

# 镍基高温合金电子探针定量分析方法探讨

——《GB/T 15616 金属及合金的电子探针定量分析方法》标准验证

EPMA-024

**摘要：**镍基高温合金具有良好的组织结构及蠕变性能，其成分体系复杂，合金元素种类多。本文以某牌号镍基高温合金为例，对标准《GB/T 15616 金属及合金的电子探针定量分析方法》进行了验证，并对电子探针微区定量分析过程各环节控制要点，尤其是谱线选择处理技巧，进行了梳理及探讨，进而为相关从业人员提供借鉴及指导。

**关键词：**镍基合金 电子探针 定量分析 谱线选择

电子探针是以高能聚焦的电子束作为激发源，从样品中激发出特征 X 射线，利用波谱仪对特征 X 射线的波长及强度进行检测，进而实现微区成分分析，具有能量分辨率高、检测限低、定量准确度高的特点，是材料微区成分分析的重要手段之一。

镍基高温合金具有良好的组织结构及蠕变性能，是目前制造先进航空发动机及燃气轮机叶片的首选材料。镍基高温通常含有 6~10 种合金元素，如 Ni、

Co、Cr、W、Mo、Al、Ta、Ti 等；镍基高温合金成分复杂，各元素之间特征 X 射线谱线不免发生重叠或干扰，因此，在利用电子探针对其进行微区定量分析时，需要格外注意。

本文利用岛津 EPMA-1720 型电子探针，以某镍基高温合金样品为例，对标准《GB/T 15616 金属及合金的电子探针定量分析方法》进行了验证及讨论。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津电子探针显微分析仪（EPMA-1720）



### 1.2 分析条件

加速电压：20kV

束流：形貌观察 0.1nA、定性分析 200nA、定量分析 20nA

测试时间：定性分析 6min、定量分析 10s

强度单位：Counts

### 1.3 样品前处理

参照标准《GB/T 15616 金属及合金的电子探针定量分析方法》，依次利用 300#、600#、1000# 及 1500# 砂纸进行磨制，利用金刚石抛光剂进行抛光，获得表面无污染、无磨痕等缺陷的抛光面，上机测试。

### ■ 结果与讨论

标准《GB/T 15616 金属及合金的电子探针定量分析方法》规定，在对样品进行定量测试前，首先要进行定性分析。之所以要先进行定性分析是因为：1) 通过定性分析获知样品中含有的所有元素种类；2) 通过定性分析谱峰强度，推算定量分析时各元素所需积分时间及测试顺序；3) 根据定性分析谱图，可确认定量分析时所设定 BG+、BG- 处是否有干扰；4) 通过定性分析谱图，可确认元素之间的重叠及干扰情况，以合理选择参与定量分析的特征谱线。图 1 为镍基高温合金背散射电子像，在红十字标示处位置进行定性分析，定性谱图及半定量结果如图 2 所示。

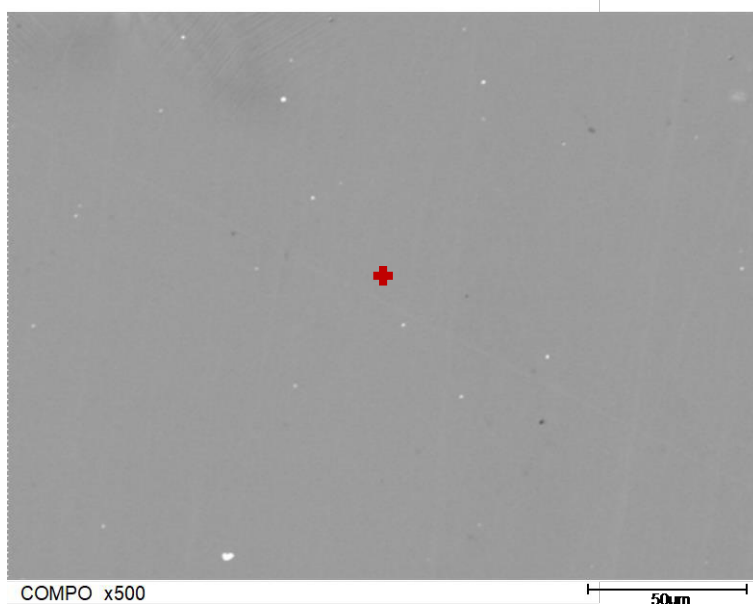


图 1 镍基高温合金背散射电子像 (BSEI、500X)

