

# 精确测定 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 晶体薄膜中铝含量的 电子探针波谱法研究

刘运传 周燕萍 王雪蓉 孟祥艳 段 剑 郑会保

(中国兵器工业集团第五三研究所, 山东 济南 250031)

**摘要** 采用蒙特卡罗理论模拟加速电子在氮铝镓晶体薄膜中的运动轨迹, 研究加速电压与高能电子所能达到样品深度的数学关系, 并通过紫外可见光透射法获得晶体薄膜的光学厚度。根据理论模拟结果, 选择适合于本样品的加速电压、电流与电子束直径等实验条件, 电子探针波谱法测定  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  薄膜中铝元素含量, 由两个电子探针实验室进行分析, 每个实验室测量 6 个样品, 共 12 个样品。从重复性测量、X 射线强度、物理参数、校准用标准物质及仪器检测限等因素, 对电子探针波谱法测量  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  薄膜材料中铝含量的测量不确定度进行分析。研究结果表明电子探针波谱法测量  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  晶体薄膜组分 ( $x=0.8$ ) 的相对测量不确定度为  $2.7 \times 10^{-2}$ , 包含因子  $k=2$ 。

**关键词** 薄膜; 氮铝镓; 电子探针波谱法; 测量不确定度; 蒙特卡罗法

**中图分类号** TB34; TB99; O793; O614.3<sup>+</sup>1 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/AOS201333.0631001

## Accurate EPMA/WDS Measurement of Aluminium Composition in $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ Crystal Film

Liu Yunchuan Zhou Yanping Wang Xuerong Meng Xiangyan

Duan Jian Zheng Huibao

(Institute 53th of China's Ordnance Industry Group, Jinan, Shandong 250031, China)

**Abstract** The motion tracks of high energy accelerated electron in  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  crystal film material are simulated by Monte Carlo method. The relationships between accelerated voltages and the depths which kV voltages accelerated electron can reach are studied. The experimental thickness of crystal film epitaxial layer is measured by ultraviolet visible light transmittance spectra method. The aluminium composition of crystal film epitaxial layer is determined by electron probe microanalysis/wavelength dispersive spectrometer (EPMA/WDS) method, with suitable experimental parameters of accelerated voltage and current and beam diameter from theoretical simulation. The experiment is carried out between two EPMA laboratories, six samples by each laboratory. The source of measurement uncertainty is analyzed including measurement reproducibility and X-ray intensity and physical parameter etc.. The experimental results show that the measurement uncertainty of EPMA/WDS for the determination of aluminium composition ( $x=0.8$ ) is  $2.7 \times 10^{-2}$ , the coverage factor  $k$  is 2.

**Key words** films;  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ; EPMA/WDS; uncertainty; Monte Carlo method

**OCIS codes** 160.4670; 160.6000; 120.3940

## 1 引 言

掺杂铝的氮化镓材料的截止波长可达到深紫外光波段, 可以做成日光盲紫外探测器、紫外激光器与杀菌紫外光源等, 在军事、民用领域都具有十分重要的价值<sup>[1,2]</sup>。目前, 金属有机化合物气相沉积法 (MOCVD) 是生长氮化镓材料的主要技术, 以三甲

基铝、三甲基镓与氨气为铝源、镓源和氮源, 在蓝宝石衬底上生长铝镓氮晶体薄膜, 晶体薄膜的厚度往往在十几个纳米到几个微米之间<sup>[3]</sup>。对铝镓氮材料的生长技术与光电性能等方面的研究需要准确测量材料的组分含量, 特别是对铝含量测定十分重要<sup>[4]</sup>。在薄膜材料的组分定量技术中, 电子探针波谱分析

