

ICS 77.120.99

CCS H 14

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX—20XX

钛合金组织定量分析方法

Microstructure quantitative analysis for titanium alloys

(预审稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前　　言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本标准为首次制定。

钛合金组织定量分析方法

1 范围

本文件描述了采用扫描电镜对钛合金进行组织定量分析的方法。

本文件适用于钛合金的初生 α 相含量、 β 相含量以及 α 相片层厚度的测量分析，也适用于增材制造钛合金初生 α 相含量、 β 相含量以及 α 相片层厚度的测量分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文将必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件。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 5168 钛及钛合金高低倍组织检验方法

GB/T 23414 微束分析 扫描电子显微术 术语

GB/T 27788 微束分析 扫描电镜 图像放大倍率校准导则（ISO 16700：2004IDT）

JJF 1916 扫描电子显微镜校准规范

3 术语和定义

GB/T 5168、GB/T 23414 界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法原理

4.1 体式学原理

体式学（Stereology），由二维截面或投影面上的图像特征参数复原（或推证）三维空间图像形貌的科学。依据体视学原理，由金相试样磨面上测量和计算出的二维参量可确定三维空间中物相的体积百分数。

体视学互换公式见式（1）：

$$V=A \quad (1)$$

式中：

V待测相体积百分比，%

A待测相面积百分比，%

4.2 图像分析法原理

通过图像分割技术和数据处理系统，自动测量相面积百分比A，根据式（1）中V=A计算待测相体积含量。

5 仪器设备

5.1 扫描电镜（配置X射线能谱仪及EBSD装置）：扫描电镜应按JJF 1916校准，其测长示值误差不超过±5%，正交畸变不超过0.5°，线性失真度小于10%，同时应按GB/T 27788校准放大倍率。

- 5.2 金相磨抛机。
- 5.3 具有图像识别、统计功能的图像分析软件。
- 5.4 金相镶嵌材料，砂纸、磨抛材料。
- 5.5 化学试剂，按照GB/T 5168中试剂规定执行。

6 样品

- 6.1 试样取样、粗加工及机械抛光按照 GB/T 5168 的规定执行。
- 6.2 推荐试样尺寸：边长10mm~20 mm，高度10mm~20 mm为宜。
- 6.3 试样如需镶嵌，宜采用导电粉镶嵌。非导电粉镶嵌的试样，可在试样边部粘贴导电胶带与样品座相连或对试样表面喷镀导电膜，以保证检验面导电良好。
- 6.4 试样如需腐蚀，按照GB/T 5168的规定执行。

注：测量初生 α 相的试样，宜深腐蚀，使初生 α 相轮廓清晰，与原始 β 晶粒区分开来。测量残余 β 相时，宜浅腐蚀，防止腐蚀过深导致 β 相出现立体形貌，使得图像中 β 相的面积大于实际面积，影响结果的准确性。

- 6.6 试样表面应洁净、干燥、无外来沾污，腐蚀后的试样应 α 、 β 两相轮廓线清晰，衬度明显。

7 试验步骤

- 7.1 根据试验项目设置适合的加速电压、束流、工作距离。加速电压宜选择 15 kV~25kV。宜选择能清晰观察试样组织形貌的工作距离。

- 7.2 腐蚀过的试样宜选择二次电子图像模式进行观察拍照，未腐蚀的样品选择背散射电子图像模式进行观察拍照。推荐采用二次电子图像模式拍照统计 α 、 β 两相含量。