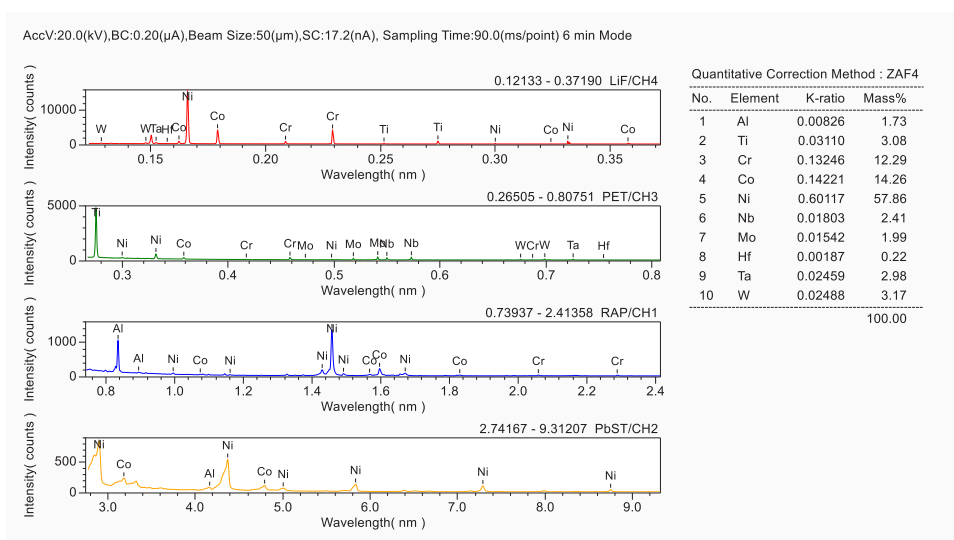


图 2 定性谱图及半定量结果

由图 2 定性分析结果可见，样品中含有 Al、Ti、Cr、Co、Ni、Nb、Mo、Hf、Ta、W 等 10 种元素，据此，可确定参与定量分析的元素种类。

定量分析时，各元素的测量的先后顺序，一般依据以下原则：1) 易产生离子迁移的元素，如碱金属 Na、K，卤族元素 F、Cl 等；2) 主要元素即含量较高的元素；3) 次要元素即含量较低的元素。由图 2 半定量结果，含量由高到低排列为 Ni、Co、Cr、W、Ti、Ta、Nb、Mo、Al、Hf，据此确定定量分析时的测试顺序。

定量分析时，针对待测元素特征 X 射线线系的选择，标准《GB/T 15616 金属及合金的电子探针定量分析方法》中推荐：1) 被分析元素原子序数  $<32$  时，采用 K 线系；2) 被分析元素原子序数  $32 \leq Z \leq 72$  时，采用 L 线系；3) 被分析元素  $>72$  时，采用 M 线系。实际应用时，除了参考上述标准所推荐的原则外，还应综合考虑分光晶体计数效率、谱线重叠干扰等因素。本文中，Al、Ti、Cr、Co、Ni、Nb、Mo、Hf 等元素，通过定性谱图观察并无其它谱线干扰，因此可按标准推荐选择相应的线系即可（Al、Ti、Cr、Co、Ni 选择  $K_{\alpha}$ ，Nb、Mo、Hf 选择  $L_{\alpha}$ ）。

接下来，我们重点来看一下 Ta、W 元素。Ta 元素原子序数为 73，按标准推荐原则，应选择  $M_{\alpha}$  线系，相应的分光晶体为 PET 晶体，但是我们通过对定性谱图中相应谱峰的净强度观察发现，Ta 的  $M_{\alpha}$  谱线净强度为 59counts，而 LiF 晶体上测得的  $L_{\alpha}$  谱线净强度为 234counts，这是由于分光晶体的计数效率差异及两线系荧光产额差异所导致的；因此，在定量分析时，在同样的积分时间下，相较 PET 晶体测试  $M_{\alpha}$  谱线，选用 LiF 晶体测试  $L_{\alpha}$  谱线积分强度会更高，从统计学角度来说，相应的定量结果可靠性也会更高。

再来看 W 元素，图 3 为定性谱图局部放大，可见 Ta 的  $M_{\beta}$  谱线与 W 的  $M_{\alpha}$  谱线位置非常近，虽然得益于电子探针良好的谱峰分辨率，两条谱线还是能够区分开来，但是，Ta 的  $M_{\beta}$  的短波侧与 W 的  $M_{\alpha}$  长波侧在没有回到背景强度之前交织在一起，构成了干扰。因此，如果直接选择 W 的  $M_{\alpha}$  进行定量分析，W 的定量结果会偏高，可见对于 W 元素来说， $M_{\alpha}$  谱线是不适宜的，所以实际定量测试时，我们应退而求其次，选择未受到干扰的 W 的  $M_{\beta}$  谱线进行定量分析，当然因为 W 的  $M_{\beta}$  谱线强度低，因此，定量测试时应适当延长积分时间以保证较高的计数强度。

