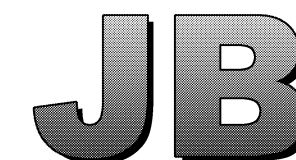


JB/T 12074—2014

ICS 29.120.20
K 14
备案号: 47230—2014



中华人民共和国机械行业标准

JB/T 12074—2014

复合金属材料成分的测定 电子探针法

Quantitative analysis of composition metal—Electron probe microanalysis

中华人民共和国
机械行业标准
复合金属材料成分的测定 电子探针法
JB/T 12074—2014

*

机械工业出版社出版发行
北京市百万庄大街 22 号
邮政编码: 100037

*

210mm×297mm·0.5 印张·11 千字
2014 年 12 月第 1 版第 1 次印刷
定价: 12.00 元

*

书号: 15111·12273
网址: <http://www.cmpbook.com>
编辑部电话: (010) 88379778
直销中心电话: (010) 88379693
封面无防伪标均为盗版

版权专有 侵权必究



JB/T 12074—2014

2014-07-09 发布

2014-11-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

7 试样

- 7.1 按金相试样制备方法从垂直复合面取样进行镶嵌、研磨、抛光。
- 7.2 在 100×金相显微镜下检查样品表面，达到分析区域无污染及其他缺陷。

8 测试条件

8.1 分析谱线和分光晶体的选择

被分析元素的原子序数 $Z \leq 32$ 时，采用 K 线系；被分析元素的原子序数 $32 < Z \leq 72$ 时，采用 L 线系；被分析元素的原子序数 $Z > 72$ 时，采用 M 线系。测试银镉复合触头材料时，镉元素选用 CdL β 线。根据衍射效率、峰背比、分辨率，选择合适的分光晶体。

8.2 加速电压

根据复合材料成分，加速电压宜选择 20 kV。

8.3 电子束电流

通常电子束电流采用 $(2.0 \sim 3.0) \times 10^{-8}$ A，以使主元素的计数达 10 000 左右。采用能谱仪分析时，电子束电流采用 1.0×10^{-10} A $\sim 1.0 \times 10^{-9}$ A，主元素的计数达 3 000 左右。

8.4 电子束斑直径

一般情况下，电子束斑直径调到最小。在测试复合触头材料时，欲获得样品的平均结果，电子束斑直径为 50 μ m \sim 100 μ m；用能谱仪分析时，放大倍数为 200 \sim 300。

8.5 背景测量位置

在谱峰两侧偏离分析谱线中心位置 ± 5 mm 处测量背景值，其计数率平均值即为背景强度。但是，所选用的背景测量位置应无样品中的任何其他元素干扰。添加铟的银锡复合材料测试铟元素时，铟元素在（-4 mm，+7 mm）位置处测量背景值。

8.6 计数时间

对常量元素（质量分数 $>1\%$ ），计数时间 T_p 为 10 s \sim 20 s；对微量元素（质量分数 $<1\%$ ），计数时间 T_p 应为 20 s 或更长。背景计数时间 $T_b=T_p/2$ 。

9 测量步骤

- 9.1 电子枪灯丝预热时间为 20 min 以上，使仪器处于稳定工作状态。
- 9.2 对试样采用能谱或波谱进行定性分析，确定其组成元素的种类。
- 9.3 根据定性分析结果选择标样，测定标样中各有关元素的 X 射线计数率和背景计数率，分别进行死时间修正、束流修正和背景修正，从而获得各有关元素的特征 X 射线强度。
- 9.4 以与标样测试相同的条件和步骤，测定复合金属材料中各种元素的特征 X 射线强度，根据样品中元素种类进行重叠校正。
- 9.5 将在试样和标样中所测得的元素的特征 X 射线强度进行死时间校正、本底校正和重叠校正。用与经过校正的试样和标样中相对应的特征 X 射线强度获得各待测组分的特征 X 射线强度比。
- 9.6 测量 X 射线强度时，对于双金属复合材料，测量 5 个点位，对于复合触头材料，至少测量 10 个

目次

前言.....II

1 范围..... 1

2 规范性引用文件..... 1

3 术语和定义..... 1

4 方法原理..... 1

5 仪器与辅助设备..... 1

6 标准样品..... 1

7 试样..... 2

8 测试条件..... 2

 8.1 分析谱线和分光晶体的选择..... 2

 8.2 加速电压..... 2

 8.3 电子束电流..... 2

 8.4 电子束斑直径..... 2

 8.5 背景测量位置..... 2

 8.6 计数时间..... 2

9 测量步骤..... 2

10 结果计算..... 3

11 测量误差..... 3

12 试验报告..... 3

表 1 测量相对误差..... 3

前 言

本标准按GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国电工合金标准化技术委员会（SAC/TC228）归口。

本标准负责起草单位：广州有色金属研究院、佛山通宝精密合金股份有限公司、温州宏丰电工合金股份有限公司、福达合金材料股份有限公司。

本标准参加起草单位：温州聚星电接触科技有限公司、扬州乐银合金科技有限公司、桂林电器科学研究院有限公司。

本标准主要起草人：伍超群、杨晓玲、陈乐生、麦丽碧、柏小平、吴新合、颜小芳、霍志文、朱峰、陈静、刘英坤、李志谦、陈京生。

本标准为首次发布。

复合金属材料成分的测定 电子探针法

1 范围

本标准规定了复合双金属材料 and 复合电触头材料成分的半定量和定性测定方法。

本标准适用于复合双金属材料中除 C、O 等轻元素外的各元素（质量分数>0.1%）成分测定。

本标准适用于复合电触头材料的定性测定以及主元素的半定量分析。

本标准适用于以 X 射线波长分光光谱仪进行的定量分析，其主要内容和基本原则也适用于与扫描电镜联用的 X 射线能谱仪。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 4930 微束分析 电子探针分析 标准样品技术条件导则

GB/T 15074 电子探针定量分析方法通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

半定量 semi-quantitation

一种快速简单的、介于定性和定量之间、准确度较低的定量形式。

4 方法原理

电子探针定量分析是利用具有一定能量并聚焦的电子束轰击样品表面，激发出不同元素波长的 X 射线，通过晶体分光光谱仪对 X 射线进行分光，并对其中各元素的特征 X 射线强度进行测量，与相同条件下的标准样品的 X 射线强度比较，经过修正计算，从而获得样品被激发区内各元素含量值。

5 仪器与辅助设备

- 5.1 电子探针或带能谱仪的扫描电镜。
- 5.2 制备样品装置和金相显微镜。
- 5.3 超声波清洗装置。

6 标准样品

- 6.1 纯金属或与试样化学组成相近的化合物或合金。
- 6.2 优先选用国家标准化行政主管部门批准颁发的国家级标准样品。
- 6.3 允许引用其他标样，但应满足 GB/T 4930 中各项的规定。