收稿日期: 2013-01-18; 收到修改稿日期: 2013-03-01

基金项目: 国防基础科研计划项目 (J092009A001) 资助课题。

作者简介: 刘运传 (1974—), 男, 硕士, 高级工程师, 主要从事计量科研方面的研究。E-mail: liuyuncuan@sina.com

(EPMA/WDS)是表面定量分析方法中灵敏度、准确性最高的技术之一。随着分光晶体性能的增强,EPMA/WDS在轻元素性能分析方面逐渐令人满意,适合铝镓氮晶体薄膜材料的组分定量分析<sup>[5]</sup>。本文制备了组分分布均匀的铝镓氮晶体外延片,采用蒙特卡罗法对加速电子在氮铝镓材料中的运动轨迹进行理论模拟,寻找高能电子的加速电压对应电子到达样品深度的数学关系;采用紫外可见光光谱法获得薄膜的光学厚度,选择满足样品分析的实验条件,对铝镓氮晶体薄膜中铝含量测定的电子探针波谱法进行研究,研究结果为铝镓氮材料的EPMA/WDS的定量分析提供了有益的参考。

## 2 实验样品

所用样品是采用金属有机化学气相沉积法生长的氮铝镓外延膜,以三甲基铝、三甲基镓和氨气分别作为铝源、镓源和氮源,用高纯氢气为载气,在蓝宝石衬底上低温生长厚度大约 20 nm 的氮化铝缓冲层,然后在高温下生长厚度大约 2  $\mu\text{m}$  氮铝镓晶体薄膜,采用美国 Photon Systems 公司的 5.5 eV 深紫外光致发光/拉曼光谱仪(UV-PL/Raman)对样品的横向均匀性进行了考核<sup>[6]</sup>,选择均匀性良好的晶片进行 EPMA/WDS 实验分析。铝镓氮晶片外延层的光学厚度用紫外可见光光谱仪测定,取透射模式,扫描范围为 200~800 nm,步长为 1 nm,根据透射率包络法利用透射率光谱曲线的极值点数值来计算折射率<sup>[7]</sup>,获得材料的色散曲线,并计算得到晶体薄膜的厚度大约为 2  $\mu\text{m}$ 。

## 3 理论模拟

理论模拟加速电子在铝镓氮材料中的运动轨迹,从理论上分析高能电子所能到达材料的最大深度,可以选择适合于本样品分析的实验条件,避免衬底元素对材料带来的影响。蒙特卡罗法不仅模拟一次电子的运动运输和分布情况,而且还能给出背散射电子、二次电子等信息<sup>[8,9]</sup>。首先模拟了组分  $x$  不同时,10 kV 加速电压下电子到达最大深度与组分的数学关系, $y=192.4\exp(-1.39x)+656.1$ ,自变量  $x$  代表材料的组分,因变量  $y$  代表电子所到达材料的最大深度,如图 1 所示,随着  $x$  值的增加,电子到达的材料深度随之增加,当然能够到达最大深度的电子数目相当少,这点在激发 X 射线的强度与电子到达样品深度关系图中得到了清楚的反映,如

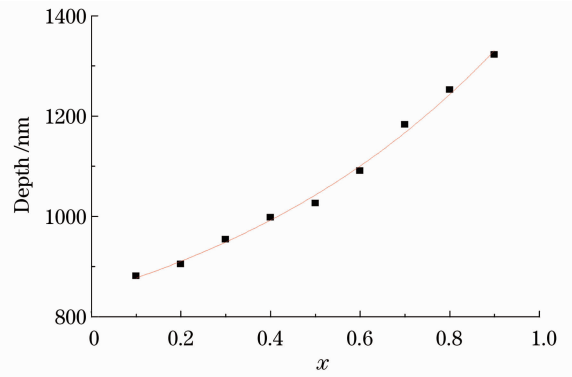


图 1  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  中  $x$  与最大深度的关系图

图 2 所示。对于  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  材料的铝元素  $x=0.8$  时,在深度为 1.2  $\mu\text{m}$  处,仍然有少量 X 射线( $\text{K}\alpha_1$ )发生,但是 X 射线的强度相当小,整个过程样品产生 X 射线强度为 1461.85,样品吸收后的强度为 1105.30,样品表面 1  $\mu\text{m}$  内为产生 X 射线的主要样品区域,占 X 射线总强度的 99.9% 以上。

