



中华人民共和国国家标准

GB/T 31563—2015

GB/T 31563—2015

金属覆盖层 厚度测量 扫描电镜法

Metallic coatings—Measurement of coating thickness—
Scanning electron microscope method

(ISO 9220:1988, MOD)

中华人民共和国
国家标准
金属覆盖层 厚度测量
扫描电镜法
GB/T 31563—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

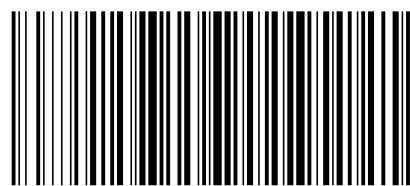
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2015年5月第一版 2015年5月第一次印刷

*

书号: 155066·1-51541 定价 16.00 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)68510107



GB/T 31563—2015

2015-05-15 发布

2016-01-01 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

附录 A (资料性附录)

横截面的制备与测量的通用指南

A.0 简介

试样的制备和涂层厚度的检测极大地依赖于各自的技术,并且存在多种合适有效的技术。只指定一种技术是不合理的,但是囊括所有合适的技术也是不切合实际的。附录中描述的技术仅供指导。

A.1 安装

为了防止涂层横截面边缘出现倒角,涂层的表面应该被夹紧,使得涂层与它的夹紧面之间没有任何的空隙。通常是通过在原始涂层上涂镀一层至少 10 μm 厚,硬度类似于原始涂层的金属层。涂镀层应该具有与原始涂层不同的电子信号强度。

夹紧材料的表面应该具有导电性,以防止检测过程中发生核电现象。

如果夹紧部分是较软的材料,那么在打磨过程中,打磨的颗粒可能会嵌入到材料中。可以通过将试样完全浸没在润滑剂中打磨或在打磨时使用大流量的润滑剂以将此影响降到最低。如果打磨颗粒已经嵌入,可以在打磨完成后金刚石精抛光前通过金属抛光机和一个短时间的轻微手动抛光过程来去除打磨颗粒,或者由一个或多个交替的刻蚀和抛光周期达到去除打磨颗粒的目的。

A.2 打磨和抛光

A.2.1 打磨时最重要的是试样横截面平面要垂直于涂层。通过在试样外边缘处增加额外的金属片、周期性的改变打磨的方向(旋转 90°)、保持较短的打磨时间和较小压力将能有效的改善打磨效果。若在打磨前,在夹紧材料的侧面刻有参照标记,那么任何水平方向的倾斜都将很容易被观察到。采用合适的砂纸打磨试样、选择合适的润滑剂比如水或者石油溶剂油、使用较小的力量,能有效的避免在打磨过程中表面发生倾斜。最初的打磨应采用 100 号或 180 号的砂纸使试样真实的轮廓显露出来,同时去除试样上任何变形的金属。接着,分别在 240 号、320 号、500 号和 600 号的砂纸上,每张砂纸打磨不超过 30 s~40 s;每次更换砂纸都要改变打磨的方向 90°。接着,推荐在抛光布上通过 6 μm ~9 μm 、1 μm 、0.5 μm 的钻石抛光膏进行打磨。

A.2.2 一种简单的判断横截面是否存在锥度的方法,是在试样上增加一个垂直于横截面平行于涂层的细直径的棒或者丝。如果存在锥度,那么棒或者丝的横截面就是一个椭圆。

A.3 扫描电子显微镜的应用

A.3.1 当用常规显微镜进行横截面检测时,涂层截面的边界仅由拍摄的两种材料之间的对比度显示,那么显示出来的涂层截面的宽度可能根据对比度和亮度的设定而有所变化。这种变化在放大倍率不变的情况下可能会达到 10%。为了使测量误差达到最小,可以适当调整亮度和对比度,使得图像能清楚显示材料表面每一条边的细节。

A.3.2 因为 SEM 的放大倍率会随着时间或其他设备参数的调整而自动变化,最好在试样测试前后对 SEM 进行校准。对于关键的测量,测试试样前后应该采用平均测量法进行校准测量。这样可以确保放

前言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准修改采用 ISO 9220:1988《金属覆盖层 厚度测量 扫描电镜法》。

