**贵金属复合材料覆层厚度的扫描电镜测定方法**

**（GB/T XXXXX-XXXX）**

**编制说明**

**贵金属复合材料覆层厚度的扫描电镜测定方法**

**（GB/T XXXXX-XXXX）**

**编制说明**

**一、工作简况**

1. **项目概述**：

通过各种复合技术（电镀，固相复合，化学气相沉积等）制备出的贵金属复合材料不仅性能优良，而且大量的减少了贵金属用量，有效的降低了材料的成本，是未来贵金属材料发展的重要趋势。近年来贵金属复合材料呈现出器件小型化覆层超薄化的趋势，尤其许多用于军工的高性能产品其覆层厚度不足1μm，在民用方面纳米级覆层、多层覆层的复合材料产品也大量出现。目前国内有相关标准：GB/T11250.1-89《复合金属覆层厚度的测定——金相法》，该方法由于受可见光分辨率限制已经无法测量亚微米级的覆层，GB/T17722-1999《金覆盖层厚度的扫描电镜测定方法》[1]该标准的覆层厚度测定范围为（0.2~10）μm无法测定厚度低于200nm的覆层厚度，且该标准的截面制备方法无法获得超薄覆层的良好截面导致覆层的测量难以进行，贵金属复合材料行业急需一种新的标准方法来对目前的产品进行有效检验。

近年来随着新技术的出现给以上问题带来了很好的解决方法。聚焦离子束（Focused Ion Beam，FIB）[2]技术就是一种革命性的技术，在扫描电子显微镜（Scanning Electron Microscope, SEM）上可集成聚焦离子束系统，并结合气体注入系统（Gas Injection System，GIS）[2]就能够对贵金属复合材料的超薄覆层进行原位的制备与测量。该标准的主要内容就在于使用聚焦离子束（FIB）来制备超薄贵金属覆层并对其进行测量，但由于贵金属复合材料的覆层厚度种类丰富，不同产品覆层厚度差异大，且由于聚焦离子束不适宜制备较厚的覆层，为了保证该标准的适用范围，标准中依然保留了传统的镶嵌制样方法。

1. **任务来源：**

贵研铂业股份有限公司2016年向上级主管部门提出制定贵金属复合材料

覆层厚度的扫描电镜测定方法标准制定计划书。于2016年10月获全国有色金属标准化技术委员会批准，计划编号为2016-1679T-YS，项目起止时间为2018年11月～2019年10月，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

1. **标准项目编制单位、起草人概述：**

贵研铂业股份有限公司是国内贵金属复合材料的主要生产和研发单位，

公司拥有品种丰富的贵金属复合材料军民产品，涵盖板带材、丝材、管材等多种贵金属复合型材。公司下属贵研检测科技（云南）有限公司专职贵金属产品的检测，其物理性能部拥有FIB-SEM系统和SEM、金相、精研一体机等测试及制样设备。

 标准起草人拥有10年的贵金属复合材料生产开发经验，曾主持开发AC2中温复合焊料，在贵研铂业长期从事SEM和FIB-SEM等测试工作，拥有贵金属复合材料生产、研发、检测的丰富经验。

标准起草单位为：贵研铂业股份有限公司

标准起草人：毛端、甘建壮、陈雯、陈国华、王一晴、赖丽君、毕勤嵩、金娅秋、马媛、王光庆、张吉明、柳青、孔健稳。

1. **标准项目单位、起草人所承担工作：**
	1. **项目编制单位所承担工作：**

贵研铂业股份有限公司承担项目的起草，样品的提供及制备，试验方法

的测试参数的确定，组织协调各参与单位。最终拟写标准原件、编制说明及

试验报告。

* 1. **参与单位所承担工作：**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 一验证 | 二验证 | 样品 |
| 西北有色金属研究院、北京有色金属与稀土应用研究所、国合通用测试评价认证股份公司。 | 南京市产品质量监督检验院、广东省工业分析检测中心、长春黄金研究院、州市场商品质量监督检验所。 | 贵研铂业股份有限公司自备及西北有色金属研究院、北京有色金属与稀土应用研究所提供。 |

