



中华人民共和国国家标准

GB/T 17360—2008
代替 GB/T 17360—1998

本标准代替 GB/T 17360—1998《钢中低含量 Si、Mn 的电子探针定量分析》
本标准与 GB/T 17360—1998 相比主要变化如下：

- 将标准中的公式统一编号；
- 在 4.1 句末加上“或配有微处理器的扫描电镜”；
- 在 4.3 和 6.2 中将“样品”改为“试样”；
- 在 5.1 中对所用样品做了具体的要求，并去掉个别条款；
- 在 6.2 的“需达到分析部位无孔以及无其他缺陷”条款上“增加无表面氧化”，将“无水析出”改为“无水孔”；

钢中低含量 Si、Mn 的电子探针 定量分析方法

Quantitative analysis method of low content Si and Mn in steel
with electron probe microanalysis

本标准起草单位：中国科学院金属研究所。
本标准主要起草人：孙爱芹、周玉华、徐承英。
本标准所代替标准的历次版本及名称如下：
——GB/T 17360—1998。

2008-06-16 发布

2009-03-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钢中低含量 Si、Mn 的电子探针
定量分析方法

GB/T 17360—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

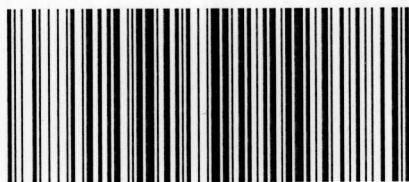
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2008 年 9 月第一版 2008 年 9 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-33163 定价 14.00 元



GB/T 17360-2008

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话: (010)68533533

前 言

本标准代替 GB/T 17360—1998《钢中低含量 Si、Mn 的电子探针定量分析方法》。

本标准与 GB/T 17360—1998 相比主要变化如下：

- 英文名称修改为“Quantitative analysis method of low content Si and Mn in steel with electron probe microanalysis”；
- 将标准中的公式统一编号；
- 在 4.1 句末加上“或配有波谱仪的扫描电镜”；
- 在 4.2 和 6.2 中将“样品”改为“试样”；
- 在 5.1 中对所用样品做了具体的要求，并去掉样品编号；
- 在 6.2 的“需达到分析部位无污染及其他缺陷”前加上“经抛光和清洗后”，将“无水酒精”改为“无水乙醇”；
- 在 7.1.7 和 7.2.1 中将“背景”改为“背底”；
- 在 7.2.2 的 a) 句末加上“见附录 A”；
- 在 7.2.2 的 c) 中，标定曲线的覆盖范围，Si：“0.4%~3.6%”改为“(0.40~4.51)%”；
- 在 9.1 中将 3.6% 改为 4.51%；
- 在 10 中将“仪器出射角”改为“仪器检出角”，并规范了实验报告的格式和内容；
- 删去附录中的最后一段。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国科学院金属研究所。

本标准主要起草人：孙爱芹、尚玉华、徐乐英。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 17360—1998。

钢中低含量 Si、Mn 的电子探针 定量分析方法

1 范围

本标准规定了低合金钢和碳钢中低含量 Si、Mn 的电子探针定量分析方法,即标定曲线法。
本标准适用于带波谱仪的扫描电镜。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 4930—1993 微束分析 电子探针分析 标准样品技术条件导则(GB/T 4930—2008, ISO 14595:2003, IDT)

GB/T 15074 电子探针定量分析方法通则

3 方法原理

在低含量范围内,元素发射的特征 X 射线的强度比与含量之间有近似线性关系。根据这一特点,采用至少 5 种不同 Si 含量、不同 Mn 含量的 Fe-Si 和 Fe-Mn 系列组合标样各一套,在常规实验条件下,分别绘制组合标样中 Si、Mn 的含量 $C_i(\text{Si})$ 、 $C_i(\text{Mn})$ 与测定的 Si 和 Mn 的 X 射线强度比 $K_i(\text{Si})$ 、 $K_i(\text{Mn})$ 的关系曲线(称为标定曲线,见图 A.1),便可由测量强度比,在该标定曲线上获得待测钢样中低含量 Si、Mn 的含量。

在一定实验条件下,元素 Si、Mn 的 X 射线强度比 $K_i(\text{Si})$ 、 $K_i(\text{Mn})$ 由式(1)、式(2)给出:

$$K_i(\text{Si}) = I_i(\text{Si})/I_{\text{st}}(\text{Si}) \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$K_i(\text{Mn}) = I_i(\text{Mn})/I_{\text{st}}(\text{Mn}) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$I_i(\text{Si})$ 、 $I_i(\text{Mn})$ 分别为 Fe-Si、Fe-Mn 组合标样的 SiK_α 、 MnK_α 线的强度;

