



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 17360—2020  
代替 GB/T 17360—2008

## 微束分析 钢中低含量硅、锰的 电子探针定量分析方法

Microbeam analysis—Method of quantitative determination for low contents  
of silicon and manganese in steels using electron probe microanalyzer

2020-06-02 发布

2021-04-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 目 次

|   |    |
|---|----|
| 前言 .....                                  | I  |
| 引言 .....                                  | II |
| 1 范围 .....                                | 1  |
| 2 规范性引用文件 .....                           | 1  |
| 3 术语和定义 .....                             | 1  |
| 4 基本原理 .....                              | 2  |
| 5 仪器与辅助设备 .....                           | 2  |
| 6 参考物质 .....                              | 2  |
| 7 试样制备 .....                              | 2  |
| 8 试验条件 .....                              | 2  |
| 9 建立校准曲线 .....                            | 3  |
| 10 测量待测试样 .....                           | 6  |
| 11 测量不确定度 .....                           | 6  |
| 12 检测报告 .....                             | 6  |
| 附录 A (资料性附录) 用校准曲线法测定钢中锰含量及不确定度评定示例 ..... | 8  |
| 附录 B (资料性附录) 用校准曲线法测定钢中锰含量的检测报告格式示例 ..... | 10 |
| 参考文献 .....                                | 11 |

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 17360—2008《钢中低含量 Si、Mn 的电子探针定量分析方法》。与 GB/T 17360—2008 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 修改了相关术语的名称,“标定曲线法”修改为“校准曲线法”,“波高分析器”修改为“脉冲高度分析器”,等等;
- 修改了本标准的适用范围;
- 修改了“校准曲线示意图”;
- 修改了校准曲线相关系数  $R$  的要求,由“ $0.98 \leq R \leq 1.00$ ”改为“ $R \geq 0.99$ ”;
- 删除了原标准第 9 章“测量误差”的内容;
- 增加了测量不确定度评定的内容;
- 删除了原标准中“附录 A”的内容。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会(SAC/TC 38)提出并归口。

本标准起草单位:中国科学院金属研究所。

本标准主要起草人:王道岭、孙爱芹、贺连龙、尚玉华、徐乐英。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 17360—1998、GB/T 17360—2008。

## 引 言

硅、锰是钢中常见的合金元素,在电子探针分析中常常遇到要对钢中的硅、锰进行定量分析的问题;但是用电子探针测定钢中低含量的硅和锰时,不宜采用常规基体校正分析方法,原因如下:

- 铁对硅  $K_{\alpha}$  线的质量吸收系数约是硅的自吸收的 7 倍<sup>[1]</sup>,再加上铁作为基体含量远高于硅,这会导致采用基体校正计算时硅的吸收修正量大;而修正量越大,定量分析的准确度就越差。
- 对锰而言,铁  $K_{\beta}$  线的波长(0.175 7 nm)略小于锰的 K 吸收边(0.189 6 nm)<sup>[2]</sup>,铁  $K_{\beta}$  线可以引起锰元素的荧光  $K_{\alpha}$  线;通常 K 系谱线中  $\beta$  线比较弱( $K_{\beta}$  与  $K_{\alpha}$  的强度之比约为 1 : 9<sup>[3]</sup>),荧光修正模型往往不考虑  $\beta$  线的影响<sup>[3]</sup>;然而这里由于铁与锰含量的对比悬殊,铁  $K_{\beta}$  线引起的荧光增强效应不可忽略。

针对以上问题,将校准曲线法应用于钢中低含量硅、锰的定量分析是合适的解决方案。本次修订进一步规范了测量过程中的关键环节,有助于提高分析的准确度。

# 微束分析 钢中低含量硅、锰的 电子探针定量分析方法

## 1 范围

本标准规定了用电子探针测定碳钢和低合金钢(铁质量分数大于95%)中硅、锰含量的校准曲线法。

本标准适用于电子探针波谱仪,不适用于能谱仪。带波谱仪的扫描电镜可以参照使用。

## 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 13298 金属显微组织检验方法

GB/T 15074 电子探针定量分析方法通则

GB/T 15247—2008 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 20725 波谱法定性点分析电子探针显微分析导则

GB/T 21636 微束分析 电子探针显微分析(EPMA) 术语

GB/T 27025 检测和校准实验室能力的通用要求

## 3 术语和定义

GB/T 21636界定的以及下列术语和定义适用于本文件。为了便于使用,以下重复列出了GB/T 21636中的某些术语和定义。

### 3.1

**特征 X 射线强度比 intensity ratio of characteristic X-ray**

在相同的激发条件(入射电子束能量、电流等)和接收条件(谱仪效率等)下,在含有某元素 A 的试样上测得的 A 元素的特征峰强度  $I$  与在纯 A 参考物质上测得的同一特征峰的强度  $I_{\text{pure}}$  的比值  $k: k = I/I_{\text{pure}}$ 。

注: 改写 GB/T 21636—2008, 定义 5.4.4。

### 3.2

**脉冲高度分析器 pulse height analyzer**

波谱仪中可以甄别有相同衍射位置而能量不同的 X 射线光子的检测装置。

注: 改写 GB/T 21636—2008, 定义 4.6.12。

### 3.3

**校准曲线 calibration curves**

分析信号与分析物浓度的函数关系的一种作图方法,一般通过测量两个以上不同含量的已知参考物质成分点来确定。

[GB/T 21636—2008, 定义 5.4.1.2]