

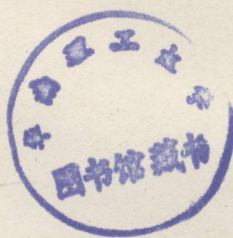


中华人民共和国国家标准

GB/T 17365—1998

金属与合金电子探针定量分析样品的 制备方法

Method of preparation for samples of metal and alloy in
electron probe microanalysis



1998-05-08 发布



C9900588

1998-12-01 实施

国家质量技术监督局 发布

GB/T 17365—1998

前 言

该标准无国际标准,为首次制定的我国国家标准。本标准适用于金属与合金类电子探针定量分析的样品制备。

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。

本标准由冶金部钢铁研究总院和中科院金属所负责起草。

本标准主要起草人:毛允静、徐乐英。



中华人民共和国国家标准

金属与合金电子探针定量分析样品的 制备方法

GB/T 17365—1998

Method of preparation for samples of metal and alloy in
electron probe microanalysis

1 范围

本标准规定了用于电子探针分析的金属与合金块状样品的制备方法。适用于电子探针或扫描电镜定量分析用的标准样品和试样。

本标准不包括颗粒度小于 $5\ \mu\text{m}$ 或厚度小于 $4\ \mu\text{m}$ 的试样。

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 4930—93 电子探针分析标准样品通用技术条件

GB/T 15074—94 电子探针定量分析方法通则

GB 4296—84 镁合金加工制品显微组织检验方法

3 仪器设备和材料

- 3.1 试样切割设备。
- 3.2 镶样机。
- 3.3 金相抛磨机。
- 3.4 金相显微镜。
- 3.5 超声波清洗器。
- 3.6 天平。
- 3.7 酒精灯,坩埚。
- 3.8 烘箱。
- 3.9 镶嵌材料。
- 3.10 研磨材料。
- 3.11 导电胶,双面导电胶带。

4 样品要求

样品与样品座之间导电良好,样品表面平整光滑,无污染,导电良好。在分析区域内无划痕,无孔洞。

5 样品制备方法

5.1 样品制备的主要步骤

5.1.1 切割样品:对大块样品将其切割成适合所用仪器的样品座尺寸。对小样品,可采用压嵌、嵌镶等

国家质量技术监督局 1998-05-08 批准

1998-12-01 实施

方法制备成合适尺寸的样品。

5.1.2 样品表面作金相机械抛磨,抛磨方法见 GB 4296,抛光过程不应改变原试样的组织和成分。一般不进行浸蚀。制备好的样品必须放在干燥器里保存。

5.2 制备试样的注意点

5.2.1 分析基体的试样,必须磨去表层、热影响区和变形层。

5.2.2 用横断面分析表面层时,必须用试样夹具夹好后或镶嵌后抛磨。夹具或镶嵌材料应与试样硬度相近。

5.2.3 分析显微组织的试样,用背反射电子像,不能清晰显示组织形貌时,可作轻度腐蚀。

5.2.4 热不稳定试样的镶嵌要选用室温镶样材料。

5.2.5 分析钢中碳的试样时,试样和标样在分析前必须作超声波清洗,干燥。

5.2.6 易氧化的试样,避免用水抛磨,可用无水乙醇。抛光后立即清洗,干燥,放入样品室。

5.3 试样的镶嵌

5.3.1 环氧树脂镶嵌

5.3.1.1 用环氧树脂 100 g 加磷苯二甲酸二丁脂 15~20 g,在 20~30℃ 条件下搅拌均匀后制成环氧树脂胶备用。

5.3.1.2 在镶样时,将按 5.3.1.1 配好的胶放在 40~50℃ 下加温,待胶有较好的流动性为止。

5.3.1.3 按在 100 g 胶中加固化剂乙二胺 6~8 g 和适量的石墨粉(使之导电为准)的比例配好,搅匀。

5.3.1.4 试样的分析面向下放在玻璃片上,套上镶管。再将上述配好镶料注入镶管中。

5.3.1.5 将注满镶料的镶管放入烘箱内,在 50~60℃ 条件下,固化约 3~4 h。

5.3.2 电木粉镶嵌

5.3.2.1 按电木粉:碳粉=7:1 的比例混合拌匀。

5.3.2.2 镶样台预加热,约至 120℃。

5.3.2.3 试样分析面向下放在镶样台上,套上镶管。

5.3.2.4 将 5.3.2.1 配好的粉,注满镶管。

5.3.2.5 120℃ 下保温、加压,7 min 后,试样成形,取出。

5.3.3 伍德合金镶嵌

5.3.3.1 将试样分析面向下放在玻璃片上,套上镶管。

5.3.3.2 将装有伍德合金的坩锅,放在酒精灯上加热至伍德合金全部熔化,倒入镶管中,冷却、凝固。

5.3.4 牙托粉镶嵌

5.3.4.1 把镶样管放在玻璃片上,将试样放入,分析面向下,并紧靠镶管管壁。

5.3.4.2 在试样与镶管壁之间点上导电胶,凉干。

5.3.4.3 在镶管中加半管牙托粉并用滴管滴入牙托水。

5.3.4.4 再用牙托粉加满镶管并滴入牙托水使之呈糊状。

5.3.4.5 常温下凉干、固结。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
金属与合金电子探针定量分析样品的
制备方法

GB/T 17365—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 5 千字
1998年9月第一版 1998年9月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066·1-15165 定价 6.00 元

*

标 目 347—52