* 1. **起草人所承担工作：**

**标准起草人及所承担工作见下表**

|  |  |
| --- | --- |
| 姓名 | 所承担工作 |
| 毛端 | 项目负责人。 |
| 甘健壮 | 技术指导。 |
| 陈雯 | 技术支持，镶嵌法钨灯丝扫描电镜的测试。 |
| 陈国华 | 技术支持，组织协调各参与单位。 |
| 王一晴 | FIB法制备覆层截面与场发射扫描电镜的测试。 |
| 赖丽君 | 镶嵌法技术支持，金相法的测试与对比验证。 |
| 毕勤嵩 | 镶嵌法钨灯丝扫描电镜的测试 |
| 金娅秋 | 标准制定与编写的技术指导与支持 |
| 马媛 | 标准制定与编写的技术指导 |
| 王光庆 | 提供检测样品 |
| 张吉明 | 提供检测样品 |
| 柳青 | 提供检测样品 |
| 孔健稳 | 提供检测样品 |

1. **主要工作过程：**

2015年贵研铂业股份有限公司通过国家某平台建设项目先后引进FIB-SEM、TEM等设备使得检测中心物理性能部测试能力得到极大提升，解决了许多生产科研中存在的检测技术难题。其中超薄覆层的测量得到根本解决。

2016年应用FIB-SEM系统检测Au-Ag复合丝Au覆层厚度得到满意的结果，并将其推广至其它薄覆层贵金属复合材料中。经过公司内部组织讨论建议希望将该方法上升为国家标准使其能够得到广泛应用。贵研铂业股份有限公司2016年向上级主管部门提出制定贵金属复合材料覆层厚度的扫描电镜测定方法标准制定计划书。于2016年10月获全国有色金属标准化技术委员会批准，计划编号为2016-1679T-YS

2018年物理性能部从各事业部门征集样品，功能材料事业部板带材生产线提供，AC2、49FK-690、ASCM/BZn、AgNi10/QSn、AgPd30/MX215等层状复合材料；金丝生产线提供Au/Ag超细复合丝；技术组提供Ag/Al复合丝；研发中心提供Ir/Rh/Au/FeNi、Rh/Ag/FeNi、Ru/Ag/FeNi、Ru/Ti/FeNi等超薄镀层器件用于标准的测试实验。

2018年3月~6月先后对AC2、49FK-690、ASCM/BZn、AgNi10/QSn、AgPd30/MX215等厚覆层复合材料进行镶嵌制备，使用钨灯丝扫描电镜测量其覆层厚度，并用传统金相法进行验证。通过验证证实扫描电镜法测量覆层完全能够取代传统的金相法用于测量贵金属厚覆层（2~200）μm的厚度。实验取得良好效果。

2018年6月~7月对Au/Ag超细复合丝进行FIB原位截面制备并使用场发射SEM测量其Au覆层厚度（100nm以下），测试结果表明FIB能够有效制备出良好可测的覆层截面，使用场发射SEM测量Au覆层结果良好。

2018年7月~12月对Ir/Rh/Au/FeNi、Rh/Ag/FeNi、Ru/Ag/FeNi、Ru/Ti/FeNi四种复合器件进行FIB原位截面制备并使用场发射SEM测量其覆层厚度（亚微米厚度），结果表明FIB能够有效制备多层超薄贵金属覆层，场发射SEM对100nm以下的覆层也能够有效测量。

2018年12月至今开始对标准内容的、编制说明、试验报告进行编写，并联系各参与单位进行测试验证。

**二、标准编制原则**

**1.保证标准的适用性原则：**

贵金属复合材料品种丰富，覆层厚度跨度范围大，为保证标准的适用性需要保留传统的镶嵌制样方法，以适应FIB方法不能覆盖的厚覆层贵金属复合材料。

**2.** **保持标准的先进性原则：**

使用FIB对贵金属复合材料的覆层截面进行制备体现了该标准的先进

性，这也是该标准的重点内容。其先进性表现在一下几个方面：

1. FIB属于较新技术，目前还停留在科研方面，在第三方检测方面，国际和国内对FIB的应用还未全面展开；
2. 经过标准查新国内还未出现使用FIB技术的相关标准；
3. FIB是一种原位样品制备技术，目前没有其它技术能够取代FIB技术的作用，随着技术的提高使用成本的下降该设备普及的可能性较大，可见该标准具备较长时效性。

