**JJF**

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF XXXX-XXXX

电子探针显微分析仪校准规范

Calibration Specification for Electron Probe Micro Analyzers

（征求意见稿）

20XX-XX-XX 发布 20XX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局发布

电子探针显微分析仪校准规范

JJF ××××-××**×××**

Calibration Specification for

Electron Probe Micro Analyzers

归 口 单 位：全国新材料与纳米计量技术委员会

主要起草单位：上海市计量测试技术研究院

参与起草单位：中国计量科学研究院

山东省计量科学研究院

本规范委托全国新材料与纳米计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

\*\*\*

\*\*\*

\*\*\*

参与起草人：

\*\*\*

\*\*\*

\*\*\*

目 录

[引言 II](#_Toc12451)

[1 范围 1](#_Toc26214)

[2 引用文件 1](#_Toc5668)

[3 术语和定义 1](#_Toc12554)

[3.1 电子探针显微分析 1](#_Toc19051)

[3.2 电子探针显微分析仪 1](#_Toc18114)

[3.3 波谱仪 1](#_Toc9277)

[3.4 过压比 2](#_Toc20599)

[3.5 定量分析 2](#_Toc2359)

[4 概述 2](#_Toc17507)

[5 计量特性 3](#_Toc18823)

[6 校准条件 3](#_Toc2596)

[6.1 环境条件 3](#_Toc22078)

[6.2 校准项目及校准用标准物质 3](#_Toc8691)

[7 校准项目和校准方法 4](#_Toc2681)

[7.1 校准前准备 4](#_Toc8530)

[7.2 长度测量示值误差 4](#_Toc8530)

[7.3 正交性误差 5](#_Toc705)

[7.4 线性失真度 6](#_Toc2223)

[7.5 样品台重复性 6](#_Toc2223)

[7.6 定量分析示值误差 7](#_Toc2223)

[7.7 定量分析测量重复性 7](#_Toc2223)

[8 校准结果表达 8](#_Toc14879)

[9 复校时间间隔 8](#_Toc27450)

[附录A 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 9](#_Toc5299)

[附录B 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 12](#_Toc15258)

[附录C 电子探针显微分析仪校准记录格式 15](#_Toc4068)

[附录D 电子探针显微分析仪校准证书（内页）格式 17](#_Toc4068)

引 言

本规范是针对电子探针显微分析仪校准制定的计量技术规范。

有关电子探针显微分析仪的校准，国内法规仅有检定规程JJG 901-1995(2005)《电子探针分析仪检定规程》。近年来，电子探针显微分析技术发展迅速，功能和技术参数指标都有了较大改进，该检定规程已无法满足设备发展的计量要求，尤其是电子探针显微分析仪定量分析这个参数，缺乏有效的校准方法。本标准规范了对电子探针显微分析仪长度测量示值误差，正交性误差，线性失真度，样品台重复性，定量分析示值误差、定量分析测量重复性等参数的校准方法和不确定评价，保证了量值溯源的准确可靠。

JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》、JJF 1094-2002《测量仪器特性评定》共同构成支撑本校准规范制定工作的基础性系列文件。

本规范的编写主要参考了JJG 901-1995（2005）《电子探针分析仪检定规程》、GB/T 4930-2008《微束分析　电子探针分析　标准样品技术条件导则》、GB/T 15074-2008《电子探针定量分析方法通则》、GB/T 15616-2008《金属及合金的电子探针定量分析方法》、GB/T 21636-2008《微束分析 电子探针显微分析（EPMA）术语》、GB/T 30705-2014《微束分析 电子探针显微分析 波谱法实验参数测定导则》的相关内容。

本规范为首次发布。

电子探针显微分析仪校准规范

1. 范围

本规范适用于新安装、使用中和维修后的各类电子探针显微分析仪的校准。

1. 引用文件

本规范引用下列文件：

JJF 1071-2010 国家计量校准规范编写规则

GB/T 21636-2008 微束分析 电子探针显微分析（EPMA）术语

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用本规范。

1. 术语

3.1 电子探针显微分析 electron probe microanalysis ，EPMA [GB/T 21636—2008 3.1]

根据聚焦电子束与试样微米至亚微米尺度的体积相互作用激发X射线的谱学原理，对电子激发体积内的元素进行分析的技术。

3.2 电子探针显微分析仪 electron probe microanalyzer [GB/T 21636—2008 3.2]