- 7.3 从低到高选择不同放大倍数进行组织观察，依据产品技术要求或样品组织，选择合适的放大倍数。

注1：初生 α 相含量测定，应在能清晰分辨最小初生 α 相的放大倍数，每一视场宜包含 100~300 个初生晶粒，应避免视场间的重叠。

注2： β 相含量测定，应在能清晰分辨最小 β 相的放大倍数，每一视场宜包含 50~100 个初生晶粒。应避免视场间的重叠。

注3： α 相片层厚度测量，应在能清晰分辨最小片层边界和形貌的放大倍数。

- 7.4 应选择具有代表性的视场拍照，拍照时宜选择慢扫模式，获得低噪音、背底干净的图片。拍摄的照片 α 、 β 两相应具有明显衬度，如图 1 所示。

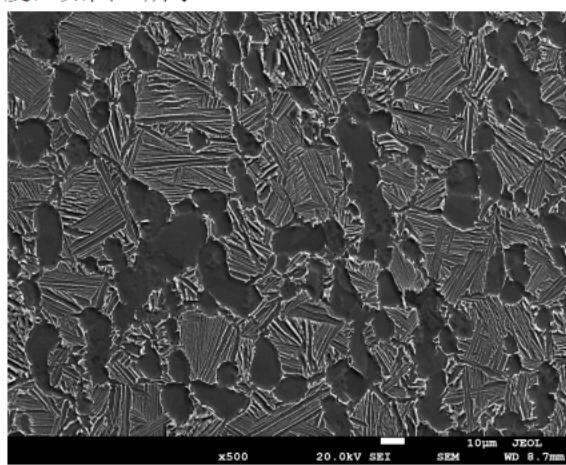


图1 TC4棒材组织图示

8 结果分析

8.1 图像预处理

在图像软件中打开待分析照片，选择测量区域，自动调整衬度亮度使照片达到最佳平衡；如图像背景有明显噪音，先对图像除噪，消除噪声和拍照亮度局部不均匀的影响。

8.2 初生α相含量测定

8.2.1 手动法：在图像分析软件中，手动填充初生α相区域，自动识别计算填充区域所占图像面积百分数，得出初生α相的百分含量。

8.2.2 软件自动法：对图像灰度进行阈值分割，利用α相与β相的灰度差，提取出所有初生α相；采用分割方法区分相连的初生α相与次生α相，设置尺寸限制过滤选定的次生α相。自动计算选定区域所占图像面积百分数，得出初生α相的百分含量。

8.2.3 测量视场一般不少于5个，不均匀样品应根据不均匀情况增加拍摄视场数量。

8.2.4 初生α相百分含量为多个视场的平均值。

8.2.5 初生α相含量测量示例见附录A。

8.3 β相含量测定

8.3.1 在图像分析软件中对图像灰度进行阈值分割，利用α相与β相的灰度差，自动识别提取亮度较大的β相，计算β相百分含量。

8.3.3 测量视场一般不少于5个，不均匀样品应根据不均匀情况增加拍摄视场数量。

8.3.2 β相百分含量为多个视场的平均值。

8.3.4 β相含量的测量示例见附录B。

注：当片层较细，α与β相的边界无法清晰区分时，本方法不适用。

8.4 片层厚度测定

8.4.1 在扫描电镜下直接测量或采用图像软件核定标尺后测量。

8.4.2 选择片层清晰的β相晶粒，沿着片层的垂直方向拉线测量多个片层厚度，除以片层数量，获得该区域的片层厚度。

8.4.3 片层厚度测量示例见附录C。

9 试验结果

初生α相、β相含量、片层厚度测量值的算数平均值和标准差按(2)和式(3)计算，计算结果保留3位有效数字。

$$\underline{V}_y \equiv \frac{\sum_{i=1}^n V_{yi}}{n} \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_{yi} - \underline{V}_y)^2}{n-1}} \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中：

