ICS 77.120.99

H 24

20××-××-××实施

20××-××-××发布

锆及锆合金高低倍组织检验方法

**Microstructure and macrostructure examination**

**for zirconium and zirconium alloys**

（征求意见稿）

YS/T XXXX—20XX

中华人民共和国有色金属行业标准

1. YS
2.

中华人民共和国工业和信息化部 发布

1. 前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本标准起草单位：西安汉唐分析检测有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、广东省工业分析检测中心、宝钛集团有限公司、国合通用测试评价认证股份公司、国核宝钛锆业股份公司。

本标准主要起草人：

锆及锆合金高低倍组织检验方法

1 范围

本标准规定了锆及锆合金高低倍试样的制备、腐蚀要求以及检验结果的判定。

本标准适用于锆及锆合金高低倍组织的检验。

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 6394 金属平均晶粒度测定方法

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

3.1 氢氟酸（*ρ*=1.14 g/mL）。

3.2 硝酸（*ρ*=1.42 g/mL）。

3.3 双氧水（*ρ*=1.10 g/mL）。

3.4 甲醇。

3.5 乙二醇丁醚。

3.6 高氯酸（*ρ*=1.76 g/mL）。

3.7 硫酸（*ρ*=1.83 g/mL）。

3.8 乳酸*（ρ=*1.21 g/mL*）。*

3.9 柠檬酸。

3.10 溶液A：3%～5% 体积分数的氢氟酸（3.1）；21%～30% 体积分数的硝酸（3.2）；其余为水。

3.11 溶液B：3%～5% 体积分数的氢氟酸（3.1）；21%～30% 体积分数的硝酸（3.2）；其余为双氧水（3.3）。

3.12 溶液C：10%～15% 体积分数的氢氟酸（3.1）；45%～50% 体积分数的硝酸（3.2）；其余为水。

3.13 溶液D：65%～70% 体积分数的甲醇（3.4）； 20%～25% 体积分数的乙二醇丁醚（3.5）；其余为高氯酸（3.6）。

3.14 溶液E：10%～12% 体积分数的氢氟酸（3.1）；43%～45% 体积分数的硝酸（3.2）；其余为水。

3.15 溶液F：3%～5% 体积分数的氢氟酸（3.1）；13%～15% 体积分数的硝酸（3.2）；23%～25% 体积分数的硫酸（3.7）；1%～2% 体积分数的双氧水（3.3）；其余为水。

3.16 溶液G：1%～3% 体积分数的硫酸（3.7）；其余为水。

3.17 溶液H：25 mL～30 mL乳酸（3.8）；3 g～5 g柠檬酸（3.9）；100 mL水。

4 仪器

金相显微镜：具备明场、暗场、偏光下的观察及拍照功能，配备计算机处理图像处理软件。

5 低倍组织检验

5.1 试样制备

5.1.1 应从检验产品的横向切取，然后沿纵向切取一半，以便检查横向及纵向表面，试样的横截面厚度应不小于10 mm，表面粗糙度Ra应不大于1.6 μm；或者依据产品协议或者工艺规定进行。

5.1.2 试样制备过程中人身安全及设备与仪器防护注意事项见附录A。

5.2 试样显示

试样应在溶液A（3.10）或溶液B（3.11）中腐蚀足够长时间，以便产生清晰的低倍组织，建议使用擦蚀的方法。

5.3 试样检验

5.3.1 在足够光照条件下目视试样，利用放大镜或者放大倍数小于20×的条件下观察，以检查低倍组织及缺陷，例如裂纹、折叠、夹杂等。

5.3.2 典型低倍图片见附录B。

6 高倍组织检验

6.1 试样制备

6.1.1 试样取样部位和检验方向按照产品标准、工艺规定或者做完低倍认为需要的部位进行，板材试样尺寸为厚度×（10～15）×（10～15）（mm×mm×mm）的长方体试样；棒材试样尺寸为10×（10～15）×（10～15）（mm×mm×mm）；管材试样尺寸为壁厚×（10～15）×（10～15）（mm×mm×mm）。

6.1.2 将待检试样在150#、320#、600#、800#、1000#不同型号的金相砂纸上由粗到细依次进行打磨。在打磨过程中，后一道砂纸打磨需要将前一道砂纸在试样表面产生的磨痕消除，同时应注意试样在后一道砂纸打磨前需要进行清理，避免前一道砂纸沙粒遗留到后一道砂纸上。打磨砂纸时需要加水避免试样过热。制样时要保护好试样的边缘，且不能对试样进行加热加压处理，因此需对试样进行冷镶或者采用夹持的办法制样。