**3. 与其它标准的统一性和协调性原则：**

该标准应该与其它微束分析国家标准协调统一其表现如下：

1. 微米级贵金属覆层厚度的测量应遵循《GB/T 16594-2008微米级长度的扫描电镜测量方法通则》[3]；
2. 纳米级贵金属覆层厚度的测量应遵循《GB/T 20307-2006纳米级长度的扫描电镜测量方法通则》[4]；
3. 覆层的鉴定与判别需要使用扫描电镜的能谱仪（energy dispersive X-ray spectrometer；EDS）,对EDS的使用遇到定量需要时需遵循《GB/T 17359-1998》电子探针和扫描电镜X射线能谱定量分析通则》[5]；
4. 对于部分厚覆层样品的制样和测量可按照《GB/T 17722-1999金覆盖层厚度的扫描电镜测量方法》[1]执行；

**三、标准主要内容的确定依据：**

1. **范围的确定**：

根据实际测试与金相法进行对比GB/T11250.1-89《复合金属覆层厚度的测定——金相法》所以规定本标准可测覆层厚度最厚为200μm，又根据国家标准《GB/T 20307-2006纳米级长度的扫描电镜测量方法通则》该标准的测量范围为（10~500）nm，并根据目前FIB具备制备10nm覆层截面的能力，所以规定该标准可测最薄覆层厚度最厚为10nm。最终确定可测覆层厚度范围为（0.01~200μm）即10nm~200μm。

1. **测试方法的确定：**

**2.1镶嵌法的确定：**

镶嵌法测量复合材料的覆层厚度主要来自于GB/T11250.1-89《复合金属覆层厚度的测定——金相法》，其方法制备出来的可以应用到SEM的测量中，该方法适合较厚的复合材料覆层（0.2~200）μm，这种传统的镶嵌方法已经被《GB/T 17722-1999金覆盖层厚度的扫描电镜测量方法》所采用，可见是行之有效的。

**2.2FIB法的确定：**

SEM是一种分比率极高的设备，其分辨能力能达到几个nm，但是受限于制样技术，要测量低于1μm的覆层厚度是比较困难的，0.2μm~1μm的覆层厚度还勉强可以用电镀保护层，以及极细的抛光介质通过机械研磨的方法制备出来。但是一旦覆层厚度低于0.2μm，想用机械的方法制备基本是不可能的（通过前期试验证明）。可以说FIB原位加工技术是目前唯一一种可以有效制备0.2μm以下覆层截面的技术，通过结合SEM系统该方法是目前唯一可直观测量0.2μm以下覆层厚度的技术。

1. **标准水平分析**

本标准水平达到国际先进，首先和国际标准对比还未发现将FIB作为制样技术进入标准的先例；另外与国内多个微束分析国家标准对比该标准覆层厚度的可测范围最广，其中采用FIB的制样方法，其制样精度已经等于可测试精度已经达到SEM的可测范围。

1. **与现行法律、法规、强制性国家及相关标准协调情况**

本标准符合现行法律、法规、强制性国家标准的要求。

1. **标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议**

建议该标准为推荐性国家标准。

1. **参考文献**
2. 陆亚伟、周剑雄、柳得橹等.GB/T 17722-1999.金覆盖层厚度的扫描电镜测量方法［S］.
3. NAN YAO. Focused Ion beam Systems-Basics and Applications[M]. Cambridge University Press 2007
4. 张训彪、卢德生、邓保庆等.GB/T 16594-2008.微米级长度的扫描电镜测量方法［S］.
5. 张训彪、曾荣树、廖宗廷等.GB/T 20307-2006.纳米级长度的扫描电镜测量方法［S］.
6. 刘安生、周剑雄、张宜. GB/T 17359-1998.电子探针和扫描电镜X射线能谱定量分析通则［S］.