

如何用校正曲线法（Calibration Curve）对钢铁中含量低于 1%的 C 元素进行定量分析？

【问题的提出】一方面，由于碳污染无处不在、很难控制以及分光晶体本身是由含 C 元素的材质构成等原因，准确测量 C 是所有显微分析中的一个难点，另一方面，钢铁和某些材料用户，准确测量碳钢中的碳浓度又是一件必须的事情，为此，电子探针分析中开发出了校正曲线法，实现碳钢中的 C 含量准确定量分析。

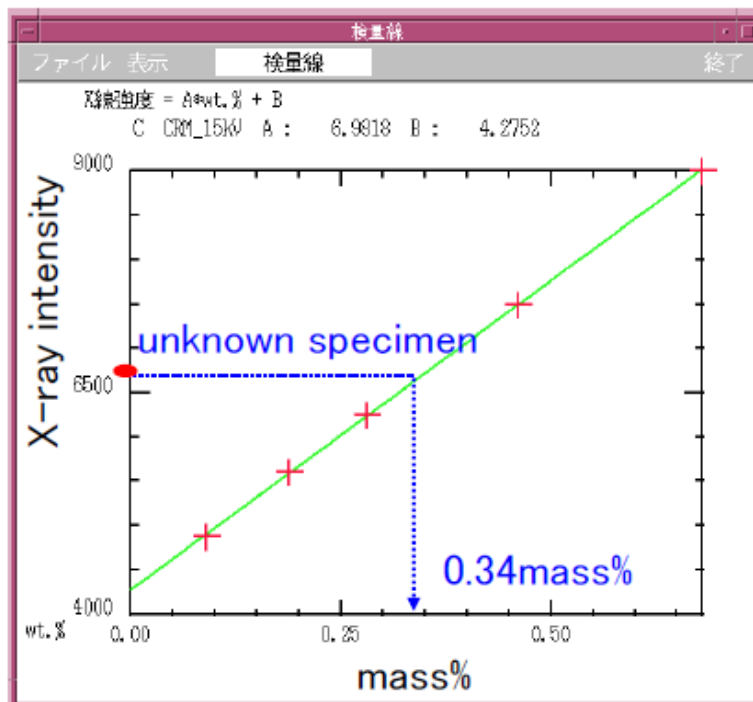
该分析方法基于———钢中 C 含量低于 1%时，C 的 X 射线强度和浓度满足线性关系。

对于钢中碳化物的 C 的定量分析仍需要 ZAF 分析方法来测量。

【测量原理】低碳钢中 C 含量的精确定量测定步骤

- 选用 4 个（或 5 个）已知碳含量（C）的低碳钢作为标准样品
- 选择 LDE2 晶体或 LDE2H 晶体分别对上述标准样品进行碳的 X 射线强度测量（I）
- 利用 JXA-8230 电子探针的 Calibration Curve Quantitative Method 标准软件及上述测量数据，可以得到如下图所示的 I—C 直线
- 选择上述 4 个标准样品中的某一个样品作为未知样品，再次测量这个样品的碳的 X 射线强度 I_x ，利用上述 I—C 曲线，就可以算出对应于 I_x 的 C_x
- C_x 和已知的该标准样品的碳浓度 C 一致

Calibration curve of trace C in a steel



下面操作步骤是山东大学材料学院刘树帅老师整理的详细步骤，供大家参考。在此，我们也对他的辛勤工作表示由衷的感谢!!!

