

ICS 17.180.30
N 33



中华人民共和国国家标准

GB/T 15247—2008/ISO 16592:2006
代替 GB/T 15247—1994

GB/T 15247—2008/ISO 16592:2006

微束分析 电子探针显微分析 测定钢中碳含量的校正曲线法

Microbeam analysis—Electron probe microanalysis—
Guidelines for determining the carbon content of
steels using calibration curve method

(ISO 16592:2006, IDT)

中华人民共和国
国家标准
微束分析 电子探针显微分析
测定钢中碳含量的校正曲线法
GB/T 15247—2008/ISO 16592:2006

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548

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 1 字数 17 千字
2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

*
书号: 155066·1-34670 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)68533533



GB/T 15247-2008

2008-08-20 发布

2009-04-01 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

前 言

本标准等同采用国际标准 ISO 16592:2006《微束分析——电子探针显微分析——校正曲线法测定钢中碳含量》(英文版)。

本标准对 ISO 16592:2006 作了如下编辑性修改:

——附录 B 中 $C_s=0.44$ 改为 $C_s=0.444$, 小数点后多保留一位, 以与 $u(C_s)$ 保留位数一致。

本标准代替 GB/T 15247—1994《碳钢和低合金钢中碳的电子探针定量分析方法 灵敏度曲线法(检量线法)》。

本标准与 GB/T 15247—1994 的主要区别为:

——标准更名为《微束分析 电子探针显微分析 测定钢中碳含量的校正曲线法》;

——在第 1 章中更清楚地规定了本标准的适用范围;

——为了阐述分析原理, 在 3.4 中增加了“电子束能量与碳 K_α 峰强度的关系”和“碳 K_α 峰的组成”两张图表;

——增加了“附录 A 校正曲线法中计算值不确定度的评估方法”和“附录 B 钢中碳的质量分数测定和不确定度评估举例”。附录 A 和附录 B 为资料性附录;

——增加了“3 检测不确定度评估”的内容, 删除了原标准第 10 章“分析准确度”的内容。

本标准附录 A、附录 B 为资料性附录。

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。

本标准起草单位: 钢铁研究总院。

本标准主要起草人: 朱衍勇、钟振前、毛允静。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 15247—1994。

附录 B
(资料性附录)

钢中碳的质量分数测定和不确定度评估举例

(A practical example of the determination of the mass fraction of
carbon and the evaluation of uncertainty in a steel)

用准备好的校正曲线来测定碳的质量分数。为此,需要用到五个参考物质,其含碳量分别为:0.089%, 0.188%, 0.281%, 0.460%和 0.680%。每个参考物质检测五次碳 K_{α} 强度,检测结果见表 B.1。

表 B.1 检测参考物质和未知试样得到的碳 K_{α} 强度值 单位:计数

碳的质量分数/%	1	2	3	4	5	平均值	标准偏差
0.089	7 842	7 908	7 806	7 956	7 896	7 882	58.6
0.188	9 360	9 168	9 240	9 396	9 342	9 301	94.3
0.281	10 158	10 230	10 380	10 182	10 218	10 234	86.7
0.460	12 612	12 552	12 546	12 930	12 480	12 624	177.3
0.680	14 730	15 012	14 868	14 736	14 562	14 782	168.5
未知试样	12 372	12 006	12 180	—	—	12 186	183.1

运用附录 A 中的公式,得到下列结果:

$$b_0 = 6\,882$$

$$b_1 = 11\,948$$

$$u(b_0) = 66.87$$

$$u(b_1) = 260.46$$

$$r(b_0, b_1) = -0.794$$

在未知试样上检测到的碳 K_{α} X-射线强度 (I_s) 为 12 186,通过校准曲线计算未知试样中碳的质量分数如下:

$$C_s = (12\,186 - 6\,882) / 11\,948 = 0.444\%$$

不确定度 $u(C_s)$ 计算如下:

$$\begin{aligned} u^2(C_s) &= \left(\frac{1}{b_1}\right)^2 \{u^2(I_s) + u^2(b_0) + C_s^2 u^2(b_1) + 2C_s u(b_0)u(b_1)r(b_0, b_1)\} \\ &= \left(\frac{1}{11\,948}\right)^2 (183.1^2 + 66.87^2 + 0.444^2 \times 260.46^2 + 2 \times 0.444 \times 66.87 \times 260.46 \times (-0.794)) \\ &= 0.000\,273 \end{aligned}$$

其中,

$$u^2(I_s) = 183.1^2 \text{ 是在检测未知试样碳 } K_{\alpha}\text{X-射线强度的基础上计算得到。}$$

$$u(C_s) = 0.017\%$$

微束分析 电子探针显微分析 测定钢中碳含量的校正曲线法

1 范围

本标准规定了用电子探针测定碳钢和低合金钢(其他合金元素质量分数小于 2%)中碳含量的校正曲线法。本标准包含试样制备、X-射线检测、校正曲线建立以及碳含量检测不确定度的评估。本标准适用于测定碳的质量分数小于 1%的钢中碳含量,当含碳量高于 1%时检测准确度会受到很大的影响,不适用于本标准。

本标准适用于垂直入射方式和波谱仪,不适用能谱仪。

2 分析方法

2.1 概述

用校正曲线法测定钢中碳含量,首先要准备合适的参考物质。准确的分析检测尤其要注意防止试样表面碳污染,避免因污染影响碳含量的检测结果。

试样和参考物质中碳的 K_{α} 线强度的检测需要在相同的实验条件和步骤下进行,即试样制备、加速电压、束流、束斑尺寸、点分析计数模式、线分析时的步长以及背底扣除的方法等都要求一致。

2.2 参考物质

建立检测碳含量的校正曲线,需要一个或一套合适的参考物质。例如以下参考物质:

——从奥氏体区温度淬火得到的 Fe-C 固溶体。系列参考物质应包括不同的碳含量范围,且每种参考物质要求成分均匀;

——Fe-C 化合物 $Fe_3C^{[1]}$ 。

参考物质与被测试样的碳 K_{α} 峰形不同时降低定量分析的准确度,因此不能采用。

2.3 试样制备

2.3.1 简述

制备试样时,在试样表面形成的碳及其化合物污染会很大程度地影响碳含量分析的准确度。因此制样时需要特别注意防止这类污染的发生。参考物质和待测试样的制备过程(镶嵌、研磨和抛光)要保持一致。

2.3.2 镶嵌

通常情况下试样不需镶嵌,但在分析小的或不规则形状的试样时,需要进行镶嵌。必须认识到镶嵌材料也会成为碳污染的来源。常用的镶嵌材料很多,如酚醛塑料,掺有铜、铝、甚至石墨的树脂等,选用镶嵌材料时要事先对其进行评估,避免对试样带来污染。

分析经镶嵌的试样时,应尽量选择靠近试样中心的区域进行检测,以避免边缘部位由镶嵌材料污染造成的影响。

2.3.3 抛光和清洗

制备好的试样表面应该平整、清洁和干燥。要求按照规范的金相制样方法制备试样,如采用 SiC 砂纸研磨、选用粒度适宜的抛光膏抛光等。最后的抛光所用的抛光剂要求用不含碳的材料,比如氧化铝粉等。抛光后,要用超声波清洗,以彻底去除制样过程中可能在试样表面残留的污染物。

2.4 碳 K_{α} 线强度检测

2.4.1 电子束能量和束流

由于碳的特征 X-射线产额低,且几乎所有基体材料对碳 K_{α} 线都有强烈吸收,因此碳的 X-射线出