本标准与 ISO 9220:1988 的主要技术差异如下:

——对照 ISO 9220:1988(9.2.1.2),本标准采用照相成像输出。由于技术发展,本标准修改采用计算机磁盘记录存储图像并标定。ISO 标准中涉及利用视频波形的信号目前设备已不采用,本标准采用分辨率更高的 EDS 线扫描等技术。

——规范性引用文件替换为对应的我国标准,并增加了 GB/T 27788—2011 的引用。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国金属与非金属覆盖层标准化技术委员会(SAC/TC 57)归口。

本标准起草单位:武汉材料保护研究所、清华大学、株洲钻石硬质合金厂、西安西电高压开关有限公司、重庆市计量质量检测研究院、东莞市五株电子科技有限公司、深圳市发斯特精密技术有限公司。

本标准主要起草人:李健、邵天敏、段海涛、刘秀生、陈利、马博、涂杰松、王鼎、于翔、曾国权、孙联和。

8.4 放大倍数计算

利用测量各自给定选择线之间的平均距离除以选择线之间的已知距离来计算照片的放大倍数按式(1):

$$\gamma = 1\,000 \times l_m / l_c \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

γ ——放大倍数;

l_m ——照片上测量的平均距离,单位为毫米(mm);

l_c ——已知距离,单位为毫米(mm)。

9 操作程序

9.1 每一个设备(5.1)都应根据出厂说明进行操作,适当地注意第6章所列因素和第10章中的不确定要求条件。

9.2 在与标定时相同条件和仪器设置参数下,获取测试样品的显微图像,并对图像进行测量。

对于常规显微照片:

a) 用涂层试样清晰可见的边界线,制作带 SEM 台置测微标尺(放大倍数标样)和测试试样图像的常规显微照片。

b) 扫描一个涂层横截面微观图像,调入图像测量软件中,选择适当位置获取涂层厚度数据。

注:进一步的说明参见附录 A。

9.3 根据式(2)计算厚度:

$$d = 1\,000 \times l_m / \gamma \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

d ——涂层厚度,单位为微米(μm);

l_m ——在显微照片上的线性距离,单位为毫米(mm);

γ ——放大倍数(见 8.4)。

10 测量的不确定度

由设备、设备校准和设备操作引起涂层厚度测量值的不确定度,无论哪一个更大,都应该优于 10% 或者 0.1 μm 。

11 结果的表达

表达结果精确到 0.01 μm ,如果大于 1 μm 就保留三位数字。

注:这个要求是使测量的舍入计算值的不确定性最小化。

12 检测报告

检测报告至少应包括以下信息:

- 采用本标准;
- 测量值;
- 测试样品的区分编号;

金属覆盖层 厚度测量 扫描电镜法

1 范围

本标准规定了通过扫描电子显微镜(SEM)检测金属试样横截面局部厚度的方式测量金属涂层厚度的方法。它通常是一种破坏性的检测方式,不确定度小于 10%,或者 0.1 μm 。该测量方法也可以用来测量几个毫米厚的涂层,但是对于这类厚涂层建议采用光学显微镜法(GB/T 6462)进行测量。

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 6462 金属和氧化物覆盖层 厚度测量 显微镜法(GB/T 6462—2005, ISO 1463:2003, IDT)

GB/T 12334 金属和其他非有机覆盖层 关于厚度测量的定义和一般规则(GB/T 12334—2001, ISO 2064:1996, IDT)

GB/T 27788—2011 微束分析 扫描电镜 图像放大倍率校准准则(ISO 16700:2004, IDT)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

局部厚度 local thickness

在涂层的一个指定区域内进行多次测量,取平均值所得的厚度值。

[GB/T 12334—2001, 3.4]

4 原理

将试样沿垂直于涂层水平方向切割,并经过仔细打磨和抛光,制成金相试样,放入扫描电子显微镜中进行检测。测量是通过常规的涂层截面显微图片,来获得涂层的厚度。

5 仪器

5.1 扫描电子显微镜(SEM)

分辨率应优于 50 nm。

5.2 SEM 台置测微标尺

用于校准扫描电子显微镜的放大倍数,其不确定度的误差值应小于 5%。