一、标样库的建立

1、标样的选择：

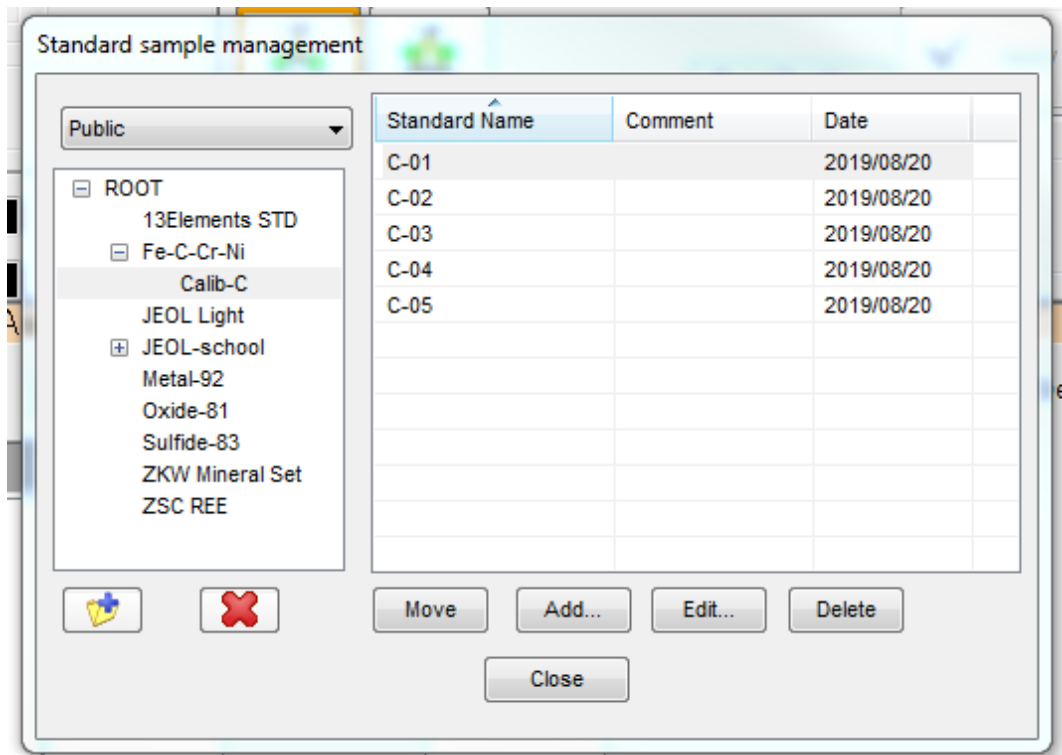
需要具备含碳量低于 1% 的五个钢铁样品标样；

2、分光晶体的选择：

利用 LDE2H 或 LDE6H 探测含量较低的 C 元素；

3、建立标样分析条件的设置：

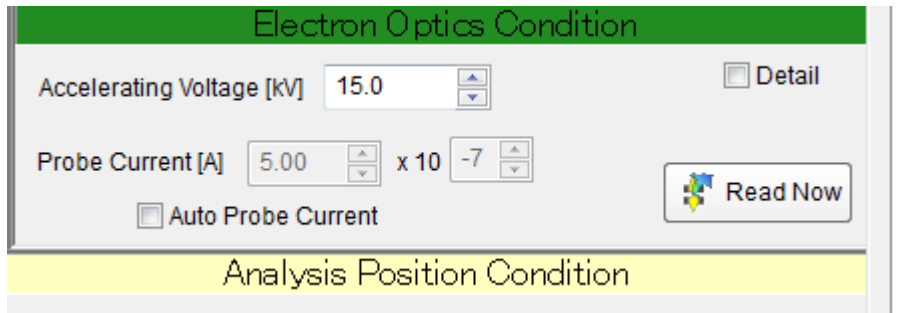
(1) 建立 Fe-C 标样的标样库 (Std.Mng)：



(2) 建立标样的峰位及强度信息(STD)：

首先，分析条件的选择：

#1: 由于标样中 C 含量较低，且 C 元素特征 X-ray 的波长较长，为了保证足够的计数强度，加速电压推荐设置为 15KV，束流 500nA；