在光学法测定样品中铝含量的基础上<sup>[10]</sup>,对  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  ( $x=0.8$ ) 进行理论模拟加速电压与深度

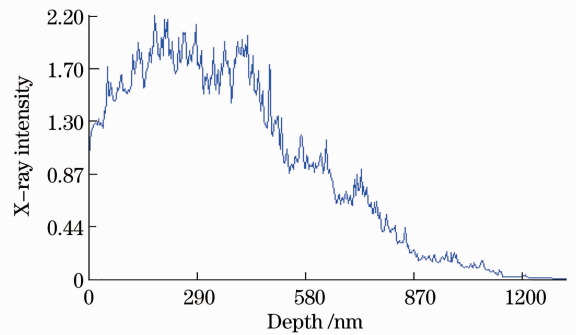


图 2 X 射线强度随样品深度的变化图( $x=0.8$ )

Fig. 2 Changes of X-ray intensity with the depth of the sample ( $x=0.8$ )

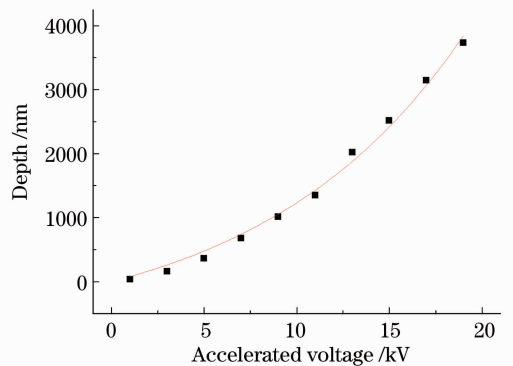


图 3 加速电压与样品深度的关系图( $x=0.8$ )

Fig. 3 Relationship between accelerated voltage and depth ( $x=0.8$ )

的关系,如图 3 所示,理论模型为  $y = -830.85[1 - \exp(0.091x)]$ ,当加速电压为 10 kV 时,电子达到样品的深度为 1233.23 nm,加速电压为 15 kV 时,深度为 2422.53 nm。就本样品而言,按照理论研究结果,加速电压为 10 kV,电流为 10 nA 的实验条件基本满足分析要求。按照理论获得的实验条件对样品进行电子探针波谱法分析,完全避免了缓冲层与衬底元素对测量结果的影响。

## 4 实验与结果分析

在理论研究的基础上,采用两种不同型号的仪器对样品进行实验分析,用于电子探针波谱分析的  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  样品为 10 mm×10 mm 的晶片。实验前,用丙酮清洗样品表面有机物污渍,用稀盐酸浸泡 10 min 清除金属污染物,去离子水清洗干燥后,均匀

地喷涂碳层,碳层厚度的理想状态为样品中 Al、Ga、N 元素测试结果的总和接近 100%;用于 EPMA/WDS 法研究的仪器型号为 EPMA-1600 与 JEOL JXA-8100 型电子探针分析仪,加速电压为 10 kV,电流为 10 nA,电子束直径为 10  $\mu\text{m}$  与 20  $\mu\text{m}$ ,标准样品纯铝 (Al 质量分数为 99.99%)、GaAs (Ga 质量分数为 48.2%,As 质量分数为 51.8%,下同) 与 BN (N 质量分数 56.44%,B 质量分数 43.56%)。采用 EPMA-1600 型电子探针分析仪的实验结果三种元素的总和为 99.0%~100.0% 之间;受到碳层涂层的影响,采用 JEOL JXA-8100 型电子探针分析仪的实验结果三种元素的总和 90.0%~100.0% 之间,但三种元素归一化后,铝含量与 EPMA-1600 测定结果一致,故采用两个实验室的数据进行分析。具体实验结果列于表 1 与表 2 中。