进行电子激发X射线显微分析的仪器。

注：这种仪器通常配置一道以上的波谱仪和用于精确定位试样的光学显微镜。

3.3 波谱仪 wavelength dispersive spectrometer ，WDS [GB/T 21636—2008 5.1.3]

一种测定X射线的强度与波长函数关系的装置，其中波长的区分基于布拉格定律：，式中*λ*为X射线波长，*d*为晶体原子面间距或为合成衍射体的重复层间距，为衍射角。

注：衍射X射线使用特定角度方向的正比气体计数器测定，计数器在正比响应范围内产生的电荷正比于光子能量。

3.4 过压比 overvoltage ratio [GB/T 21636—2008 5.1.3]

入射束电子能量与一特定原子壳层（K，LⅠ、LⅡ，等）的临界激发能量之比。

注：过压比必须大于1才能从该原子壳层产生特征X射线。

3.5 定量分析 quantitative analysis [GB/T 21636—2008 5.4]

运用电子激发X射线谱的方法测定微米尺度分析体积中的元素含量。

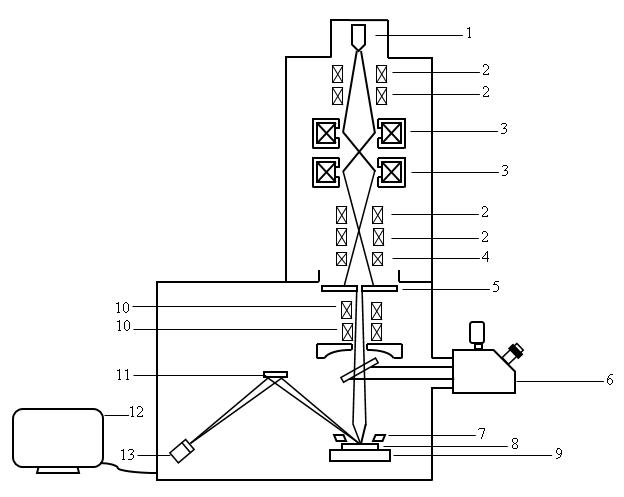
注1：分析的试样可以是元素或自然界的化合物。

注2：根据需要，定量结果可以用原子百分比、质量百分比、原子或质量分数、单位体积内的摩尔或质量、单位面积或单位体积内的原子数表示。

注3：试样可能是非均匀的，因此，能用特殊的模型解释，模型的细节必须是公认的。

1. 概述

电子探针显微分析仪（简称“电子探针”）是用会聚的高能电子束轰击试样，被照射区试样表面激发出二次电子信号、背散射电子信号、各元素特征波长的X射线等，通过采集、处理二次电子信号、背散射电子信号，获得微区表面形貌图像；通过波谱仪对X射线进行分光，对其中各元素的特征X射线强度进行测量，并和相同条件下的标准样品的X射线强度进行比较，经校正计算，从而获得被激发微区元素的含量值。电子探针是一种材料表面微区形貌和成分定性、定量表征方法，被广泛应用于地质学、金属和非金属材料、冶金学、生物等科学领域。电子探针一般结构示意图见图1。



1—电子枪 2—偏转线圈 3—聚镜透镜 4—像散线圈 5—物镜光阑 6—光学显微镜 7—物镜 8—分析试样 9—样品台 10—扫描线圈 11—分光晶体 12—计算机

13—X射线检测器

图1 电子探针显微分析仪结构示意图

1. 计量特性

5.1 长度测量示值误差

5.2 正交性误差

5.3 线性失真度

5.4 样品台重复性

5.5 定量分析示值误差

5.6 定量分析测量重复性

1. 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：(20±5) ℃，温度波动≤1℃/h。

6.1.2 相对湿度：≤75%。

6.1.3 杂散磁通量密度：≤5×10-7 T。

6.1.4 地基振幅：≤5μm。

6.2 校准项目及校准用标准器

电子探针校准项目及校准用标准器见表1。

表1 校准项目及校准用标准器

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 校准项目 | 校准用标准器 | 技术要求 |
| 1 | 长度测量示值误差 | 一维、二维标准平面栅格 | 标准器间距MPE：±3% |
| 2 | 正交性误差 | 二维标准平面栅格 | 标准器正交角度MPE：±0.3% |
| 3 | 线性失真度 | 一维、二维标准平面栅格 | 标准器间距MPE：±3% |
| 4 | 样品台重复性 | 一维、二维标准平面栅格 | —— |
| 5 | 定量分析示值误差 | 推荐使用电子探针成分分析国家有证标准物质 | *U*≤0.5%，*k*=2 |
| 6 | 定量分析测量重复性 |