\underline{V}_y —初生α相、β相含量、片层厚度的算数平均值；

V_{yi} —初生α相、β相含量、片层厚度的算数平均值；

n—试样数；

s—标准差。

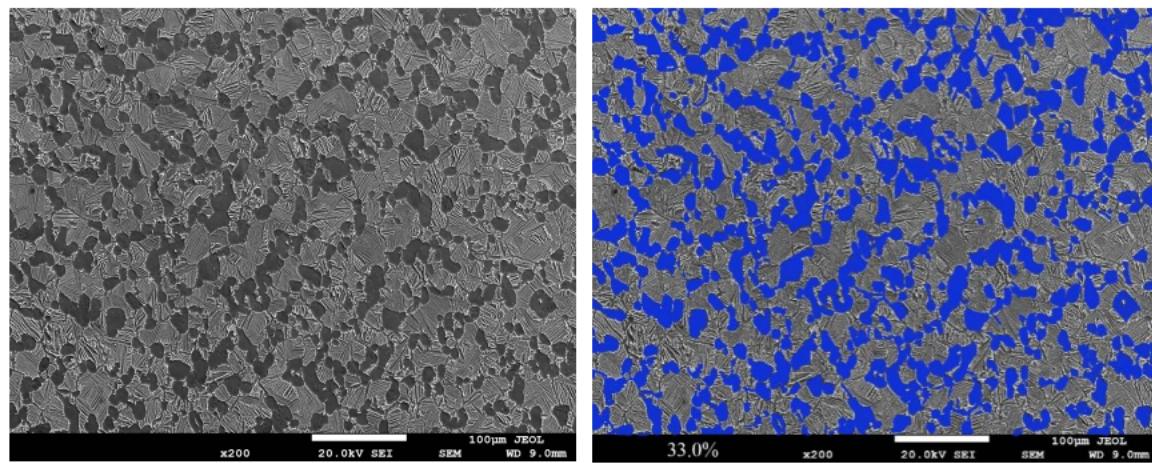
10 试验报告

试验报告应至少包括以下内容：

- a) 试样名称;
- b) 试样来源;
- c) 牌号、状态、规格;
- b) 使用仪器的型号;
- c) 设备工作参数（工作电压、工作距离、观察模式）；
- d) 试验结果;
- e) 本文件编号;
- f) 试验者、审核者;
- g) 试验日期。

附录 A

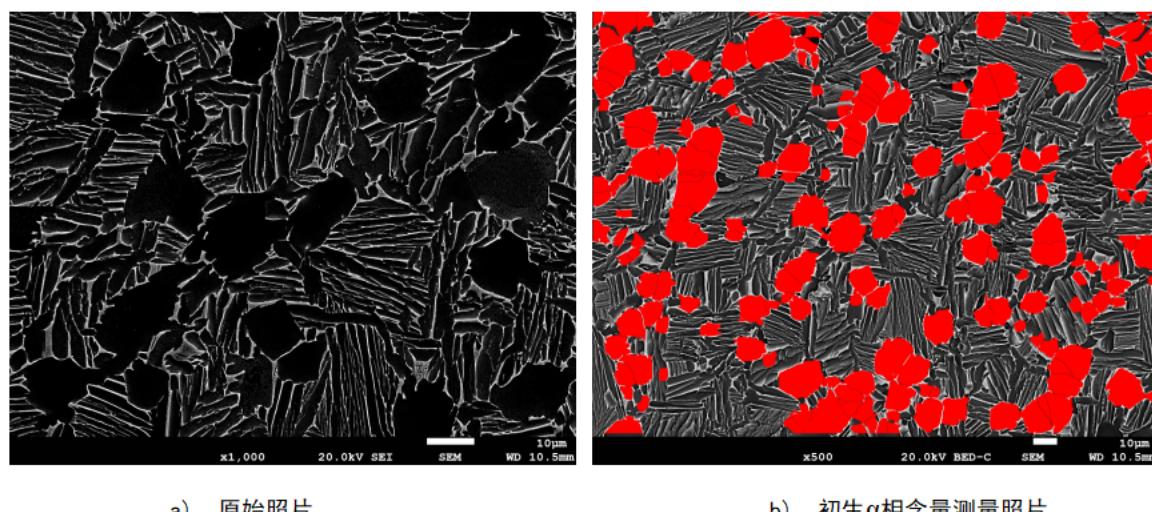
(资料性)