$I_{\text{st}}(\text{Si})$ 、 $I_{\text{st}}(\text{Mn})$ 分别为纯 Si、纯 Mn 标样中 SiK_α 、 MnK_α 线的强度;

i 为组合标样中单个标样的序号。

4 仪器与辅助设备

4.1 电子探针分析仪或配有波谱仪的扫描电镜。

4.2 制备试样装置和金相显微镜。

4.3 超声波清洗装置。

5 标样

5.1 推荐使用符合 GB/T 4930—1993 电子探针分析标准样品通用技术条件的标准样品,本标准所用 Fe-Si 组合标样,其中 Si 的标准成分分别是:0.42%、0.63%、0.71%、0.87%、1.65%、2.92%、3.53%、4.51%、余量为 Fe; Fe-Mn 组合标样,其中 Mn 的标准成分分别是 0.18%、0.25%、0.32%、0.53%、0.85%、1.76%、2.34%、3.45%、余量为 Fe。

6 试样制备

- 6.1 按金相试样制备方法将试样研磨抛光。
- 6.2 在 200~500 倍金相显微镜下观察试样表面,经抛光和清洗后需达到分析部位无污染及其他缺陷。将试样与标样同时浸泡在无水乙醇中,用超声波装置清洗约 10 min,取出后立即用吹风机吹干。
- 6.3 根据需要可将试样与标样表面作同样程度腐蚀处理或者均不腐蚀。

7 绘制标定曲线

7.1 实验条件

- 7.1.1 仪器处于定量分析所要求的稳定状态,见 GB/T 15074。
- 7.1.2 采用微分测量方式,选择合适的波高分析器参数,以排除高次线的干扰。
- 7.1.3 Si 和 Mn 的测量线均为 K_{α} ,测量 SiK_{α} 时可选用 TAP 或 RAP 晶体, MnK_{α} 的测量可选用 LiF 晶体。
- 7.1.4 测量 SiK_{α} 时加速电压选为 15 kV,测量 MnK_{α} 的加速电压为 20 kV。
- 7.1.5 电子束流为 $1\sim 3\times 10^{-7}$ A。
- 7.1.6 电子束斑直径采用 1 μm 和 50 μm 两种;1 μm 束斑用于测量钢材中的元素偏析,50 μm 束斑用于测量钢材的平均成分。
- 7.1.7 计数时间:峰值计数时间 $T_p=(10\sim 60)\text{s}$,使累计计数达 5 000 以上,即标准偏差小于 $(5\ 000)^{\frac{1}{2}}/5\ 000\times 100\%=1.41\%$,背底计数时间 $T_b=T_p/2$ 。

7.2 测量步骤

7.2.1 测量标样的 X 射线强度比

- a) 用波谱仪定点测量 Fe-Si 组合标样中单个标样的 SiK_{α} 之峰值强度 $I_p(\text{Si})$ 和背底强度 $I_b(\text{Si})$,分别得到单个标样的强度:

$$I_i(\text{Si}) = I_p(\text{Si}) - I_b(\text{Si}) \quad \dots\dots\dots (3)$$

用同样步骤得到 Fe-Mn 系列组合标样中单个标样的强度:

$$I_i(\text{Mn}) = I_p(\text{Mn}) - I_b(\text{Mn}) \quad \dots\dots\dots (4)$$

式(3)、式(4)中的 i 为组合标样中单个标样的序号。

- b) 在同样实验条件下测量纯 Si 标样的 SiK_{α} 之峰值强度 $I_{\text{stp}}(\text{Si})$ 和背底强度 $I_{\text{stb}}(\text{Si})$,得到纯 Si 标样的强度:

$$I_{\text{st}}(\text{Si}) = I_{\text{stp}}(\text{Si}) - I_{\text{stb}}(\text{Si}) \quad \dots\dots\dots (5)$$

用同样步骤得到纯 Mn 标样的强度:

$$I_{\text{st}}(\text{Mn}) = I_{\text{stp}}(\text{Mn}) - I_{\text{stb}}(\text{Mn}) \quad \dots\dots\dots (6)$$

