



中华人民共和国国家标准

GB/T 17506—1998

船舶黑色金属腐蚀层的 电子探针分析方法

The method of electron probe microanalysis as
corrosive layer on ferrous metals of ship



1998-10-16 发布



C9912597

1999-07-01 实施

国家质量技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
船舶黑色金属腐蚀层的
电子探针分析方法
GB/T 17506—1998

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:68522112
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 10 千字
1999年2月第一版 1999年2月第一次印刷
印数 1—800

*

书号: 155066·1-15518 定价 6.00 元

*

标 目 364—60

前 言

本标准是用电子探针对海洋环境下船舶黑色金属腐蚀层的分析方法。

本标准为首次制定的国家标准。标准中标样选择的方法,核对仪器的稳定性,按 GB/T 15074 的有关规定执行。标准中采用的方法、数据以国内外同行数十年研究和实际为依据,并已得到验证为原则。标准中采用的一些特殊方法参考了国内外同行的经验,结合我们工作中的实践为依据而提出。

本标准的附录 A 是标准的附录。

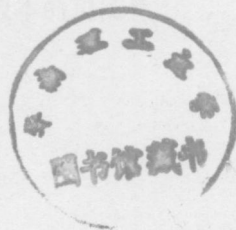
本标准由全国微束分析标准化技术委员会提出。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会归口。

本标准由中国船舶工业总公司第七研究院第七二五研究所负责起草。

本标准主要起草人:徐国照。

本标准委托全国微束分析标准化技术委员会解释。



中华人民共和国国家标准

船舶黑色金属腐蚀层的 电子探针分析方法

GB/T 17506—1998

The method of electron probe microanalysis as
corrosive layer on ferrous metals of ship

1 范围

本标准规定了在海洋环境下船舶黑色金属材料腐蚀层的电子探针分析方法。

本标准对船舶黑色金属腐蚀层试样的制备、标样选择、测试条件、分析方法及分析结果发布等方面作了规定。

本标准适用于海洋环境下船舶黑色金属块状腐蚀试样的分析。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文,本标准出版时,所示版本均为有效,所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 4930—1993 电子探针分析标准样品通用技术条件

GB/T 15074—1994 电子探针定量分析标准方法通则

3 一般术语

3.1 腐蚀介质

腐蚀介质也称腐蚀剂,是与给定金属接触并发生腐蚀的物质。

3.2 块状腐蚀试样

腐蚀产物具有足够的附着力并可进行抛光的试样。

3.3 腐蚀层

由腐蚀表层、腐蚀内层、腐蚀过渡层组成。

3.4 腐蚀表层

被腐蚀金属与腐蚀介质相接触层。该层可获取腐蚀介质的信息。

3.5 腐蚀内层

被腐蚀金属与腐蚀介质作用而腐蚀形成的腐蚀产物层,该层可获取腐蚀产物的信息。

3.6 腐蚀过渡层

腐蚀内层与未腐蚀基体的过渡区。该层可获取腐蚀形貌特征。

4 方法提要

在海洋环境下被腐蚀的试件上,在所需分析的部位,垂直于腐蚀层截取分析样品,经镶嵌、磨抛成金相样品。用电子探针波谱仪分析腐蚀层的组成元素,用二次电子像和背散射电子像观察腐蚀过渡层的腐蚀形貌特征,为判定腐蚀介质、腐蚀产物类型及形貌特征类型提供必要的依据。

5 仪器设备和材料

5.1 仪器设备

- 5.1.1 电子探针或带波谱仪的扫描电镜。
- 5.1.2 真空喷镀仪或溅射仪。
- 5.1.3 磨光机和抛光机。
- 5.1.4 金相试样嵌镶机。
- 5.1.5 超声波清洗仪。
- 5.1.6 光学显微镜。
- 5.1.7 干燥器。
- 5.1.8 红外线烘烤灯。

5.2 材料

5.2.1 嵌镶材料

各种不含硫、氯元素的固结材料。

5.2.2 试剂

蒸馏水(或去离子水)、无水乙醇、丙酮等。

5.3 其他

小木铲、胶带纸等。

6 标准样品的选择

6.1 优先选择与被测试样成分相近的国家标样,没有合适的国家标样时按 GB/T 15074 规定选择。

6.2 测定氧化物中金属元素时,推荐选用三氧化二铁(K—8Fe₂O₃)、四氧化三铁(Y—8Fe₃O₄)、三氧化二铬(Y—10Cr₂O₃)、三氧化二铝(K—38Al₂O₃)、氧化镍(Y—4NiO)、氧化铜(Y—18CuO)等国家标样。测定硫时推荐选用二硫化铁(K—18FeS₂)、硫酸钙(K—42CaSO₄)、硫化锰(K—59MnS)等国家标样。测定 Na 及 Cl 离子腐蚀产物时推荐选用二氯铝硅酸钠[K—19Na(AlSiO₄)(Cl₂)]或组分与腐蚀产物相近的其他标样。对含碱金属元素(钠、钾等)的试样进行测量时,应选择在测量条件下稳定的标样。

7 试样及其制备

7.1 腐蚀表层试样

用于分析附着在试样表层上的腐蚀介质。

从原始试样垂直于腐蚀层截取小于 25 mm×25 mm×20 mm 的试块。试块腐蚀表层向上由导电胶固定于样品座。试样放入喷涂仪中镀上厚度约 20 nm 碳膜后备用。