Electron Optics Condition

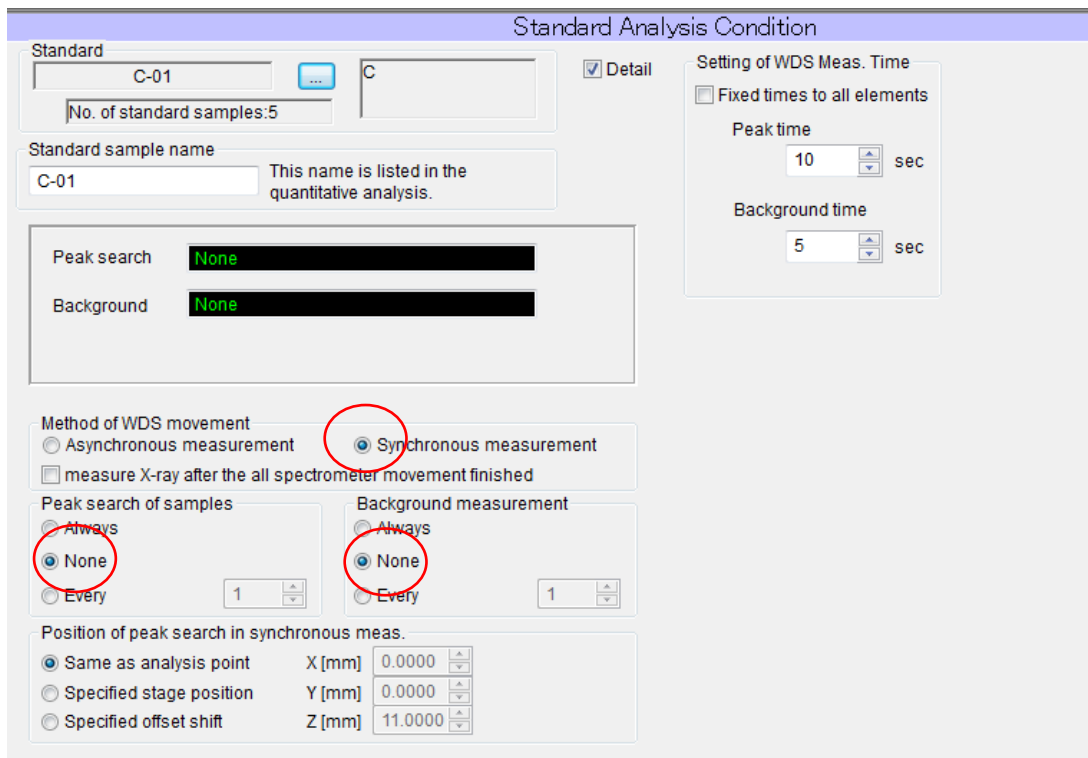
Accelerating Voltage [kV] 15.0 Detail

Probe Current [A] 5.00 x 10⁻⁷ Auto Probe Current

Analysis Position Condition

#2: 电子束与样品交互作用时，由与碳沉积等因素会对标样中某一位置的含 C 量造成影响，因此，标样的采集选择同步控制法（即保持 PCD 的常开状态），特别提醒：同步控制法中 PCD 的常开状态仅在 Accumulation 状态下生效，定量分析时不会起作用。