表 1 JEOL JXA-8100 型电子探针分析仪测定结果

Table 1 Measurement results of JEOL JXA-8100 model electron probe microanalysis

| Sample No. | Test times and statistical value /% |       |       |       |       |       | Mean value | SD   | RSD |
|------------|-------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|------------|------|-----|
|            | 1                                   | 2     | 3     | 4     | 5     |       |            |      |     |
| 1          | 44.65                               | 44.29 | 44.11 | 44.17 | 43.94 | 44.23 | 0.27       | 0.60 |     |
| 2          | 44.12                               | 44.67 | 44.22 | 44.32 | 44.55 | 44.32 | 0.23       | 0.52 |     |
| 3          | 44.66                               | 44.29 | 44.23 | 44.32 | 44.99 | 44.50 | 0.32       | 0.72 |     |
| 4          | 45.04                               | 44.32 | 44.27 | 44.23 | 44.08 | 44.39 | 0.38       | 0.86 |     |
| 5          | 44.45                               | 43.72 | 44.15 | 44.17 | 43.99 | 44.10 | 0.27       | 0.61 |     |
| 6          | 44.29                               | 43.75 | 43.90 | 44.54 | 44.44 | 44.18 | 0.34       | 0.78 |     |

表 2 EPMA-1600 型电子探针分析仪测定结果

Table 2 Measurement results of EPMA-1600 model electron probe microanalysis

| Sample No. | Test times and statistical value /% |       |       |       |       |       | Mean value | SD   | RSD |
|------------|-------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|------------|------|-----|
|            | 1                                   | 2     | 3     | 4     | 5     |       |            |      |     |
| 1          | 43.19                               | 45.95 | 45.57 | 45.58 | 45.45 | 45.15 | 1.11       | 2.46 |     |
| 2          | 43.66                               | 43.52 | 43.49 | 44.44 | —     | 43.78 | 0.45       | 1.02 |     |
| 3          | 44.21                               | 44.11 | 43.35 | —     | —     | 43.89 | 0.47       | 1.07 |     |
| 4          | 44.93                               | 44.49 | 45.00 | —     | —     | 44.81 | 0.28       | 0.62 |     |
| 5          | 43.88                               | 44.14 | 44.25 | —     | —     | 44.09 | 0.19       | 0.43 |     |
| 6          | 44.75                               | 44.65 | 44.78 | —     | —     | 44.73 | 0.07       | 0.15 |     |

电子探针分析依据样品中 Al 元素的相对含量与该元素产生的特征 X 射线强度呈正比的关系,在相同的电子探针分析条件下,同时测量试样中已知成分的标准样品中 Al 元素的同名 X 射线强度,本文用 X 射线为  $\text{K}\alpha_1$ ;电子探针波谱法测量不确定来源主要包括重复性测量产生的不确定度  $u_{a,1}$ ,X 射线强度测量产生的不确定度  $u_{a,2}$ ,物理参数引入的不确定度  $u_{b,1}$ ,校准用标准物质的定值不确定度  $u_{b,2}$ ,仪器检测限引入的不确定度  $u_{b,3}$ <sup>[11~13]</sup>。

电子探针波谱法重复性测量产生的不确定度

$u_{a,1}$ ,为 A 类不确定度评估。本文采用 6 个样品的加权平均值的标准偏差  $s(\bar{x})/\sqrt{6}$  作为  $u_{a,1}$ ,JEOL JXA-8100 型电子探针分析仪测定 6 个样品平均值的标准偏差为 0.16,EPMA-1600 型电子探针分析仪测定 6 个样品平均值的标准偏差为 0.78,对实验数据统计进行处理,电子探针波谱法重复性测量产生的不确定度  $u_{a,1}$  为  $1.7 \times 10^{-3}$ 。

X 射线强度测量产生的不确定度  $u_{a,2}$  由计数统计  $u_{a,2,1}$ 、死时间校正  $u_{a,2,2}$ 、谱线干扰校正  $u_{a,2,3}$  与背