1. 校准项目和校准方法

7.1 校准前准备

7.1.1 仪器应具有名称、型号、制造厂名、出厂编号等标识。校准前，需确保电子探针处于正常的工作状态及没有影响校准计量性能的因素后方可进行校准。

7.1.2 根据电子探针的操作规程，将标准物质固定于试样杆置于电子探针样品室；抽真空直到样品室的真空度达到工作状态且稳定。

7.1.3 在定量分析校准过程中，根据所测元素设置加速电压，过压比应不小于1.8，最佳过压比为2~3。

7.1.4 标准物质表面定位在光学显微镜的焦面上，测试位置应避开划痕、污染、坑洞及夹杂等。

7.1.5 样品台倾斜设置为0°，使标准物质表面垂直于入射电子束；将电子束亮度和合轴调到测试状态，静置稳定时间不少于30min。

7.2 长度测量示值误差

长度测量示值误差的校准至少包括高、中、低三个不同放大倍数。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，如图2所示。测量图像上X方向*M*（*M*≥5）个栅格周期结构的长度*D*（见图2），标准器X方向间距测量值*L*按照公式（1）进行计算：

（1）

式中：*L*—标准器间距测量值，nm；

*D*—*M*个栅格周期结构的长度，nm；

*M*—标准器间距测量值对应的周期数。

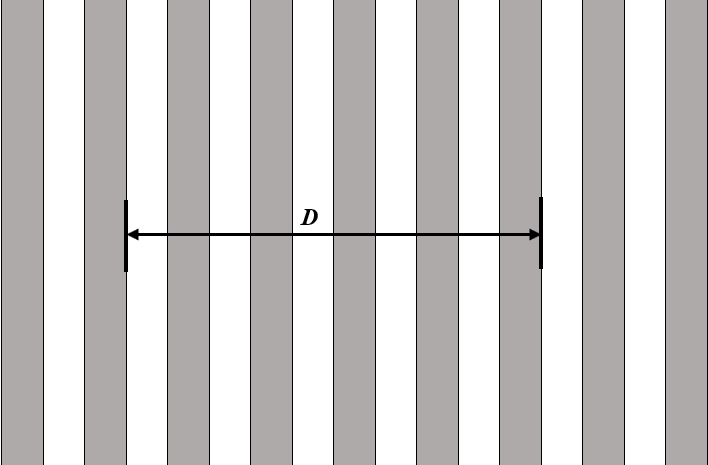


图2 标准器X方向测长值校准示意图

重复测量6次，计算6次测量值的算术平均值，电子探针长度测量示值误差按照公式（2）进行计算：

（2）

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；

将样品台旋转90°，使栅格线条沿着图像水平方向，按照标准器X方向平均间距的测量方法测量标准器Y方向平均间距，计算电子探针Y方向长度测量示值误差。

7.3 正交性误差

在二维栅格标准器的图像上选取X方向、Y方向5个以上的周期结构，使用电子探针图像测量软件测量栅格图像上X方向、Y方向的夹角角度，重复测量3次，计算3次正交角度测量值的算术平均值作为栅格正交角度测得值，该栅格正交角度测得值与栅格正交角度标准值的差为电子探针的正交性误差。电子探针正交性误差按照公式（3）进行计算：