同时，标样的采集不再进行寻峰和扣背底，缩短电子束在标样上的驻留时间；



Standard Analysis Condition

Standard: C-01, C, No. of standard samples: 5

Standard sample name: C-01 (This name is listed in the quantitative analysis.)

Peak search: None, Background: None

Method of WDS movement: Synchronous measurement

Peak search of samples: None

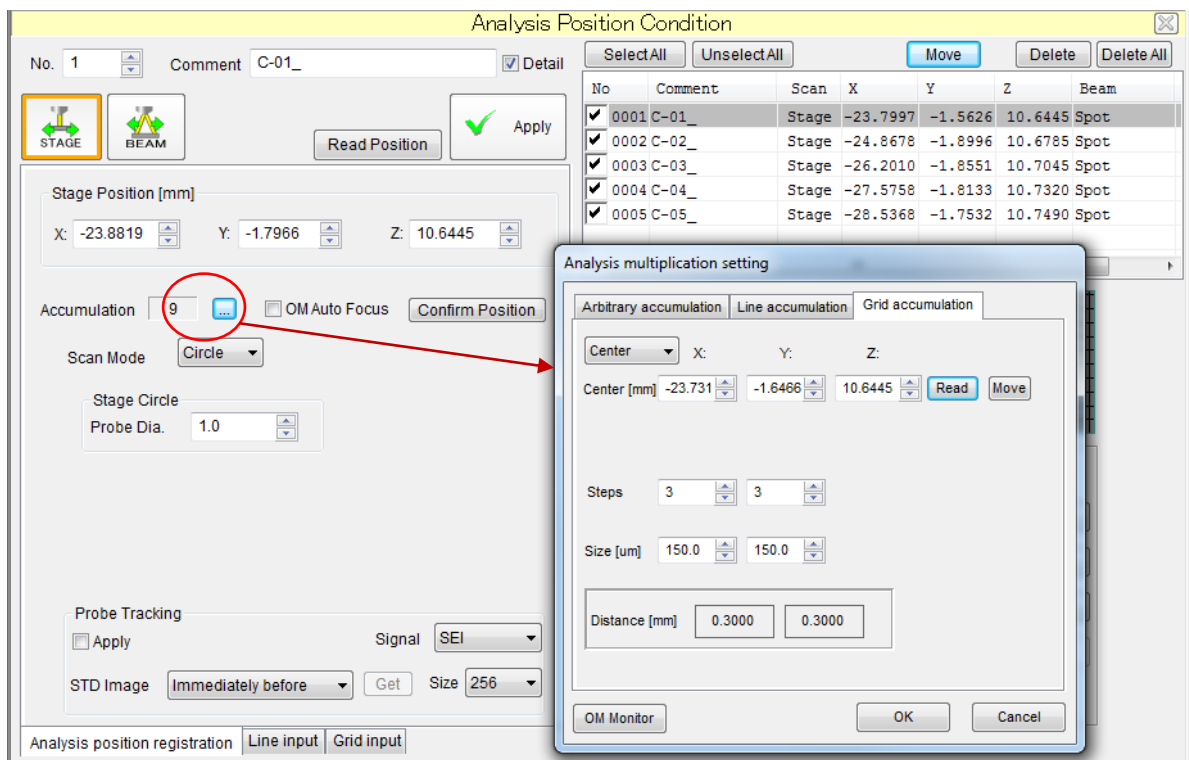
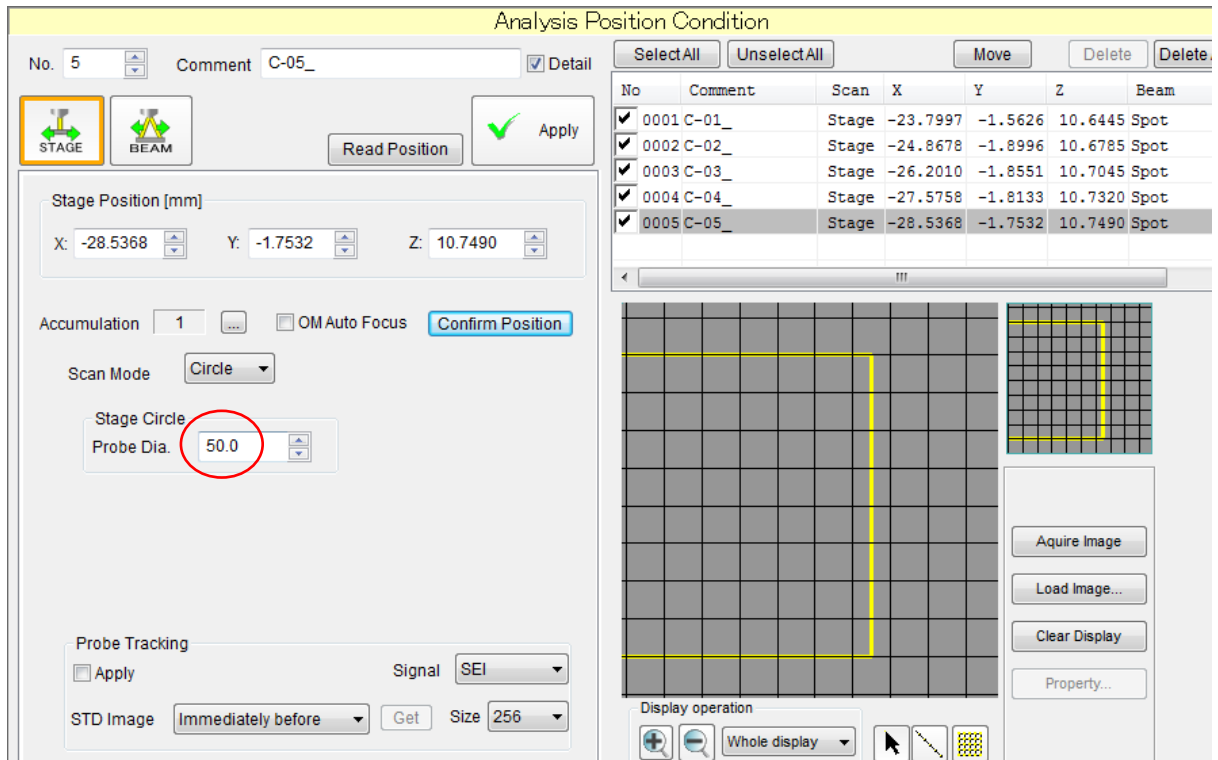
Background measurement: None