景校正  $u_{a,2,4}$  产生的误差造成的,对铝镓氮样品来说,不存在谱线干扰,主要考虑计数统计与死时间校正产生的误差,按照电子探针波谱技术定量原理,氮化镓中铝含量可以采用下式计算:

$$m_{i,s} = m_{i,ss} \times G_{i,ZAF} \times \frac{I_{i,s}}{I_{i,ss}}, \quad (1)$$

式中  $m_{i,s}$ 、 $m_{i,ss}$  为样品与标准样品中铝元素的含量,  $G_{i,ZAF}$  为原子序数校正、吸收校正与荧光校正系数的积 ( $G_{i,ZAF} = G_{i,Z} \times G_{i,A} \times G_{i,F}$ ),  $I_{i,s}$ 、 $I_{i,ss}$  分别为样品与标准样品中铝元素的强度。X 射线计数统计分布服从泊松分布,所以峰值净计数  $I$  的标准偏差  $\sigma = \sqrt{I}$ , X 射线计数随时间统计的涨落产生的相对标准偏差  $s = \frac{\sigma}{I} = \frac{1}{\sqrt{I}}$ , 对(1)式进行微分,可以得到

$$\frac{\partial m_{i,s}}{\partial m_{i,ss}} = m_{i,ss} \times G_{i,ZAF} \times \frac{1}{I_{i,ss}}, \quad (2)$$

$$\frac{\partial m_{i,s}}{\partial I_{i,ss}} = -m_{i,ss} \times G_{i,ZAF} \times \frac{I_{i,s}}{I_{i,ss}^2}. \quad (3)$$

由于测试标样  $I_{i,s}$ 、 $I_{i,ss}$  是同一实验条件下独立进行的,不存在相关性,故可以采用不相关的 A 类不确定度合成处理。把  $m_{i,s} = 99.99$ ,  $G_{i,ZAF} = 1.2073$ ,  $I_{i,s} = 7873.07$ ,  $I_{i,ss} = 22717.75$  代入(2)、(3)式,最终得到计数统计引入的不确定度  $u_{a,2,1}$  为  $6.2 \times 10^{-7}$ , 样品与标准样品的 X 射线强度大是造成此不确定度小的原因。

样品与标准样品的计数率不同,死时间造成的损失也不同,基于此原因,必须对死时间进行校正,  $I_i = I'_i / (1 - \tau I'_i)$ , 式中  $I_i$  是经过死时间校正后的特征 X 射线强度,  $I'_i$  是实际记录的特征 X 射线的强度,  $\tau$  是死时间,一般为  $5 \sim 10 \mu s$ 。对死时间校正公式微分得

$$\frac{\partial I_i}{\partial \tau} = -\frac{I'_i}{(1 - \tau I'_i)^2} \times I'_i = -I_i^2. \quad (4)$$

死时间  $\Delta\tau = 1 \mu s$ , 由死时间引起 X 射线强度的变化得  $\Delta I_{i,s} = 61.99$ ,  $\Delta I_{i,ss} = 516.10$ , 最终得到死时间校正引入的不确定度  $u_{a,2,2} = 3.5 \times 10^{-3}$ , 此项不确定度是电子探针波谱测量铝镓氮材料的主要不确定度。

物理参数引入的不确定度  $u_{b,1}$  是指在仪器校准过程中,需要对原子序数(Z)校正、吸收(A)校正和荧光(F)校正,即 ZAF 校正,将样品与标准样品对入射电子的原子序数效应以及对 X 射线的吸收效应的荧光效应的差别进行比较,从而求出响应的校正因子,并将 X 射线强度转化为元素的质量浓度。ZAF 校正的公式十分复杂,在电子探针分析的计算