6.1.3 试样抛光

6.1.3.1 机械抛光

把粗磨好的试样用水冲洗干净，在抛光机上进行细磨，抛光到表面平整光亮无划痕、无污染物。

6.1.3.2 化学抛光

试样可选择在溶液C（3.12）中进行化学抛光足够长时间，以便检测面光亮无磨痕。

注1：用竹夹夹持试样，将检验面浸入化学抛光溶液（3.12）中进行抛光。

6.1.3.3 电解抛光

试样可选择在溶液D（3.13）中进行电解抛光，抛光后应保证检测面光亮无磨痕。

注2：将试样置于电解装置的阳极，阴极为不锈钢板，电解抛光参数：电压60 V，时间1 min。

6.1.4 试样制备过程中人身安全及设备与仪器防护注意事项见附录A。

6.2 试样显示

6.2.1 试样腐蚀

试样应在溶液E（3.14）或溶液F（3.15）中腐蚀足够长时间，以便产生清晰的高倍组织，建议使用浸蚀的方法。

6.2.2 阳极氧化

将化学浸蚀后的试样在溶液G（3.16）或溶液H（3.17）中进行阳极氧化。

注3：将试样置于阳极氧化装置的阳极，阴极为不锈钢板，阳极氧化参数：电压30 V～50 V；时间3 s～10 s；温度 15 ℃～35 ℃。

6.3 照相

使用偏光的方式进行照相，放大倍数依据试样显微组织而定，一般选用100×、200×或500×。对有疑问区域进行重点观察。

6.4 晶粒度评定

依据GB/T 6394进行晶粒度评定。

6.5 试样检验

6.5.1 观察试样高倍组织以及确定低倍组织检验时发现的疑点，如客户需要必须对高倍组织进行晶粒度评级。

6.5.2 典型的高倍组织见附录C。

7 试验报告

试验报告至少应给出以下几方面的内容：

——实验对象（牌号、规格、批号、热处理状态）；

——使用的标准（包括发布和出版年号）；

——测试的观察倍数；

——结果；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。

附录A

（规范性附录）

人身和设备与仪器防护

A.1 人身安全

A.1.1 要遵守国家规定的有关安全和劳动保护条例。

A.1.2 操作人员要熟悉所用化学药品的性质。操作时要穿戴好适当的防护装置。

A.1.3 在配制腐蚀剂时，应将酸慢慢倒入水中并搅拌，不应让酸与皮肤接触。

A.1.4 由于强烈反应放出气体，所以必须适当通风。

A.2 设备与仪器防护

A.2.1 装溶液A、B、C、D、E、F、G、H的容器，应当使用聚氯乙烯或者其他相当的材料。

A.2.2 所有夹具支架应当用和硝酸-氢氟酸-硫酸溶液不起反应的材料包覆。

A.2.3 显微镜的物镜会被没有清洗掉的氢氟酸腐蚀。当试样或者镶嵌料有孔时，应仔细去掉酸迹。如有必要可在20 g/L ~ 30 g/L 的碳酸氢钠溶液中漂洗，之后用水清洗并烘干。

附录B

（资料性附录）

低倍组织典型图片

图B.1～图B.6为锆及锆合金的低倍图片，其中图图B.4～图B.6为常见缺陷的低倍。需要时，可选 图B.1～图B.3作为低倍组织的典型图片。根据不同产品类型、规格及用途，应选用不同的组织类型，具体要求应在产品技术条件中确定。

图B.1 铸态（）

图B.2 加工态（）

图B.3 退火态（）

图B.4 裂纹（）

图B.5 折叠（）

图B.6 夹杂（）

附录C

（资料性附录）

高倍组织典型图片

图C.1～图C.7为锆及锆合金的高倍图片，其中图图C.6～图C.7为常见缺陷的高倍。需要时，可选图C.1～图C.5作为高倍组织的典型图片。根据不同产品类型、规格及用途，应选用不同的组织类型，具体要求应在产品技术条件中确定。

图C.1 铸态（）

图C.2 加工态（）

图C.3 退火态（）

图C.4 退火态（）

图C.5 退火态（）

图C.6 缺陷（）

图C.7 缺陷（）