Position of peak search in synchronous meas.: Same as analysis point

Setting of WDS Meas. Time: Peak time 10 sec, Background time 5 sec

#3: 标样分析位置的采集以及束斑尺寸的选择：

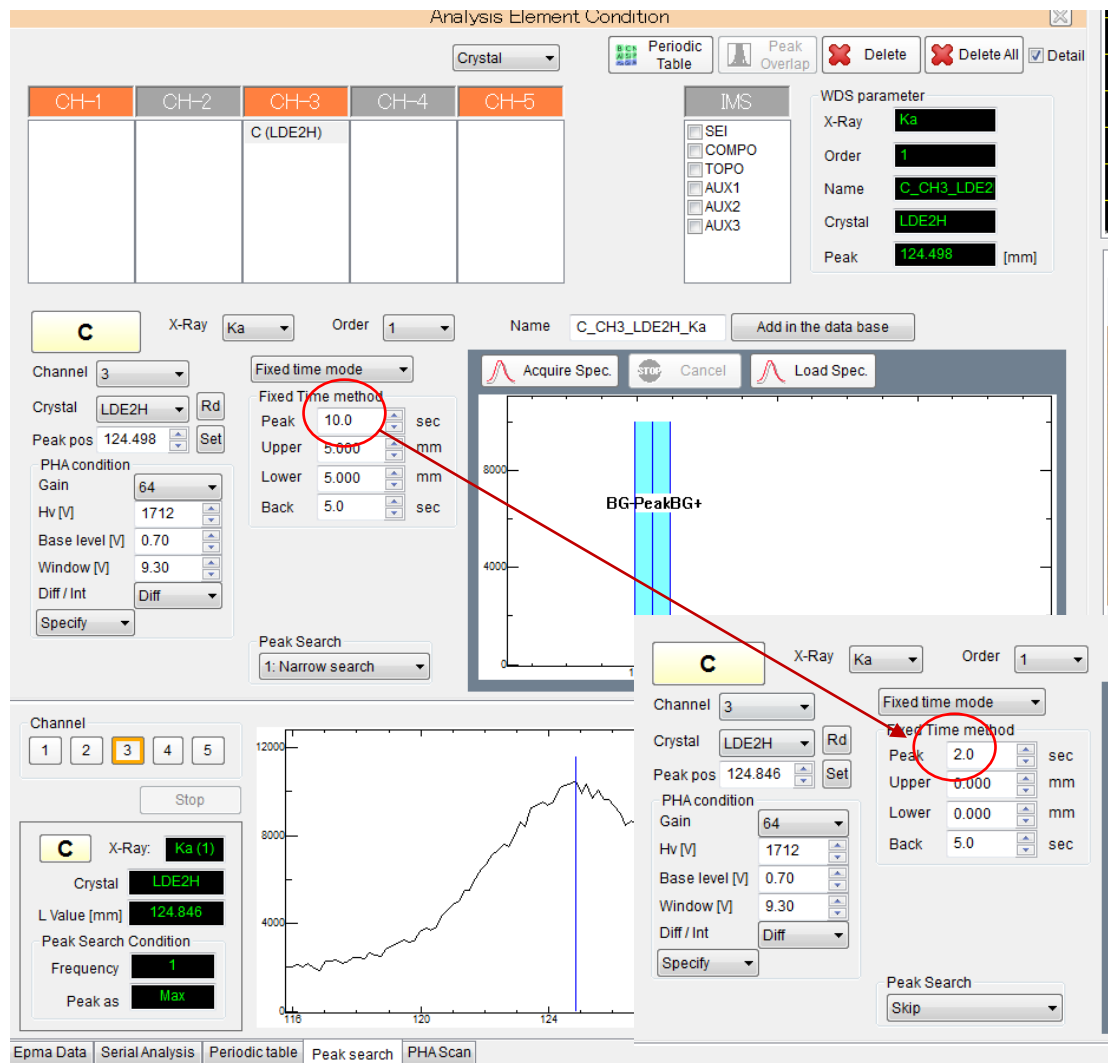
由于标样中 C 元素的含量较低，可能存在碳含量分布不均的情况，因此，需要采用 Accumulation 的方式录入标样位置信息（通常采用阵列的方法录入，如选择合适的阵列数，根据标样选择恰当的步长），利用光镜逐一核对标样位置；推荐束斑尺寸为 50 μ m；



