



中华人民共和国国家标准

GB/T 21638—2008

钢铁材料缺陷电子束显微分析方法通则

Guide for electron beam microanalysis of defect in steel materials



2008-04-11 发布

2008-10-01 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

引 言

本国家标准是为了适应我国钢铁工业迅速发展的需求而制定的。

电子束显微分析是高技术领域的分析技术,在材料领域中有广泛的应用。钢铁材料缺陷电子束显微分析方法,是以电子束显微分析技术为核心,将显微分析与材料的质量检验、科研、生产工艺及用户使用技术结合起来,进行综合分析,以表征钢铁材料缺陷成因。标准中对从事该项分析实验室必须具备的条件、分析过程、结论用语进行规范。由于钢铁材料缺陷电子束显微分析方法比较成熟,得出的方法具有普适性,可作为其他材料缺陷电子束显微分析参考依据。

钢铁材料缺陷电子束显微分析方法通则

1 范围

本标准规定了钢铁材料缺陷电子束显微分析的术语、分析方法和程序、分析报告内容等。

本标准适用于钢铁材料内部及表面缺陷的电子束显微分析。

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 4340.1 金属维氏硬度试验 第1部分:试验方法(GB/T 4340.1—1999,eqv ISO 6507-1:1997)

GB/T 10561 钢中非金属夹杂物含量的测定 标准评级图显微检验法(GB/T 10561—2005, idt ISO 4967:1998)

GB/T 13299 钢的显微组织评定方法

GB/T 15074 电子探针定量分析方法通则

GB/T 15481 检测和校准实验室能力的通用要求(GB/T 15481—2000, idt ISO/IEC 17025:1999)

GB/T 17359 电子探针和扫描电镜 X 射线能谱定量分析通则

GB/T 19501 电子背散射衍射分析方法通则

JJG 550 扫描电子显微镜试行检定规程

JJG 901 电子探针分析仪检定规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

缺陷 defect

钢铁材料表面和/或内部存在的不连续、不完整等影响材料性能的异常部分,通常在冶炼、加工、储运和/或使用过程中形成。

3.2

宏观分析 macroscopic analysis

用肉眼或低倍放大镜(通常放大倍数小于 10 倍)对空间线度大于 10^{-4} m 物体所进行的分析。

3.3

显微分析 microscopic analysis

用显微分析仪器对空间线度在 10^{-4} m~ 10^{-8} m 之间的物质所进行的分析。

3.4

电子束显微分析 electron beam microanalysis

应用聚焦电子束照射试样表面待分析区域,并对在电子束作用下产生的特征 X 射线、二次电子、背散射电子、背散射电子衍射等各种特征信息所进行的分析,用以表征材料显微特性。

4 仪器设备

4.1 主要仪器

4.1.1 扫描电镜(或电子探针)

扫描电镜按照 JJG 550 进行检定。

电子探针按照 JJG 901 进行检定。

4.1.2 波谱仪(或能谱仪)

波谱仪和能谱仪符合 GB/T 17359 的要求。

波谱仪参照 JJG 901 进行检定。

4.1.3 电子背散射衍射装置(可选)

电子背散射衍射装置符合 GB/T 19501 的要求。

4.2 辅助设备

4.2.1 实体显微镜、金相显微镜。

4.2.2 切割、镶嵌、研磨、抛光机。

4.2.3 喷镀仪。

5 分析方法与程序

5.1 方案制订

试验前,委托者填写检验委托书,提供待分析样品的如下情况:

- a) 样品名称、数量;
- b) 制造工艺;
- c) 储存和使用条件;
- d) 发现缺陷的过程;
- e) 其他相关的信息和资料。

在了解上述情况的基础上,明确分析内容和要求,制订初步分析方案。

5.2 试验前准备

试验前应对样品原始状态进行记录(拍摄宏观照片,附标尺),涉及钢铁材料重大缺陷,须到现场调查,进一步了解有关信息。

检查所用仪器设备的状况,确认试验环境(温度、湿度等)满足有关标准或仪器设备的要求。

5.3 宏观观察与分析

被检样品在进行清洗和切割之前,应用肉眼或放大镜对样品表面状态与颜色、表面附着物、缺陷位置、尺寸与分布等形貌特征进行仔细地观察,采用实体显微镜对缺陷特征及位置作进一步的观察与分析,并用文字描述、草图构画、照相等方式进行详细记录。在缺陷附近做标记,有利于显微分析时快速寻找待分析区域。

5.4 显微观察与分析

在进行电子束显微分析前,通常应首先进行常规的金相观察,并在金相观察的基础上制订详细的电子束显微分析方案。

5.4.1 金相观察与分析

分别依据 GB/T 13299 和 GB/T 10561 对金相样品进行组织观察、夹杂物级别评定,记录缺陷的光学形貌及特征等,可依据 GB/T 4340.1 对所选区域进行显微硬度测定,金相观察分析项目,是由综合分析要求而决定的。