- c) 测量 X 射线强度时每个标样至少测量 10 个点位,去掉一个最大值、一个最小值后取其平均值。

- d) 分别求得 Fe-Si 和 Fe-Mn 组合标样中单个标样的 X 射线强度比 $K_i(\text{Si})$ 、 $K_i(\text{Mn})$:

$$K_i(\text{Si}) = I_i(\text{Si})/I_{\text{st}}(\text{Si}) \quad \dots\dots\dots (7)$$

$$K_i(\text{Mn}) = I_i(\text{Mn})/I_{\text{st}}(\text{Mn}) \quad \dots\dots\dots (8)$$

7.2.2 绘制标定曲线

- a) 利用单个标样的 X 射线强度比 $K_i(\text{Si})$ 、 $K_i(\text{Mn})$ 与其在标样中相对应的含量 $C_i(\text{Si})$ 、 $C_i(\text{Mn})$ 绘制出 Si 和 Mn 的标定曲线 $K_i(\text{Si})-C_i(\text{Si})$ 和 $K_i(\text{Mn})-C_i(\text{Mn})$ 。见附录 A。

对于每套组合标样分别绘制出电子束焦斑为 1 μm 和 50 μm 的两组标定曲线,分别适用于测量试样中 Si 和 Mn 的微区成分和平均成分。

- b) 分别求出束斑为 1 μm 和 50 μm 时的标定曲线之斜率 $S_1(\text{Si})$ 、 $S_{50}(\text{Si})$ 、 $S_1(\text{Mn})$ 、 $S_{50}(\text{Mn})$ 。