#4: 谱仪和分光晶体的选择, C 元素峰位的标记:

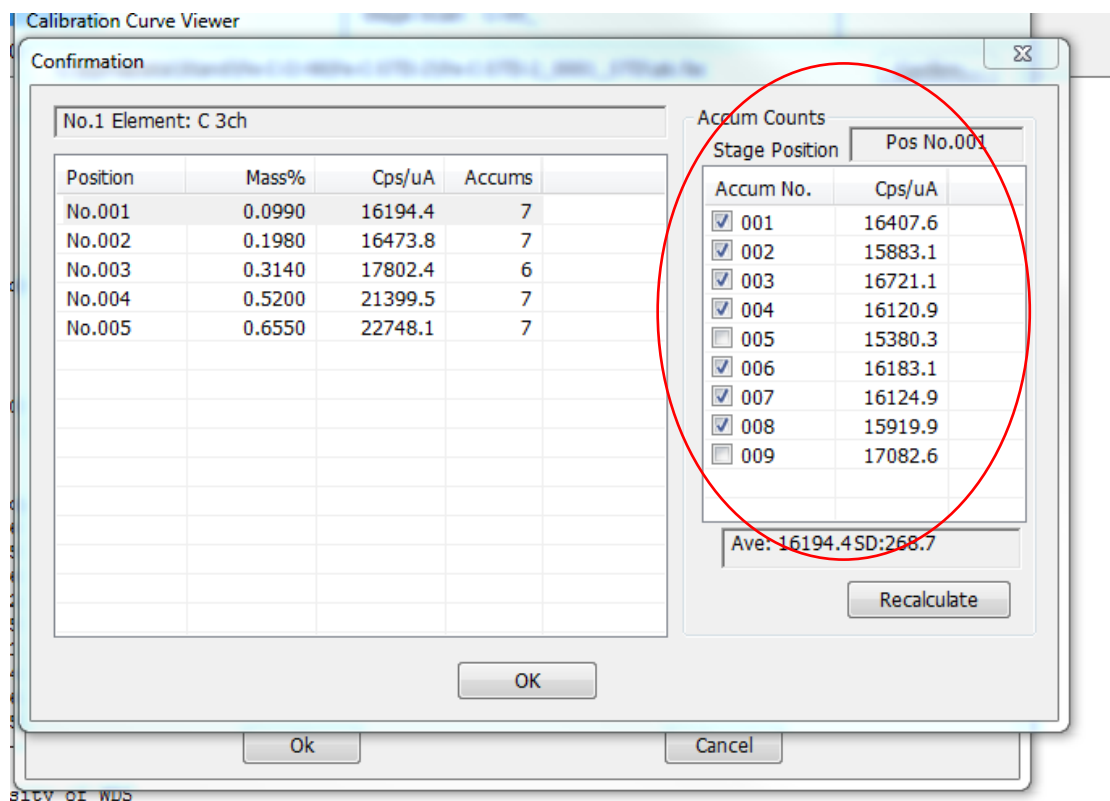
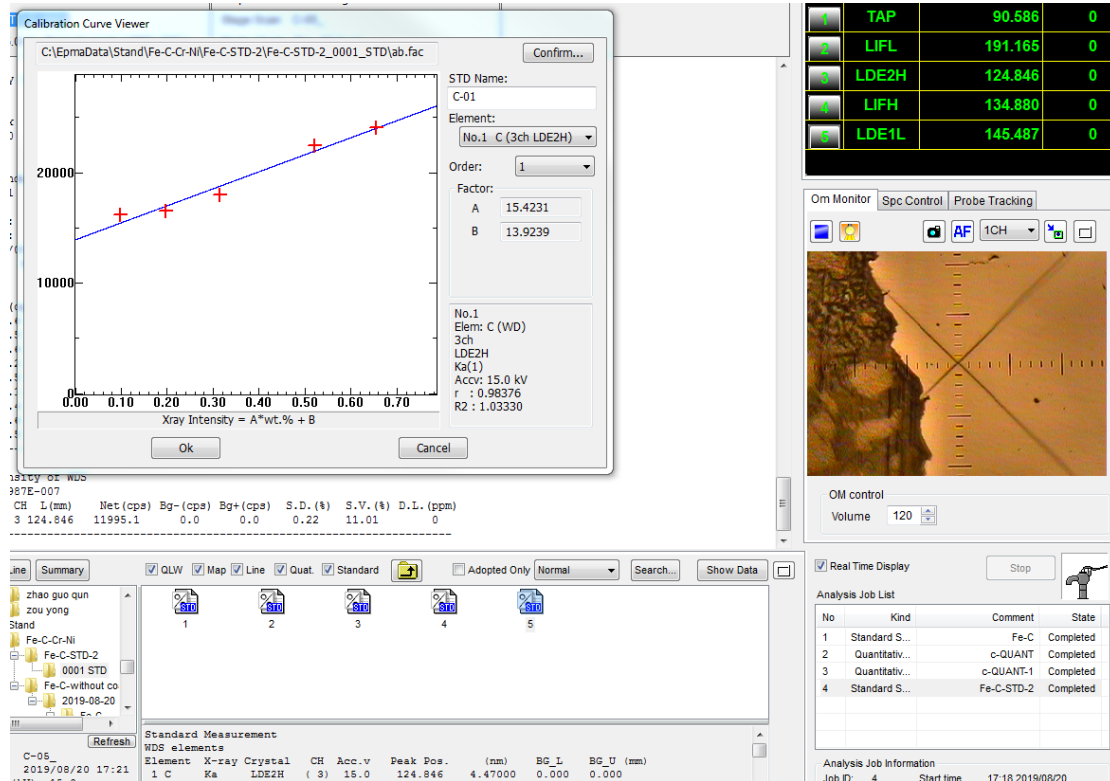
通常, 根据机器配置, 选择 LDE2H 或 LDE6H 分光晶体, 同时, 在距离采集强度信息较远的位置处寻峰; 另外, 为了尽可能的弱化碳沉积, 将 Peak 采集时间由默认 10s 更改为 2s,