Δ*θ*=－*θs* （3）

式中：Δ*θ* —电子探针正交性误差，°；

—标准器正交角度测量算术平均值，°；

*θs* —标准器正交角度标准值，°。

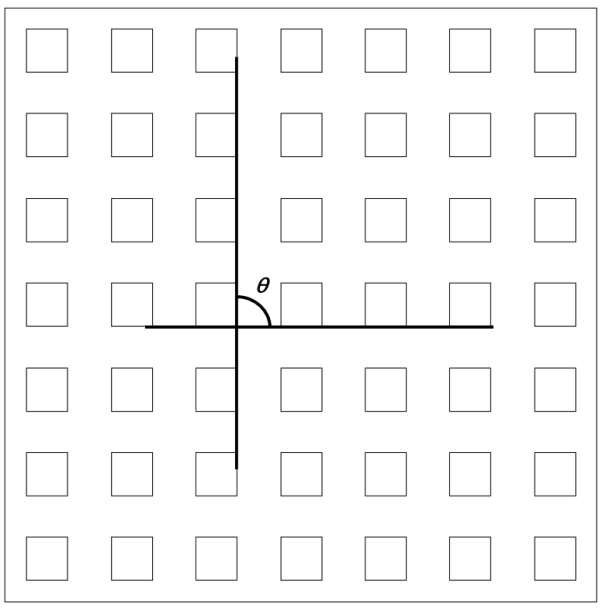


图3 正交性误差校准示意图

7.4 线性失真度

选择合适的放大倍率使得二维栅格标准器的单个栅格间距长度约为最大像幅10%，选取一个栅格，分别平移到屏幕的中心和四角，各获取一幅图像，并测量同一栅格在这5个位置上X方向、Y方向的宽度，分别为*X*0，*Y*0；*X*1，*Y* 1；*X*2，*Y* 2；*X*3，*Y* 3；*X*4，*Y* 4。该栅格在屏幕中心和四角5个位置上X方向、Y方向长度差分别为，，其中*i*=1，2，3，4。中的最大值为，中的最大值为。

X方向线性失真度按照公式（4）进行计算：

（4）

Y方向线性失真度按照公式（5）进行计算：

（5）

式中：*α*—电子探针X方向线性失真度，%；

—同一栅格在屏幕中心与四角的X方向长度差最大值，nm；

—栅格在屏幕中心X方向长度测得值，nm；

*β*—电子探针Y方向线性失真度，%；

—同一栅格在屏幕中心与四角的Y方向长度差最大值，nm；

—栅格在屏幕中心的Y方向长度测得值，nm。

7.5 样品台重复性

在放大倍率1000倍时，用二次电子像在标准器上找一个标记点，并将它移到屏幕的中心位置，消除齿轮间距，聚焦清晰后采集图像。使用样品台相对位移的移动方式，将样品台分别在X方向和Y方向移开5mm以上，消除齿轮间距，再沿相反的方向移回相同的距离，消除齿轮间距，聚焦清晰后采集图像。测量当前屏幕中心位置与标记点之间的间距。重复上述校准过程3次，计算3次测量结果的算术平均值作为样品台重复性。

7.6 定量分析示值误差

设置电子探针测试条件：加速电压（15~25）kV，束流（15~25）nA，束斑直径（10~50）μm。

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，电子探针定量分析示值误差按照公式（6）进行计算：

（6）

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，%；

7.7 定量分析测量重复性

使用合金或矿物标准物质进行定量测试，重复测量6次，定量分析测量重复性按照公式（7）进行计算：

（7）

式中：—第*i*次测量的元素的质量分数，%；

*—*标准物质中元素质量分数测量均值，%；

**—测量次数，**=6。

1. **校准结果表达**

经过校准的电子探针出具校准证书。校准证书包括的信息应符合JJF 1071-2010中5.12的要求。

1. **复校时间间隔**

送校单位可根据电子探针实际使用情况自主决定复校时间间隔，建议复校时间间隔一般为1年。 附录A

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

附录B

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 |
|  | 标准物质引入的不确定度 | 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%