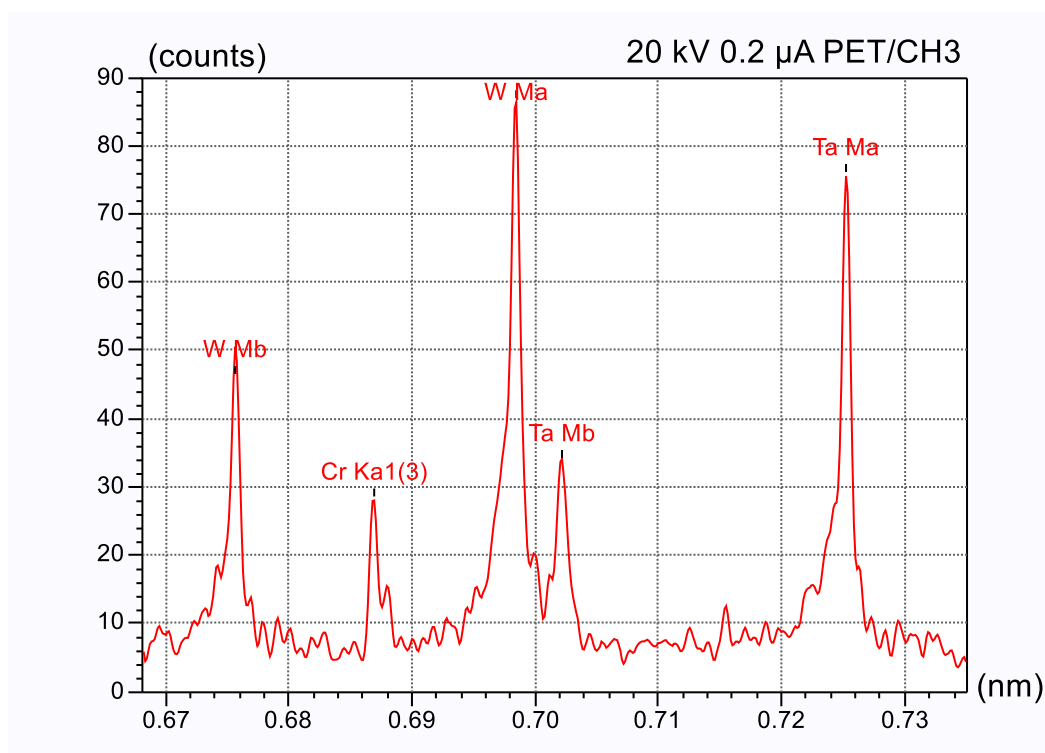


图 3 定性谱图局部放大

综上，各元素进行定量分析选用的谱线全部确定下来了，结果及相应分光晶体类型汇总于表 1。

表 1 各元素选用谱线及分光晶体

元素	Al	Ti	Cr	Co	Ni	Nb	Mo	Hf	Ta	W
谱线	K $\alpha$	K $\alpha$	K $\alpha$	K $\alpha$	K $\alpha$	L $\alpha$	L $\alpha$	L $\alpha$	L $\alpha$	M $\beta$
晶体	RAP	PET	LiF	LiF	LiF	PET	PET	LiF	LiF	PET

据此，对图 1 标示位置进行定量分析，标样选择相应的纯金属标样，定量结果见表 2。

表 2 定量结果 (mass%、%)

Al	Ti	Cr	Co	Ni	Nb	Mo	Hf	Ta	W	Total
2.902	5.429	10.093	12.725	56.977	4.489	2.105	0.242	0.980	2.150	98.091

测试环节中，从样品制备、测试条件选择、线系选择、标样选择等环节均参照《GB/T 15616 金属及合金的电子探针定量分析方法》进行，测试结果满足标准要求。在线系选择时，考虑到计数强度差异及谱线重叠干扰问题，在标准的基础上有所优化，并对优化的原因进行了讨论。

总而言之，电子探针虽然是微束分析领域定量准确度最高的仪器，但是要想获得理想的定量结果，从制样、测试参数的选择、谱线的选择、晶体的选择、标样的选择，每个环节并都应认真分析、严格把控、灵活处理，方能获得理想的定量结果。

## 结论

本文使用岛津 EPMA-1720 型电子探针，以某牌号镍基高温合金为例，对标准《GB/T 15616 金属及合金的电子探针定量分析方法》进行了验证，结果完全满足标准要求。并对电子探针微区定量分析过程各环节控制要点，尤其是谱线选择处理技巧，进行了梳理及探讨，进而为相关从业人员提供借鉴及指导。