Acquire 后获得校正曲线:



#5: 打开校正曲线的窗口, 点击 confirm, 对采集数据中偏离较大的数值进行合理的删减, 然后重新计算平均强度 (挑肥拣瘦);

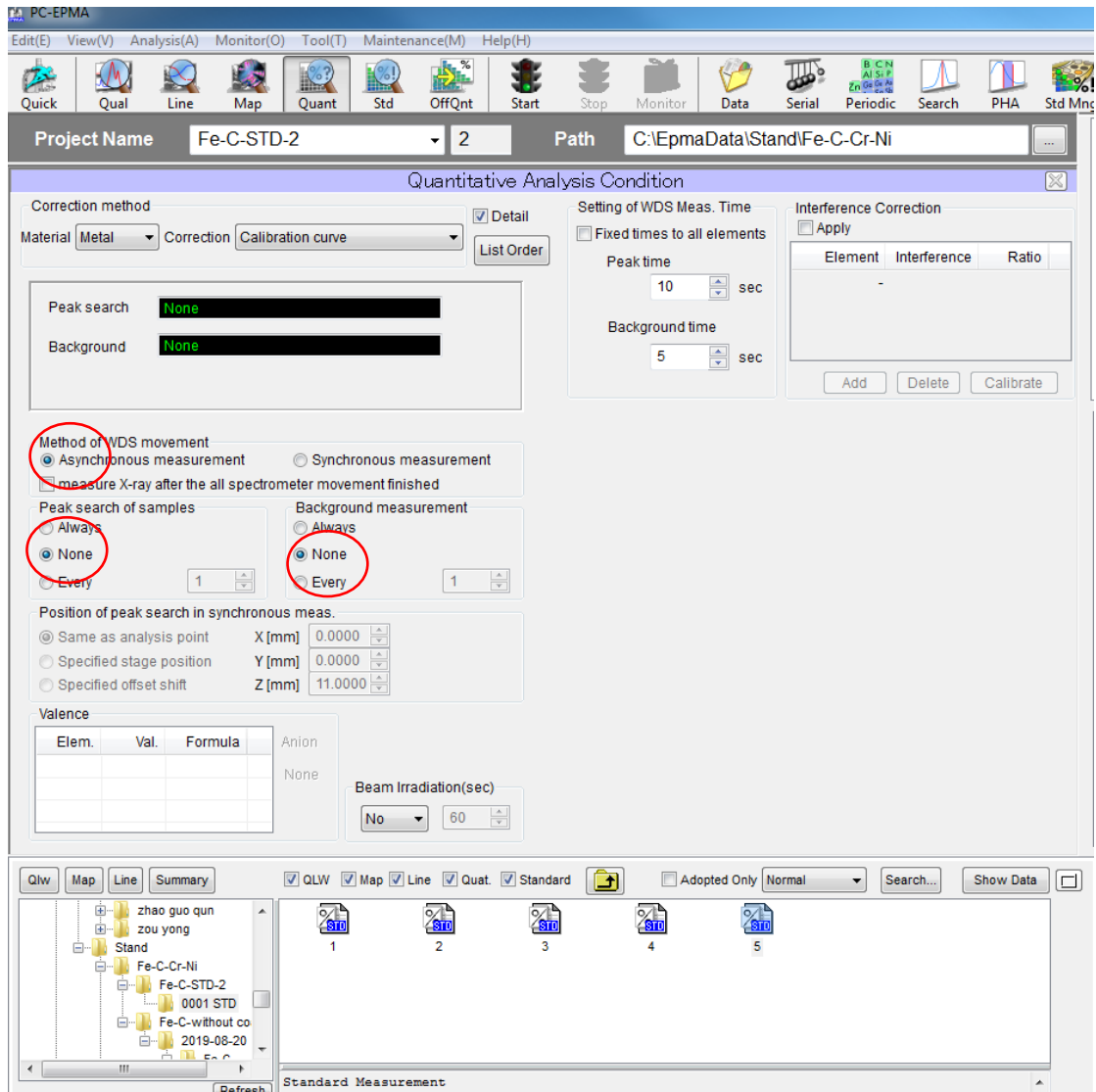
通过以上系列操作, 建立起校正曲线的标样信息。



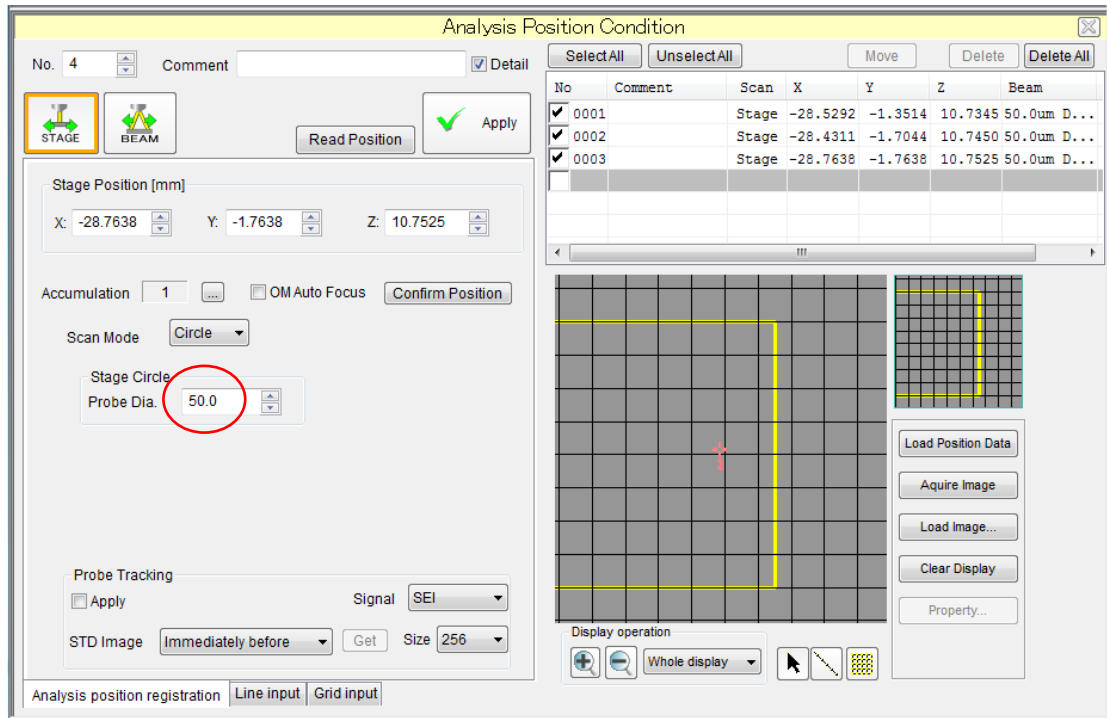
二、未知样品的定量分析:

#1: 加速电压 15KV, 束流 500nA;