机中均设有专门的软件,ZAF 修正对原子序数大于 11 的元素的定量结果的相对标准偏差为  $1 \times 10^{-3}$ , 计算得到本次测量的 ZAF 修正引入的不确定度大约为  $4.5 \times 10^{-3}$ 。

用于电子探针分析实验的铝标准物质为 C. M. Taylor 公司生产的纯铝标准物质,定值不确定度为  $1 \times 10^{-4}$ , 由于标准物质的定值不确定度包含因子  $k=2$ , 标样引入的不确定度可认为是  $u=U/2$ 。根据

$$\frac{\partial m_{i,s}}{\partial m_{i,ss}} = G_{i,ZAF} \times \frac{I_{i,s}}{I_{i,ss}} \quad (5)$$

可得到纯铝标准物质引入的  $Al_xGa_{1-x}N$  薄膜中铝元素含量测量结果的不确定度  $u_{b,2}$  为  $2.1 \times 10^{-5}$ 。

通常电子探针波谱仪定量分析的检测限为  $0.01\% \sim 0.05\%$ , 以检测限最大值  $5 \times 10^{-4}$  作为本次实验样品测试仪器的检测限,所以本实验中由仪器检测限引入的不确定度的分量为  $0.05\%$ , 仪器检测限引入的不确定度  $u_{b,3}$  大约为  $2.3 \times 10^{-4}$ 。

由于上述各不确定度分量线性无关,按照

$$u_c = \sqrt{\sum_{i=1}^n u_i^2} \quad (6)$$

得到合成标准测量不确定度  $u_c$  为  $5.9 \times 10^{-3}$ ; 样品测量平均值  $\bar{m}$  为  $44.35\%$ , 按照

$$u_r = \frac{u_c}{\bar{m}} \times 100\% \quad (7)$$

进行合成,得到相对标准测量不确定度为  $1.33 \times 10^{-2}$ ; 扩展相对测量不确定度  $U_r = k u_r$ , 为  $2.7 \times 10^{-2}$ , 包含因子  $k=2$ 。

## 4 结 论

采用蒙特卡罗法模拟了高能电子在  $Al_xGa_{1-x}N$  材料中的运动规律,理论研究了  $Al_xGa_{1-x}N$  材料的  $x$  值与 10 kV 电子到达样品深度的规律,理论模型为  $y = 192.4 \exp(-1.39x) + 656.1$ , 通过理论模型确定了适合于  $Al_xGa_{1-x}N$  晶体薄膜分析加速电压条件。从重复性测量、X 射线强度、物理参数、校准用标准物质及仪器检测限等因素,对电子探针波谱法测量  $Al_xGa_{1-x}N$  薄膜材料中铝含量的测量不确定度进行分析。研究结果表明电子探针波谱法对氮铝镓材料( $x=0.8$ )的相对测量不确定度为  $2.7 \times 10^{-2}$ , 包含因子  $k=2$ 。本文理论与实验相结合,研究了电子探针波谱法测量  $Al_xGa_{1-x}N$  光学薄膜准确性,为  $Al_xGa_{1-x}N$  光学薄膜材料的 EPMA/WDS 分析的准确度提供了有益的参考。