c) 标定曲线的覆盖范围分别为:Si:(0.40~4.51)%;Mn:(0.18~3.45)%。

7.3 标定曲线的相关系数 r 应满足: $0.98 \leq r \leq 1.00$, 否则需重测。

8 试样测量

8.1 以纯元素为标样,分别测量出待测试样中 Si、Mn 的 X 射线强度比,利用标定曲线查得试样中 Si、Mn 的含量。

8.2 测量试样时,束斑尺寸应与测量标定曲线时所用的一致,即为 $1\ \mu\text{m}$ 或 $50\ \mu\text{m}$ 。

8.3 电子束加速电压应与制作标定曲线时的一致,即 Si 为 15 kV;Mn 为 20 kV。

8.4 试样中 Si、Mn 的含量应位于标定曲线覆盖范围内。

9 测量误差

9.1 当待测钢样中 Si 的含量为(0.42~4.51)%时, Si 的相对测量误差小于 4%。

9.2 钢样中的 Mn 含量为(0.18~3.45)%时, Mn 的相对测量误差对应不同含量分别小于 6%~3%。

9.3 若钢中 Si 和 Mn 的含量超出上述范围,标定曲线不再适用。

10 实验报告

实验报告参见 ISO/IEC 17025,在结果报告中应包括以下内容:测量条件(加速电压、电子束直径、束流)、仪器、型号、仪器检出角、分析元素及百分含量等。



附录 A
(资料性附录)
标定曲线示意图

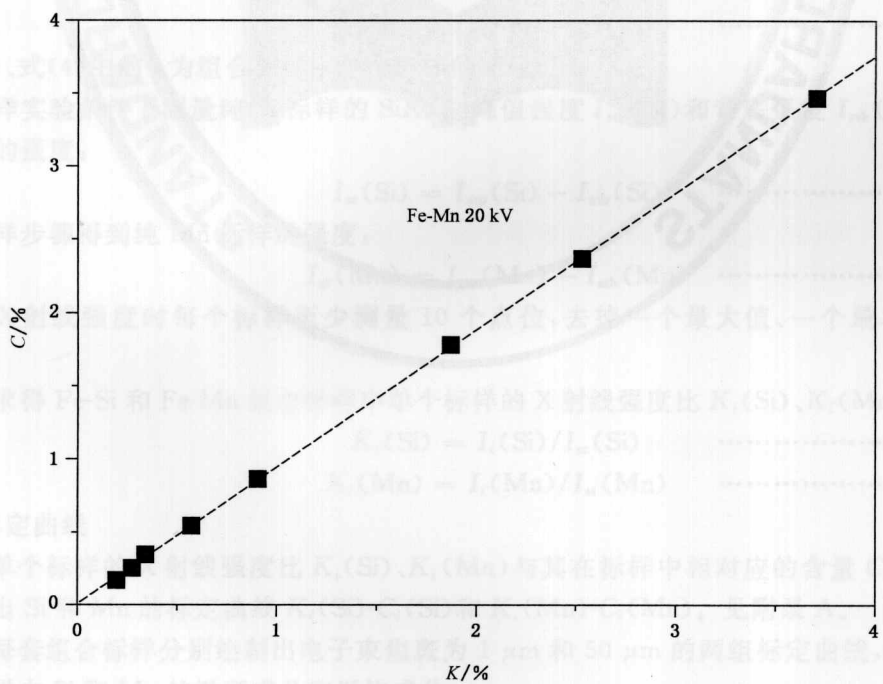
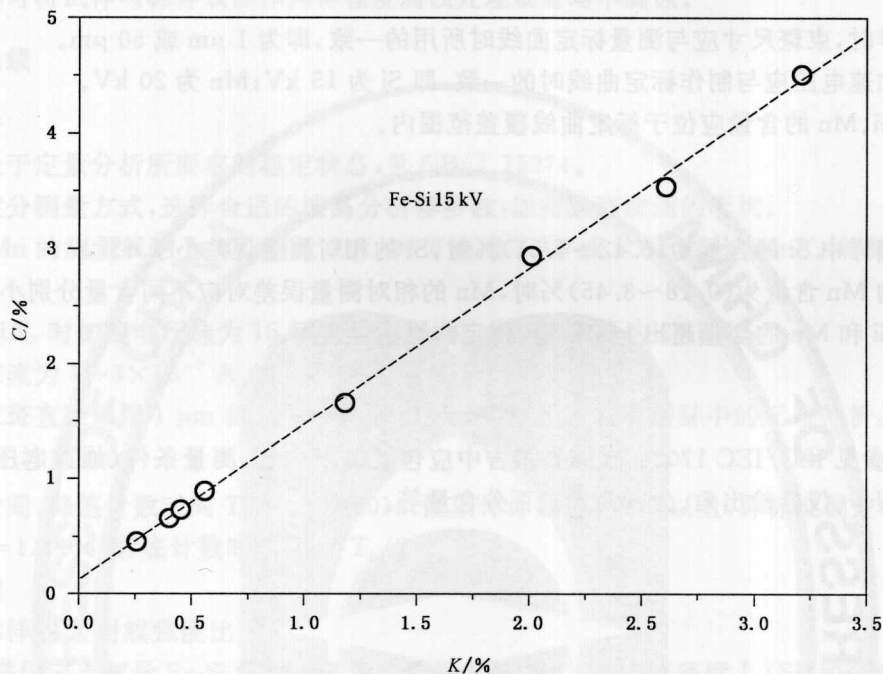


图 A.1 标定曲线示意图

Si 和 Mn 是钢中常见的基本元素。在电子探针分析中常常遇到 Si 和 Mn 的定量问题,例如测定 Si、Mn 在钢中的固溶度、偏析度等。此外, Si 和 Mn 还是鉴别钢种的重要依据,尤其是样量很少或试样不宜破坏时必须用电子探针测量。但是用电子探针测定钢中低含量的 Si 和 Mn 时,不宜采用常规分析方法,其原因是:

- a) 由于钢试样中 Si、Mn 的测量谱线 SiK_α 、 MnK_α 的计数率远低于纯标样的计数率,以致 X 射线接收器-正比流气计数管的振幅漂移效应较严重,使所测结果偏低。
 - b) 在基质修正中,由于 Fe 对 SiK_α 的质量吸收系数是 Si 的自吸收的 7.7 倍,试样中 Fe 含量大于 90%,因此 Si 的吸收修正量很大,修正量越大定量分析的准确度就越差。并且 FeK_β 的四级衍射线对 SiK_α 线有干扰作用。
 - c) 对 Mn 而言,尽管基体 Fe 对 MnK_α 的吸收与 Mn 的自吸收接近,Fe 与 Mn 的原子序数只相差 1,从而使 Fe 中 Mn 的三种基质效应的修正量均不大。然而,试验测量指出, Mn 的测量值往往偏高,这是由于 FeK_β 线对 MnK_α 线的荧光增强作用引起的。 MnK_α 线系的吸收边的波长为 0.189 2 nm, FeK_β 的波长为 0.175 8 nm,略小于前者。当某初级束的波长接近于另一元素的某壳层吸收边的短波侧时,此壳层便对这束射线发生强吸收而引起较强烈的荧光增强效应。通常由于 K 系谱线中 β 线比较弱, K_β 对 K_α 的强度之比为 1 : 9,定量修正计算中往往不考虑 β 线的影响,但这里这一效应却不可忽略。
-