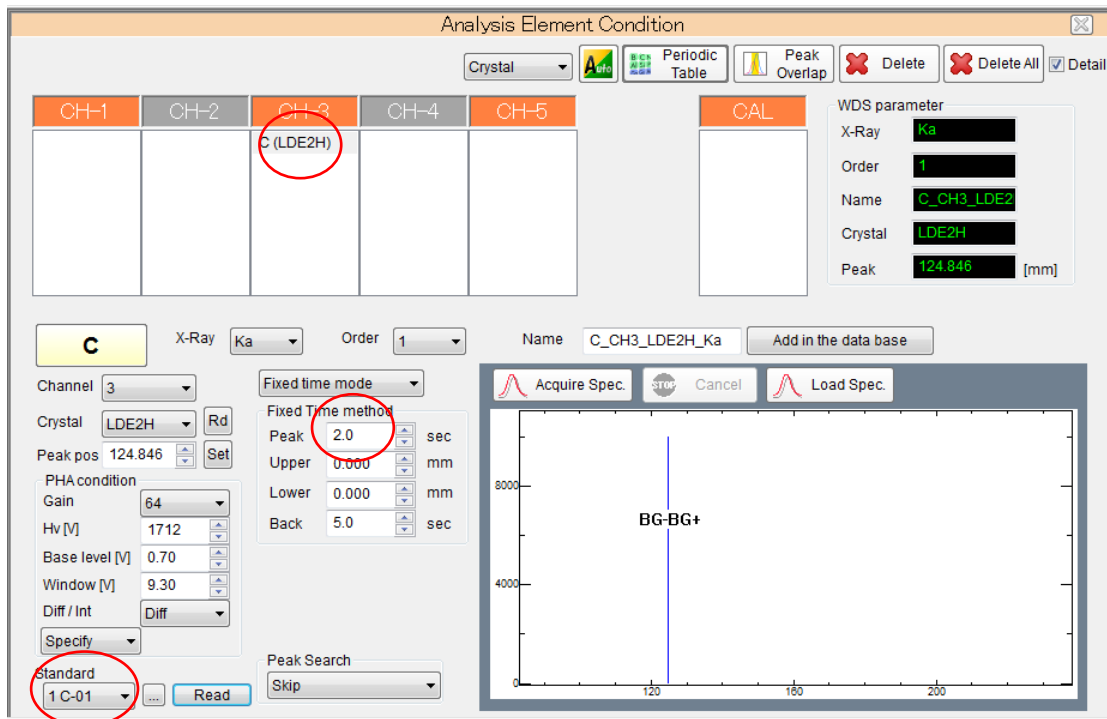
#2: 修正方法: 选择 Calibration Curve 法, 并设置寻峰和背底均为 none;



#3: 束斑尺寸: 50 μ m, 分析位置可根据需求进行设置;



#4: 分光晶体选择 LDE2H 或 LDE6H, peak 驻留时间 2s, 选择建立的校准曲线标样信息;



#5: 获得微量 C 元素定量分析的结果;

Intensity & Wt. % Group : Fe-C-STD-2 Sample : Fe-C-STD-2_0002_QNT Page 1

Unknown Specimen No. 1

Path : Fe-C-Cr-Ni Project : Fe-C-STD-2_0002

Position No. : 1 Comment :

Stage : X= -28.5292 Y= -1.3514 Z= 10.7345
 Acc. Voltage : 15.0 (kV) Probe Dia. : 50.0 Scan : Off
 Dated on 2019/08/20 17:42:49
 WDS only No. of accumulation : 1

Element	Peak(mm)	Curr.(A)	Counts	Time(s)	S.D.
1 C	124.846	4.999E-007	23219.8	2.0	152.3

Calibration curve

Metal Acc. Voltage : 15.0 (kV)

Element	Mass(%)	Atom(%)	cps/uA	S.D.(%)
C	0.6921	100.0000	23224.4	0.0045

Total	0.6921	100.0000	23224.4	
-------	--------	----------	---------	--

Unknown Specimen No. 2

Path : Fe-C-Cr-Ni Project : Fe-C-STD-2_0002
 Position No. : 2 Comment :
 Stage : X= -28.4311 Y= -1.7044 Z= 10.7450
 Acc. Voltage : 15.0 (kV) Probe Dia. : 50.0 Scan : Off
 Dated on 2019/08/20 17:43:01
 WDS only No. of accumulation : 1

Element	Peak(mm)	Curr.(A)	Counts	Time(s)	S.D.
1 C	124.846	4.996E-007	22449.8	2.0	149.83

Calibration curve

Metal Acc. Voltage : 15.0 (kV)

Element	Mass(%)	Atom(%)	cps/uA	S.D.(%)
C	0.6332	100.0000	22467.8	0.0042

Total	0.6332	100.0000	22467.8	
-------	--------	----------	---------	--

Unknown Specimen No. 3

Path : Fe-C-Cr-Ni Project : Fe-C-STD-2_0002
 Position No. : 3 Comment :
 Stage : X= -28.7638 Y= -1.7638 Z= 10.7525
 Acc. Voltage : 15.0 (kV) Probe Dia. : 50.0 Scan : Off
 Dated on 2019/08/20 17:43:13
 WDS only No. of accumulation : 1

Element	Peak(mm)	Curr.(A)	Counts	Time(s)	S.D.
1 C	124.846	4.997E-007	21204.4	2.0	145.62

Calibration curve

Metal Acc. Voltage : 15.0 (kV)

Element	Mass(%)	Atom(%)	cps/uA	S.D.(%)
C	0.5358	100.0000	21217.2	0.0037

Total	0.5358	100.0000	21217.2	
-------	--------	----------	---------	--