附录C

电子探针显微分析仪校准记录格式

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 委托方名称 | | |  | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 委托方地址 | | |  | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 制造厂 | | |  | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 型号规格 | | |  | | | | | | | | | | | | 仪器编号 | | | | |  | | | | | | | |
| 环境温度 | | | ℃ | | | | | | | | | | | | 湿度 | | | | | %RH | | | | | | | |
| 技术依据 | | |  | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 标准物质  名称 | | | 测量范围 | | | | | | | 不确定度/准确度等级 | | | | | | | | | | 证书编号 | | | | | | 证书有效期 | |
|  | | |  | | | | | | |  | | | | | | | | | |  | | | | | |  | |
|  | | |  | | | | | | |  | | | | | | | | | |  | | | | | |  | |
| 校准日期 | | |  | | | | | | | | | | | | 证书编号 | | | | |  | | | | | | | |
| 1. 长度测量示值误差 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 放大倍数 | | 方向 | 标准值/nm | | | | 测量值  /nm | | | | | | | | | | 测量均值/nm | | | | 长度测量示值误差/nm | | | | 长度测量示值误差的扩展不确定度（*k*=2）/nm | | |
|  | | X |  | | | |  | | | | |  | | | | |  | | | |  | | | |  | | |
|  | | | | |  | | | | |
|  | | | | |  | | | | |
| Y |  | | | |  | | | | |  | | | | |  | | | |  | | | |  | | |
|  | | | | |  | | | | |
|  | | | | |  | | | | |
|  | | X |  | | | |  | | | | |  | | | | |  | | | |  | | | |  | | |
|  | | | | |  | | | | |
|  | | | | |  | | | | |
| Y |  | | | |  | | | | |  | | | | |  | | | |  | | | |  | | |
|  | | | | |  | | | | |
|  | | | | |  | | | | |
|  | | X |  | | | |  | | | | |  | | | | |  | | | |  | | | |  | | |
|  | | | | |  | | | | |
|  | | | | |  | | | | |
| Y |  | | | |  | | | | |  | | | | |  | | | |  | | | |  | | |
|  | | | | |  | | | | |
|  | | | | |  | | | | |
| 2. 正交性误差 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 放大倍数 | | | 标准值/° | | | | 单次测量值/° | | | | | | | | | | | | | | 测量值/° | | | | | 正交性误差/° | |
|  | | |  | | | |  | | | | |  | | | | |  | | | |  | | | | |  | |
| 3. 线性失真度 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 放大倍数 | 方向 | | *X*1/nm | | | *X*2/nm | | | | | *X*3/nm | | | | | *X*4/nm | | | *X*0/nm | | | | /nm | | | | 线性失真度/% |
|  | X | |  | | |  | | | | |  | | | | |  | | |  | | | |  | | | |  |
| 放大倍数 | 方向 | | *Y*1/nm | | | *Y*2/nm | | | | | *Y*3/nm | | | | | *Y*4/nm | | | *Y*0/nm | | | | /nm | | | | 线性失真度/% |
|  | Y | |  | | |  | | | | |  | | | | |  | | |  | | | |  | | | |  |
| 4. 样品台重复性 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 放大倍数 | | | 样品台重复性单次测量值/nm | | | | | | | | | | | | | | | | | | | 样品台重复性/nm | | | | | |
|  | | |  | | | | |  | | | | | | | | | |  | | | |  | | | | | |
| 5. 定量分析示值误差与测量重复性 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 元素 | 标准值/% | | | 单次测量值/% | | | | | | | | | 测量值/% | | | | 定量分析示值误差/% | | | | 测量重复性/% | | | 定量分析示值误差的扩展不确定度（*k*=2）/% | | | |
|  |  | | |  |  | | | |  | | | |  | | | |  | | | |  | | |  | | | |
|  |  | | | |  | | | |
|  |  | | |  |  | | | |  | | | |  | | | |  | | | |  | | |  | | | |
|  |  | | | |  | | | |
| 备注 | | |  | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 校准员 | | |  | | | | | | | | | | | 核验员 | | | | |  | | | | | | | | |

附录D

电子探针显微分析仪校准证书（内页）格式

证书编号：××××——××××

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 校准机构授权说明： | | | | | | | |
| 校准所依据的技术规范（名称、代号） | | | | | | | |
| 校准环境条件及地点： | | | | | | | |
| 温度 | | ℃ | | 湿度 | | % | |
| 校准地点 | |  | | | | | |
| 其它 | |  | | | | | |
| 校准使用的计量基（标）准装置（含标准物质）/主要仪器 | | | | | | | |
| 名称 | 测量范围 | | 不确定度/  准确度等级 | | 证书编号 | | 证书有效期 |
|  |  | |  | |  | |  |

第×页 共×页

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 校 准 结 果  1、长度测量示值误差   |  |  |  |  | | --- | --- | --- | --- | | 放大倍数 | 方向 | 长度测量示值误差/nm | 长度测量示值误差的扩展不确定度（*k*=2）/nm | |  |  |  |  | |  |  |  |  | |  |  |  |  | |  |  |  |  | |  |  |  |  | |  |  |  |  |   2、正交性误差   |  |  | | --- | --- | | 放大倍数 | 正交性误差/° | |  |  |   3、线性失真度   |  |  |  | | --- | --- | --- | | 放大倍数 | 方向 | 正交性误差/° | |  |  |  | |  |  |  |   4、样品台重复性   |  |  | | --- | --- | | 放大倍数 | 样品台重复性/nm | |  |  |   5、定量分析示值误差与测量重复性   |  |  |  |  |  |  | | --- | --- | --- | --- | --- | --- | | 元素 | 元素含量标称值/% | 测量值/% | 定量分析示值误差/% | 测量重复性/% | 定量分析示值误差的扩展不确定度（*k*=2）/% | |  |  |  |  |  |  | |  |  |  |  |  |  | |
| 声明：  1、本证书的校准结果仅对本次所校准的计量器具有效。  2、未经本实验室书面批准，部分复印本证书无效。 |

校准员： 核验员：

第×页 共×页