5.4.2 显微形貌观察与分析

应用扫描电镜(或电子探针)的二次电子像(SEI)或背散射电子像(BEI)观察缺陷区域的显微形貌。

推荐下列观察分析顺序：

- a) 低倍观察确认缺陷位置,并从低倍观察逐渐过渡到高倍观察；
- b) 首先进行表面观察,若涉及材料内部缺陷时,制备缺陷截面试样进行观察。

注意观察缺陷区域与正常区域显微结构的细微差异。

当试样表面有腐蚀产物或附着物时不可随意清洗试样,应首先分析原始表面,或用导电胶带纸萃取腐蚀产物或附着物后,再清洗试样,进行观察分析。

5.4.3 显微成分分析

背散射电子像对钢中夹杂物、析出相及异物压入的观察十分有效。利用背散射电子像衬度的差异,可以初步确定待分析区域平均原子序数的差异。应用电子探针(或扫描电镜)波谱仪或能谱仪可定性分析试样微区的元素组成及分布。依据 GB/T 15074 或 GB/T 17359 定量分析显微成分。

显微成分分析时要结合显微形貌观察,注意在处理缺陷区域检测到异常成分时,要结合显微形貌观察,排除不是缺陷成因的环境污染物。

5.4.4 显微结构、织构、晶体取向和晶界特性分析

当仅仅依据显微组织及微区成分分析无法确定缺陷成因时,可进一步分析研究钢铁材料的晶体结构。可依据 GB/T 19501,应用电子背散射衍射分析缺陷及正常区域的显微结构、织构、晶体取向及晶界特性,基于电子背散射衍射的统计分析信息确定缺陷成因。

5.5 材料的质量检验

化学成分分析、力学性能测试等检测项目,可按相应的标准对钢铁材料进行质量检验,以评定其是否符合产品标准的要求。

常用的材料质量检验项目参见附录 A。

5.6 综合分析

基于钢铁材料缺陷电子束显微分析,将材料宏观分析、显微分析与生产工艺过程、材料产品质量、储存和使用条件等结合起来,参考缺陷分析方法、图谱等有关资料^{[1]~[8]},对缺陷成因作综合分析,提出评价意见和解释。

推荐几种解释意见用语供参考：

- a) 不存在××缺陷或符合××标准或协议的要求；
- b) 存在××缺陷或不符合××标准或协议的要求；
- c) ××缺陷是××原因引起的；
- d) ××缺陷不是××原因引起的。

5.7 模拟试验

在需要与可能的条件下,可通过模拟试验进行缺陷再现,也可视具体情况再深入现场调查,增加样本,结合生产工艺过程(和/或用户使用情况),以进一步分析缺陷形成原因或验证分析结论。

6 报告

依据 GB/T 15481 出具分析研究报告,分析报告一般应包括下列内容：

- a) 任务来源；
- b) 对送检材料的简要描述；
- c) 分析的内容和方法；
- d) 试验过程及结果；
- e) 综合分析意见及结论；
- f) 必要时,给出建议。

附 录 A
(资料性附录)

常用钢铁材料质量检验项目

钢铁材料的质量检验项目依实际需要和产品标准而定,常用的质量检验项目如下:

- a) 化学成分分析;
- b) 拉伸、冲击、硬度及疲劳等力学性能测定;
- c) 弯曲、顶锻、杯突及冲压成形等工艺性能测定;
- d) 用肉眼对材料的表面质量进行检验;
- e) 低倍组织、高倍组织、夹杂物及晶粒度等金相检验;
- f) 射线、磁粉、渗透及超声波等无损检测。

参 考 文 献

- [1] 徐祖耀,黄本立,鄢国强主编. 中国材料工程大典(第 26 卷),材料表征与检测技术. 北京:化学工业出版社,2006.
 - [2] 本书编委会. 金属材料缺陷金相检测实例及缺陷金相图谱. 北京:中国知识出版社,2006.
 - [3] 德国钢铁学会. 热轧、冷轧、热镀金属板带的表面缺陷图谱. 北京:中国金属学会“钢铁”编辑部,2000.
 - [4] 美国金属学会. 金属手册. 金相、组织和相图. 北京:机械工业出版社,1985,8(8).
 - [5] 美国金属学会. 金属手册. 失效分析与预防. 北京:机械工业出版社,1985,10(8).
 - [6] 李炯辉. 金属材料金相图谱. 北京:机械工业出版社,2006.
 - [7] L. 恩格,H. 克林格. 技术损伤图谱—技术失效的扫描电子显微镜研究. 北京:机械工业出版社,1990.
 - [8] 唐汝钧主编. 机械工程材料测试手册—物理金相卷. 沈阳:辽宁科学技术出版社,1999.
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钢铁材料缺陷电子束显微分析方法通则
GB/T 21638—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6月第一版 2008年6月第一次印刷

*

书号:155066·1-32034 定价 14.00 元

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



GB/T 21638-2008