初生 α 相含量测量示例初生 α 相加引导语

a) 原始照片

b) 初生 α 相测量照片

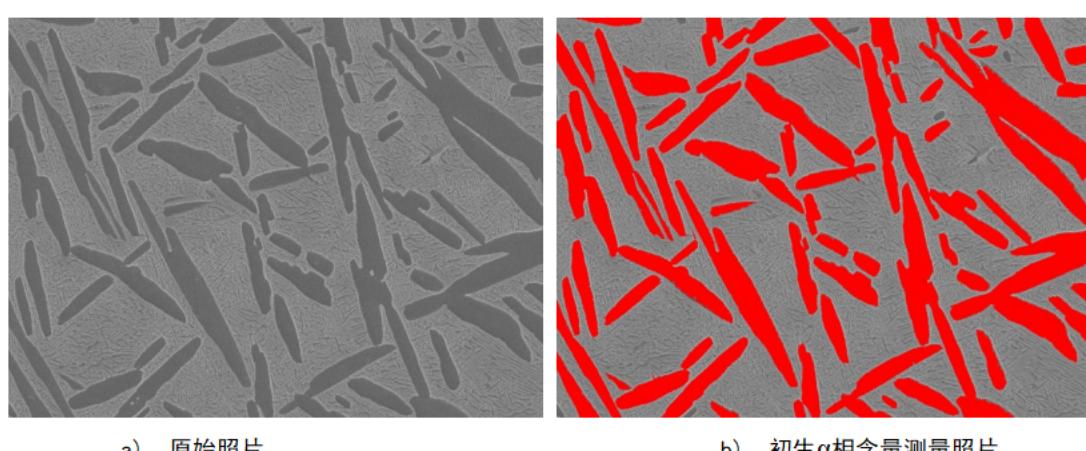
图A.1 TC4棒材



a) 原始照片

b) 初生 α 相含量测量照片

图A.2 T6242棒材



a) 原始照片

b) 初生 α 相含量测量照片

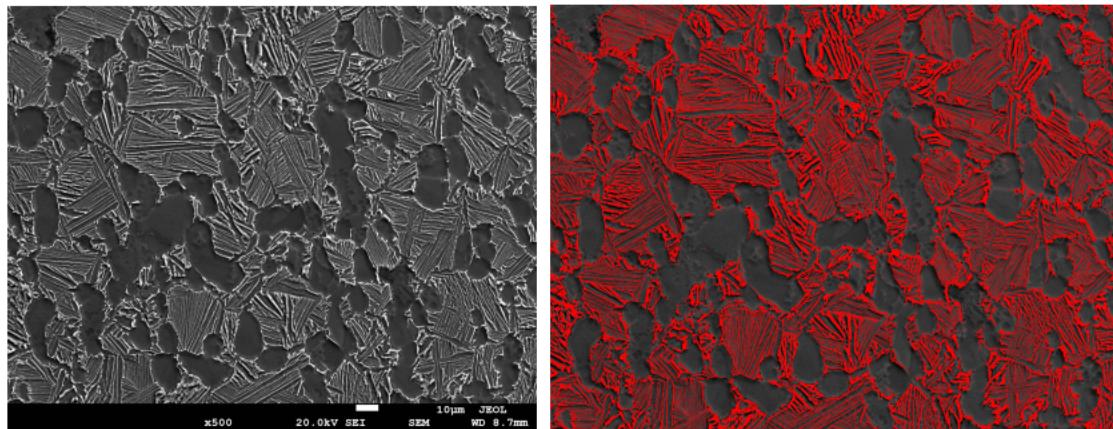
图A.3 增材制造后热处理TC17试样

附录 B

(资料性)