7.2 腐蚀内层试样

用于分析试样内层腐蚀产物类型。

7.2.1 可用表层试样分析腐蚀表层完成的试样或另行截取试块。

7.2.2 若腐蚀层表面的粉末及腐蚀介质很易脱落可用毛刷轻轻刷掉,若表面腐蚀介质较多不易刷掉需将试块置于蒸馏水中浸泡约 30 min,然后用蒸馏水冲洗 2~3 次,再用无水乙醇冲洗后在红外线烘烤灯下烘干备用。

7.2.3 将上述处理后的试块腐蚀面与试样座垂直,由固结材料嵌镶试样,对腐蚀层较薄的试块截面放置应与轴线倾斜 30°~45°。

7.2.4 将嵌镶好的试块抛磨成金相试样。在金相显微镜 300~350 倍下检查金相样品表面有无明显抛痕。

7.2.5 抛光后的试样放入喷涂仪中镀上厚度约 20 nm 碳膜。

7.3 过渡层试样

一般可用分析腐蚀内层试样观察,若由于腐蚀产物影响观察时,可用下述方法制备试样。

7.3.1 用小木铲去除试样表面腐蚀产物,再用胶带纸反复粘去表面残余腐蚀产物,将试样放于丙酮内浸泡 30 min,然后在丙酮溶液中用超声波仪进行清洗。

7.3.2 将试样用无水乙醇清洗 2~3 次,然后烘干备用。

7.3.3 再按 7.2.3 及 7.2.4 步骤处理后即可作过渡层分析试样。

8 测量步骤和分析条件

8.1 按 GB/T 15074 要求仪器处于正常工作状态。

8.2 腐蚀表层试样分析:

8.2.1 将试样放入电子探针样品室内,用光学显微镜观察,调整试样表面位于光学聚焦平面上。

8.2.2 低倍下使用背散射电子像初选分析部位,然后放大 1 000 倍,选择有代表性的分析区域。

8.2.3 定性分析:在加速电压 15 kV,束斑 50 μm ,束流 1×10^{-7} A 条件下,任取 5 点以上进行元素分析,给出定性分析结果。

8.3 腐蚀内层试样分析:

8.3.1 将试样放入样品室内由光学显微镜调正试样在光学聚焦平面上。

8.3.2 在腐蚀内层的低倍背散射电子像上初选分析部位,然后放大 1 000 倍,确定分析部位。

8.3.3 在确保整个束斑轰击在腐蚀层内条件下束斑可调整。

8.3.4 定性分析:加速电压 20 kV,束流 5×10^{-8} 进行定性分析。

8.3.5 根据定性分析结果选择分析标样。按照 GB/T 15074 选择分析晶体、谱线、扣除背景位置及计数时间。

8.3.6 依次测量标样和试样中所测元素的特征 X 射线强度和背景强度。

8.3.7 将标样和试样所测得的数据分别进行死时间、背景和束流校正,化合物标样还需将标样中测得的 X 射线强度换算成纯元素的相应 X 射线强度,随后计算各元素的 X 射线相对强度比。

8.3.8 将 X 射线强度比数据进行 ZAF 修正计算得到试样中各组成元素的重量百分数。氧化物百分含量按化合价比计算。

8.3.9 在每个样品上,任取三个不同部位进行分析,取平均值作为分析结果。

8.4 过渡层试样腐蚀特征的观察:

8.4.1 在二次电子像观察过渡层的形貌。

8.4.2 在合适放大倍数下,对试样腐蚀过渡层以两侧及中间位置随机选取 15 个以上观察视场进行观察。在 100 倍下拍摄可能出现的界面起伏不大、界面起伏大呈锯齿状和被腐蚀的基体上形成点、坑形貌特征的视场典型照片。

8.4.3 在 100~500 倍下观察试样,选择腐蚀沿晶界扩展的视场拍摄典型照片。采用与分析内层腐蚀产物的相同工作条件对晶界上出现的腐蚀产物进行成分分析。

8.4.4 在 100~500 倍下观察腐蚀向晶内扩展形成穿晶裂纹;裂纹以楔形向基体扩展、裂纹最端部成扫帚状形貌特征的典型照片。同时在开裂最端部位扫帚状部位分析是否含氯元素。

8.4.5 在观察过渡层时如发现其他腐蚀特征的形貌也应拍摄典型照片,必要时进行成分分析。

8.4.6 根据观察和照片给出观察到的各种典型腐蚀类型及比例。

9 分析结果

分析结果应包括试验条件、试样名称及使用标样编号、腐蚀表层、内层、过渡层成分分析结果,过渡层腐蚀形貌特征,并附典型照片,并给出比例。分析报告格式见附录 A(标准的附录)。

附录 A
(标准的附录)
分析结果报告

原编号:_____ 报告编号:_____
送样单位:_____ 送样人:_____ 送样日期:_____
仪器型号:_____ X射线出射角:_____
加速电压:_____ kV 电子束电流:_____ A 束斑直径:_____ μm
试验:
1. 标样:_____
标准级别:_____
2. 标样:_____
分析结果:
一、试样腐蚀层分析成分(见表 A1)

表 A1

元素 含量 WT, % 试样	1	2	3	4	5	6	7
表层							
内层							
过渡层							

二、腐蚀过渡层
(给出过渡层腐蚀形貌类型,附典型照片。给出各种腐蚀形貌类型比例)。

测试人员:
审核人:
技术负责人:

检验单位
年 月 日

版权专有 不得翻印

*

书号:155066·1-15518

定价: 6.00 元

*

标目 364—60