



中华人民共和国国家标准

GB/T 35099—2018

微束分析 扫描电镜-能谱法 大气细粒子单颗粒形貌与元素分析

Microbeam analysis—Scanning electron microscopy with energy dispersive
X-ray spectrometry—Morphology and element analysis of single fine particles
in ambient air

2018-05-14 发布

2019-04-01 实施

国家市场监督管理总局
中国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 分析原理	1
5 仪器和材料	2
6 样品采集与保存	2
7 样品分析	3
8 数据处理和结果计算	4
9 分析结果发布	5
附录 A (资料性附录) 核孔膜及核孔膜上颗粒物扫描电镜形貌	6
附录 B (资料性附录) 扫描电镜单颗粒分析记录表格参考格式	7
附录 C (资料性附录) 环境空气中颗粒物主要种类、单颗粒典型形貌及能谱特征	8

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国微束标准化技术委员会(SAC/TC 38)提出并归口。

本标准起草单位:国家环境分析测试中心、北京化工大学。

本标准主要起草人:董树屏、殷惠民、李玉武、陈航宇、任立军、杜祯宇、徐仲均。

引 言

近年来,环境空气中细粒子(PM_{2.5})污染防控已成为我国社会广泛关注的环境问题。准确识别细粒子来源类型,为有针对性地治理颗粒物污染、改善环境空气质量提供技术支持是我国科技工作者面临的一项艰巨任务。对不同粒径颗粒物来源进行定性识别和定量解析是大气颗粒物研究的主要内容之一,是环境政策制定和污染防治的重要依据。

目前,环境空气细粒子来源解析的主要方法是以环境样品采集与全样品化学分析结果为基础的受体模型法。对环境空气细粒子的研究已经从早期的全样品化学分析逐步拓展到了单颗粒分析。因为单颗粒分析所需采样时间短,很少量的样品就可以进行分析,这使得对环境空气细粒子短期组分变化的测量更精确。此外,单颗粒分析的数据可以用来作为自然源或人为源的“指纹”。单颗粒分析已经成为国内外表征环境空气细粒子特征的重要技术手段。

扫描电子显微镜与能谱仪联用(SEM-EDS)是简便快捷的单颗粒表征技术之一。该技术可直观识别区分颗粒物种类,对其来源类型作出直观和清晰的判断,并且根据颗粒物数目的计数统计给出源贡献率,得到不同粒径范围的颗粒物污染特征。该技术和原有的全样品分析手段相结合,使源解析工作更全面、更准确,特别是针对特定污染源的识别有其特有的优势,可望在雾霾污染防治工作中发挥重要作用。

微束分析 扫描电镜-能谱法

大气细粒子单颗粒形貌与元素分析

1 范围

本标准规定了利用扫描电子显微镜(SEM)及能谱仪(EDS)观测环境空气中细粒子单颗粒形貌、定性分析元素,对环境空气颗粒物进行分类的方法。扫描电镜用于颗粒物的形貌观察和粒径测量,X射线能谱仪用于颗粒物主要元素定性分析。

本标准适用于在电子束轰击下稳定的颗粒物分析,不适用于硝酸盐、铵盐等热不稳定的颗粒物分析。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 27025 检测和校准实验室能力的通用要求

HJ 618 环境空气 PM₁₀ 和 PM_{2.5} 的测定 重量法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

单颗粒 single particle

环境空气中粒径尺寸范围在 0.5 μm~10 μm 的单个颗粒物。

3.2

核孔膜 capillary-pore polycarbonate aerosol filters

采用核径迹蚀刻制备的专用聚碳酸酯膜。

4 分析原理

扫描电镜(SEM)工作原理:经高压加速后的聚集电子束轰击放在样品室内的样品并产生二次电子,由探测器探测二次电子信号并转成电信号,经放大器放大后在显示器上显示出样品的表面形貌及粒径大小。

X射线能谱仪(EDS)工作原理:聚焦电子束轰击样品表面,激发出样品组成元素的特征 X 射线。根据特征 X 射线的能量确定元素种类,根据谱线强度进行定性分析。

综合分析单颗粒的形貌特点、粒径及主要元素组成等信息,与不同污染源颗粒物典型形貌及特征谱图进行比较,可识别单颗粒可能来源。基于一定数量(如 300 个~1 000 个)单个颗粒物的分析数据,可得到不同粒径范围内各类颗粒物的数目百分数。