



中华人民共和国国家标准

GB/T 17722—1999

金覆盖层厚度的扫描电镜测量方法

Gold-plated thickness measurement by SEM

1999-04-11 发布

1999-12-01 实施

国家质量技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
金覆盖层厚度的扫描电镜测量方法
GB/T 17722—1999

*

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 7 月第一版 1999 年 7 月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066 · 1-15975 定价 6.00 元

*

标 目 379—40

前 言

目前市场出售的黄金制品名目繁多,常见的有镀金、包金、锻压金以及各种表层镀有黄金与白银的混合镀层的金制品,此外,一些 K 金饰品也在外面镀覆纯金或 K 金,一些白金饰品的表面覆盖有各种贵金属的镀层,而且用上述方法制成的饰品或工艺品种类十分繁多,面对如此繁多的饰品和工艺品的质量监测是一个极大的问题。

本方法提出的对金覆盖层厚度的直接测量方法,用扫描电镜从金饰品的断面上直接测定其覆盖层的成分、覆盖层的层数和各层的厚度等,对于评价上述各类金制品的质量将具有十分重要的意义。

本标准的附录 A 是提示的附录。

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:中国科学院北京科仪研制中心、地矿部矿床地质研究所、北京科技大学材料物理系、上海市测试技术研究院、中船总 725 所。

本标准主要起草人:陆亚伟、周剑雄、柳得榕、张训彪、徐国照。

中华人民共和国国家标准

金覆盖层厚度的扫描电镜测量方法

GB/T 17722—1999

Gold-plated thickness measurement by SEM

1 范围

本标准规定了各类金制品的金覆盖层厚度的扫描电镜测量方法的技术要求,本标准也适用于电子探针仪测量金覆盖层厚度,适用的厚度测量范围为 $0.2 \sim 10 \mu\text{m}$ 。

其他金属材料的覆盖层厚度的测量也可参照执行。

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为本标准的条文。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 12334—1990 金属及其他无机覆盖层关于厚度测量的定义和一般规则

GB/T 13298—1991 金属显微组织检测方法

GB/T 15616—1991 金属与合金电子探针定量分析样品的制备方法

GB/T 16594—1996 微米级长度的扫描电镜测量方法

GB/T 17362—1998 黄金饰品的扫描电镜 X 射线能谱分析方法

GB/T 17363—1998 黄金制品的电子探针测定方法

3 术语

局部厚度 在基本测量面内对某一部位测定的厚度值。

平均厚度 在基本测量面内不同部位选择规定数量的局部厚度测量值的算术平均值。

注:基本测量面定义见 GB/T 12334—1990。

4 原理

本标准方法是先将被测金覆盖层样品的外面加金属保护层后,在垂直覆盖层方向切成薄片,经过镶嵌、研磨、抛光后制成试样,利用扫描电镜观察二次电子像和背散射电子像直接测定覆盖层层数和金覆盖层的平均厚度。

5 标准器和仪器设备

5.1 扫描电镜:二次电子像分辨力优于 10 nm ,背散射电子像分辨力优于 20 nm 。

5.2 微米级长度标准器:经法定计量机构标定,最小刻度标称值应小于 $2 \mu\text{m}$ 。

5.3 比长仪:量程不小于 60 mm ,误差不超过 $\pm 5 \mu\text{m}$ 。

5.4 金相显微镜。

5.5 超声波清洗器。

5.6 线切割机或低速金刚砂锯片。

6 实验方法

6.1 截面试样制备

6.1.1 金属保护层的制备

6.1.1.1 将待测样品进行超声波清洗、冲净、烘干。

6.1.1.2 在样品表面电镀上厚度大于 $10\ \mu\text{m}$ 的镍,保护试样。

6.1.2 截面试样的切取

6.1.2.1 用线切割机或金刚砂锯片垂直试样覆盖层切开,切取 $2\sim 2.5\ \text{mm}$ 的截面试样。

6.1.2.2 切面应尽量垂直于覆盖层,当垂直度偏差 10° 时,产生的测量误差为 1.5% 。

6.1.2.3 试样太小时,试样直接镶嵌,按 GB/T 15616—1991 第 6 章中选取合适的镶料进行操作。

6.1.3 截面试样的镶嵌、研磨和抛光

6.1.3.1 镶嵌试样。为了保证被测试样横截面应与覆盖层垂直,在镶嵌试样时,将一根细的 Ni 的圆杆或丝与试样一起进行镶嵌,使圆杆或丝的纵轴平行于覆盖层表面,研磨抛光后圆杆应呈圆形,以判别截面与覆盖层的垂直度;或用其他有效方法。

