩展不确定度*U*=0.16%，*k*=2，则

＝0.16% /2=0.080%

**B.5 标准不确定度一览表**

表B.2 不确定度分量一览表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 标准不确定度分量 | 不确定度来源 | 标准不确定度值 / % |
|  | 电子探针测量引入的不确定度 | 0.044 |
|  | 标准样品引入的不确定度 | 0.080 |

**B.6 合成标准不确定度**

=0.091%

**B.7 相对扩展不确定度**

取包含因子*k*=2，则相对扩展不确定度为：

*U*r=＝2×0.091%=0.18%