 β 相含量测量示例

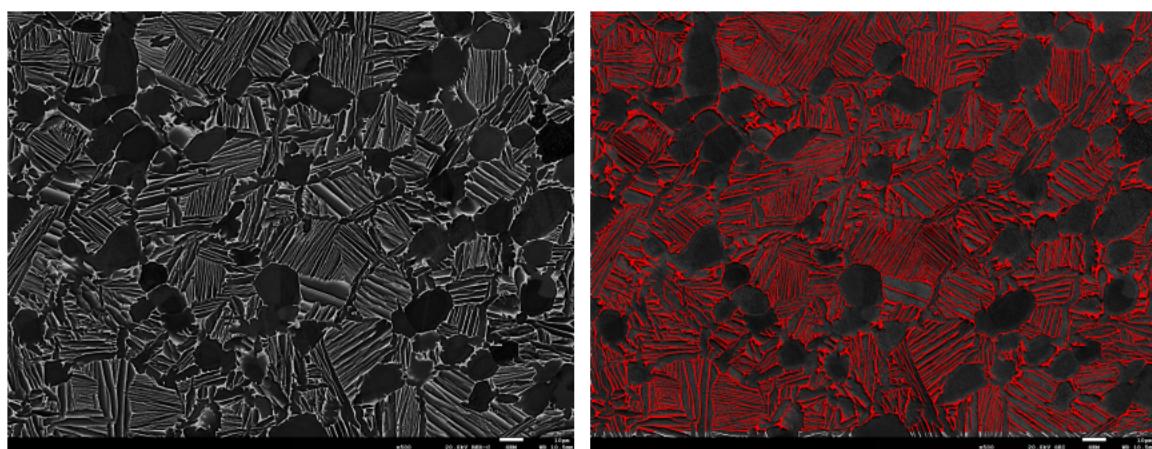
加引导语



a) 原始照片

b) β 相含量测量照片

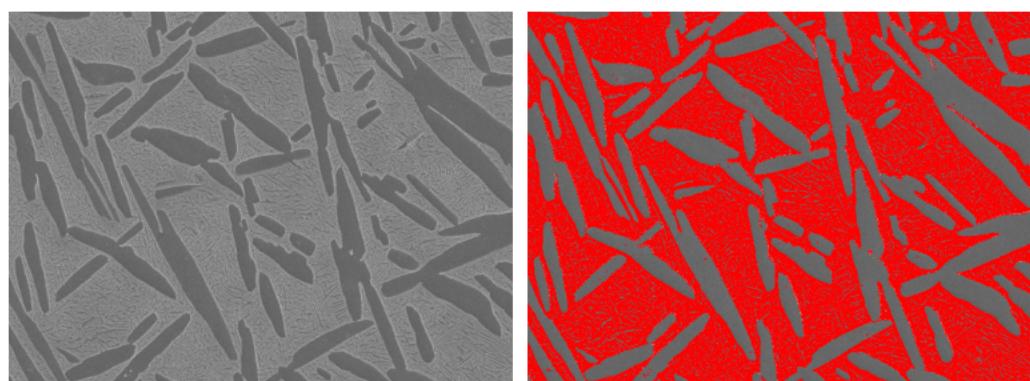
图B. 1 TC4棒材



a) 原始照片

b) β 相含量测量照片

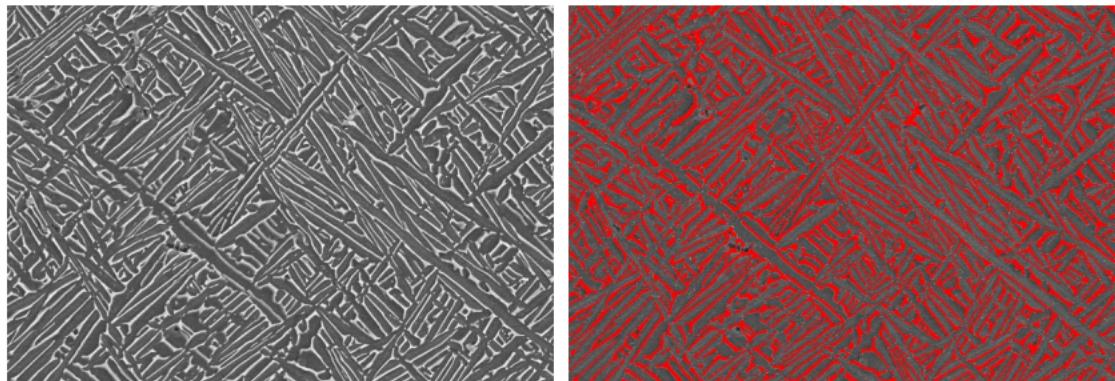
图B. 2 T6242棒材



a) 原始照片

b) β 相含量测量照片

图B. 3 增材制造后热处理TC17试样



a) 原始照片

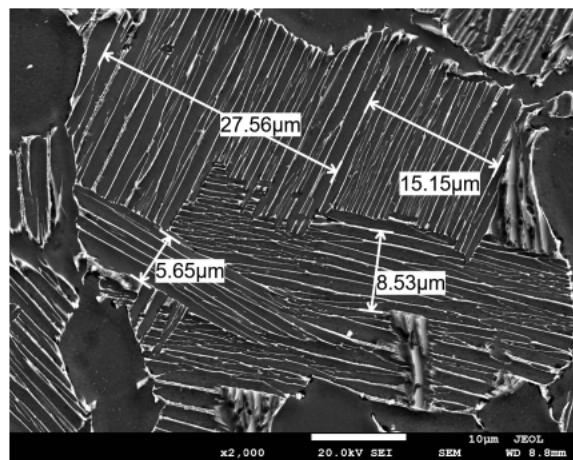
b) β 相含量测量照片

图B. 4 增材制造TA15试样

附录 C

(资料性)

片层厚度测量示例



a) 示例1

图C. 1 TC4棒材 a 片层厚度测量