6.1.3.2 用粗砂纸将截面试样上因切割损伤部分磨去。

6.1.3.3 按 GB/T 13298—1991 中第 3 章,将截面试样研磨、抛光至符合金相样品要求。

6.1.3.4 用超声波清洗器清洗试样。并用金相显微镜检查观测整个截面,应聚焦清晰,无外来物和磨痕。

6.2 厚度测量的准备

6.2.1 截面试样的安装

将试样安装在样品座上,使截面保持水平,并固定在扫描电镜样品台上,按 GB/T 16594—1996 中第 5.1 条进行。

6.2.2 将扫描电镜调整到最佳工作状态。样品台倾斜角度调整到零,保证截面试样处于同一聚焦平面。

6.2.3 用 X 射线能谱仪检测覆盖层的成分信息。

对多镀层样品还应确定其中金镀层的所在位置。如需正确测定覆盖层或基体的化学成分,应按照 GB/T 17363 或 GB/T 17362 进行分析。

6.2.4 拍摄一张测量覆盖层厚度的全貌照片,并在照片上标明测量覆盖层局部厚度的每个部位。

6.3 局部厚度的测量

6.3.1 选取合适的放大倍数,保证被测金覆盖层局部厚度放大到 $5\ \text{mm}$ 以上,对局部厚度小于 $0.5\ \mu\text{m}$ 者,放大到 $3\ \text{mm}$,对局部厚度大于 $5\ \mu\text{m}$ 者,放大倍数不小于 1 000。应保证图像上不同部位放大倍数均匀一致。

6.3.2 方法一:

6.3.2.1 将待测厚度调到视场中心,选定放大倍数,在相同的放大倍数下,拍摄二次电子像和背散射电子像,有电子标尺(用微米级长度标准器校准过)者,将标尺标于待测厚度处拍摄照片,要有足够的对比度和清晰边界,也可加微分图像。

6.3.2.2 在金覆盖层上选取若干个有代表性的部位(个数为 i ,且 $i \geq 5$),对所选每个部位,分别拍摄一张照片,并测量局部厚度 T_i 。

6.3.3 方法二:

6.3.3.1 用微米级长度标准器同待测试样对比测量局部厚度时,按 GB/T 16594—1996 中第 5.2 条和第 5.3 条拍摄试样和长度标准器照片。按第 5.2 条拍摄试样时需增加背散射电子像照片。

6.3.3.2 在金覆盖层上选取若干个有代表性的部位(个数为 i ,且 $i \geq 5$),同样按 GB/T 16594—1996 中第 5.2 条拍摄各部位的二次电子像和背散射电子像照片,接着再按 GB/T 16594—1996 中第 5.3 条拍摄一张长度标准器照片。

6.3.3.3 在按第 6.3.3.1 条和第 6.3.3.2 条交替拍摄长度标准器和金覆盖层照片时,为了使放大倍数随着时间的变化降到最小,应在保持加速电压、电磁对中、扫描频率、电聚焦等不变的情况下尽快拍摄下一张照片。

6.3.3.4 按 GB/T 16594—1996 中第 5.4 条测量所摄照片。先从两张长度标准器照片中得到平均标尺长度 A ,从第 i 张待测试样的背散射电子像照片得到待测厚度 B_i ,按式(1)得到局部厚度 T_i ;

$$T_i = B_i \times h/A \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: h ——标尺分度的标定值。

6.4 计算平均厚度

从第 6.3.2 条或第 6.3.3 条中选取实际测定的一组局部厚度 T_i 的数据,按式(2)计算金覆盖层的平均厚度 T :

$$T = \Sigma T_i / i \quad \dots\dots\dots(2)$$

7 测量误差

测量误差(g)按式(3)计算:

$$g = |\sqrt{d^2 + e^2}| + |f| \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: d ——局部厚度用标尺读数时误差;

e ——标尺的分度标定误差;

f ——制样中断面与镀层夹角 $90^\circ \pm 10^\circ$ 带来的误差。

8 测试报告

8.1 测试结果以平均厚度(μm)表示,测量的相对偏差,当 $T \geq 2 \mu\text{m}$ 时,小于 10%;当 $T < 1 \mu\text{m}$ 时,偏差小于 50%。

8.2 报告应至少包括以下内容:试样测定的部位、测定所用的图像类型、测定时的放大倍数、覆盖层层数、每一层的成分、局部厚度测定次数和平均厚度、测定日期和测定者姓名。

8.3 待测样品的金覆盖层质量受表面粗糙度影响:

- 镀层基本均匀连续时,选 5 个代表性的局部厚度求平均厚度;
- 镀层断续不超过 20% 时,给出厚度的最大值和最小值;
- 镀层断续超过 20% 时,厚度差别很大,提供截面照片和厚度参考值。

附 录 A
(提示的附录)
Ni 镀层的配方

Ni 镀层的配方如下:

浓度, g/L:	硫酸镍	330
	氯化镍	45
	硼酸	38
pH 值:	1.5~4.5	
温度, °C:	45~65	
阴极电流, A/dm ² :	2.5~10	

版权专有 不得翻印

*

书号: 155066 · 1-15975

定价: 6.00 元

*

标 目 379—40