## 参 考 文 献

- 1 Xie Zili, Zhang Rong, Xiu Xiangqian *et al.*. MOCVD growth and characteristics of high quality AlGa<sub>x</sub>N used in the DBR structure of ultraviolet detector [J]. *Acta Physica Sinica*, 2007, **56**(11): 6717~6721  
谢自力, 张荣, 修向前等. 用于紫外探测器 DBR 结构的高质量 AlGa<sub>x</sub>N 材料 MOCVD 生长及其特性研究 [J]. *物理学报*, 2007, **56**(11): 6717~6721
- 2 Zhao Man, Li Jian, Wang Xiaojuan *et al.*. The properties of GaN schottky photodetectors [J]. *Acta Optica Sinica*, 2009, **29**(12): 3409~3412  
赵曼, 李健, 王晓鹃等. 肖特基型氮化镓紫外光电探测器性能 [J]. *光学学报*, 2009, **29**(12): 3409~3412
- 3 K. Balakrishnan, M. Lachab, H. C. Chen. MOCVD growth of semipolar Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N on *m*-plane sapphire for applications in deep-ultraviolet light emitters [J]. *Physica Status Solidi (a)*, 2011, **208**(12): 2724~2729
- 4 Sun Jingnan, Sun Wenjun, Zhao Liping *et al.*. Study of the factors influencing the properties of AlGa<sub>x</sub>N/GaN quantum cascade lasers [J]. *Acta Optica Sinica*, 2012, **32**(2): 173~177  
孙京南, 孙文军, 赵立萍等. 影响 AlGa<sub>x</sub>N/GaN 量子级联激光器性能的因素研究 [J]. *光学学报*, 2012, **32**(2): 173~177
- 5 Jung Gon Kim, Atsuhito Kimura, Yasuhito Kamel. Observation of longitudinal-optic-phonon-plasmon-coupled mode in *n*-type AlGa<sub>x</sub>N alloy films [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 2011, **99**(25): 251904
- 6 Wang Xuerong, Wei Liping, Zheng huibao *et al.*. Al contents of Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N epitaxial films studied by photoluminescence technique [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2012, **49**(5): 138~142  
王雪蓉, 魏莉萍, 郑会保等. 利用光致发光法测定 Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N 外延膜中的铝元素含量 [J]. *激光与光电子学进展*, 2012, **49**(5): 138~142
- 7 Qi Xueyi, Li Chenchen, Yang Guolai *et al.*. Reflection and transmission spectra measurement of GaN thin film generated by means of MOVPE and MBE procedures [J]. *Journal of Lanzhou University of Technology*, 2007, **33**(5): 161~164  
齐学义, 李晨晨, 杨国来等. 基于 MOVPE 和 MBE 法生长的 GaN 薄膜的反射、透射光谱测量 [J]. *兰州理工大学学报*, 2007, **33**(5): 161~164
- 8 Chang Tianhai, Zheng Junrong. Monte Carlo simulation of secondary electron emission from solid metal [J]. *Acta Physica Sinica*, 2012, **61**(24): 241401  
常天海, 郑俊荣. 固体金属二次发射的 Monte-Carlo [J]. *物理学报*, 2012, **61**(24): 241401
- 9 Tang Zhenyu, Xia Riyuan. Emission of the backscattered electrons from ultra-thin film on substrate under the action of low-energy beams [J]. *Acta Physica Sinica*, 2002, **51**(7): 1507~1510  
谭震宇, 夏日源. 低能束作用下衬底上超薄膜背散射电子发射 [J]. *物理学报*, 2002, **51**(7): 1507~1510
- 10 C. A. Parker, J. C. Roberts, S. M. Bedair *et al.*. Optical band gap dependence composition and thickness of In<sub>1-x</sub>Ga<sub>x</sub>N (0<*x*<0.25) grown on GaN [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 1999, **75**(17): 2566~2568
- 11 Li Zongyang, Yuan Tianyou. Technology Foundation of National Defence [M]. Beijing: Atomic Energy Press, 2002. 196~197  
李宗扬, 元天佑. 国防技术基础 [M]. 北京: 原子能出版社, 2002. 196~197
- 12 Wu Yuanyuan. Uncertainty evaluation on quantitative results of Si content in silicon steel with EPMA-WDS [J]. *Physical Testing and Chemical Analysis Part A (Physical Testing)*, 2011, **47**(6): 368~370  
吴园园. 电子探针波谱仪定量测定硅钢中硅含量结果的不确定度评定 [J]. *理化检测-物理分册*, 2011, **47**(6): 368~370
- 13 F. Christien, R. Le Gall. Measuring surface and grain boundary segregation using wavelength dispersive X-ray spectroscopy [J]. *Surface Science*, 2008, **602**(14): 2463~2472

栏目编辑: 何卓铭