

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX—20XX

钪及钪合金高低倍组织检验方法

Microstructure and macrostructure examination for hafnium and hafnium alloy

(送审稿)

20XX-XX-XX发布

20XX-XX-XX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》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

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：西安汉唐分析检测有限公司、西安诺博尔稀贵金属股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、西部超导材料科技股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、钢研纳克检测技术股份有限公司、国核锆铪理化检测有限公司、陕西亿创钛锆检测有限公司。

本文件主要起草人：王松茂、权伟、贾志强、刘淑凤、朱静、史小云、马文花、孙晓飞、张天广、杨艳、马昱旻、邓巧娟。



# 铅及铅合金高低倍组织检验方法

## 1 范围

本文件规定了铅及铅合金高低倍样品的制备，浸蚀以及组织检验方法。  
本文件适用于铅及铅合金高低倍组织的检验。

## 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件必不可少的条款。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 6394 金属平均晶粒度测定方法

GB/T 13298 金属显微组织检验方法

## 3 术语和定义

GB/T 6394 界定的术语和定义适用于本文件。

## 4 原理

低倍组织检验是选用合适的浸蚀剂显现铅及铅合金样品宏观组织，通过目视、放大镜或者在放大倍数不高于20倍的条件下检查形貌特征。高倍组织检验是选用合适的浸蚀剂显现铅及铅合金样品显微组织，利用金相显微镜对铅及铅合金材料微观组织特征进行分析及鉴别。

## 5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

5.1 浸蚀剂 A: (5%~15%) 体积分数的氢氟酸 ( $\rho=1.14 \text{ g/mL}$ )，(35%~55%) 体积分数的硝酸 ( $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ )，其余为水。

5.2 浸蚀剂 B: (5%~15%) 体积分数的氢氟酸 ( $\rho=1.14 \text{ g/mL}$ )，(35%~55%) 体积分数的硝酸 ( $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ )，其余为过氧化氢 ( $\rho=1.10 \text{ g/mL}$ )。

5.3 抛光液 A: 10%体积分数的高氯酸 ( $\rho=1.76 \text{ g/mL}$ )，90%体积分数的冰乙酸 ( $\rho=1.04 \text{ g/mL}$ )。

5.4 抛光液 B: 4%体积分数的氢氟酸 ( $\rho=1.14 \text{ g/mL}$ )，9%体积分数的硝酸 ( $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ )，87%体积分数的甘油 ( $\rho=1.26 \text{ g/mL}$ )。

5.5 抛光液 C: 金刚石抛光液，粒径  $1 \mu\text{m}$ 。

5.6 阳极氧化液: (1%~3%) 体积分数的硫酸 ( $\rho=1.83 \text{ g/mL}$ )，其余为水。

## 6 仪器设备

6.1 磨抛机或自动磨抛机。

6.2 金相显微镜：具备明场、偏振光下观察及拍照功能，配备计算机图像处理软件。

6.3 稳压直流电源：电压可调范围 0 V~50 V。

## 7 样品

### 7.1 低倍样品

应从产品的横向切取，然后沿纵向切取一半，以便检查横向及纵向组织。样品切取过程中，应避免样品表面及内部组织发生变化。样品的横截面厚度不宜小于 10 mm，表面粗糙度  $R_a$  不应大于 1.6  $\mu\text{m}$ 。

### 7.2 高倍样品

7.2.1 样品取样部位和检验方向应根据产品标准、技术协议或低倍组织检验结果进行。推荐的样品尺寸如下：

a) 板材： $\delta$  (厚度)  $\times$  (10 mm~15 mm)  $\times$  (10 mm~15 mm)；

b) 棒材：(10 mm~15 mm)  $\times$  (10 mm~15 mm)  $\times$  (10 mm~15 mm)；

c) 管材： $d$  (壁厚)  $\times$  (10 mm~15 mm)  $\times$  (10 mm~15 mm)；

d) 箔材： $\delta$  (厚度)  $\times$  (10 mm~15 mm)  $\times$  (10 mm~15 mm)。

7.2.2 对于丝材、形状不规则或尺寸偏小的产品，宜采用镶样的方法制备样品。

## 8 试验步骤

### 8.1 低倍组织检验

#### 8.1.1 样品浸蚀

浸蚀前应对受检表面进行检查，可进行除油或光亮处理，确保表面无损伤及污染。宜采用浸蚀剂 A (5.1) 或浸蚀剂 B (5.2) 对样品进行浸蚀，保证检测面能显示出清晰的低倍组织。浸蚀过程中要水浴冷却。样品浸蚀后用干净的流水冲洗，除去浸蚀产物及污迹后，吹干。

#### 8.1.2 检验

8.1.2.1 在足够光照条件下目视样品、利用放大镜或者在放大倍数不高于 20 倍的条件观察，以检查低倍组织及缺陷，例如裂纹、折叠、气孔、缩尾、夹杂等。必要时，对低倍组织进行照相。

8.1.2.2 典型低倍组织图片见附录 A。

### 8.2 高倍组织检验

#### 8.2.1 样品预磨

按照 GB/T 13298 描述的方法研磨样品。将待检样品在不同型号金相水砂纸上由粗到细依次打磨。砂纸打磨样品时需要用水冷却。

#### 8.2.2 样品抛光

抛光样品上的磨痕，且无制样缺陷。样品抛光可采用化学抛光或电解抛光，亦可采用机械抛光。制样时要保护好样品的边缘，且不能对样品进行加压处理。

##### 8.2.2.1 化学抛光

宜采用浸蚀剂 A (5.1) 或浸蚀剂 B (5.2) 对样品进行化学抛光。可采用浸蚀或擦蚀的方法，擦

拭时每次 2 s~3 s，反复多次。抛光过程中要水浴冷却。

#### 8.2.2.2 电解抛光

宜采用抛光液 A (5.3) 或抛光液 B (5.4) 对样品进行电解抛光。将样品置于稳压直流电源 (6.3) 的阳极，阴极为不锈钢板。采用抛光液 A 的电解抛光参数：电压 12 V~18 V，时间 30 s~120 s。采用抛光液 B 的电解抛光参数：电压 9 V~12 V，时间 1 min~10 min。

#### 8.2.2.3 机械抛光

将研磨后的样品置于磨抛机 (6.1) 上进行机械抛光。机械抛光推荐使用抛光液 C (5.5)。

#### 8.2.3 样品浸蚀

宜采用浸蚀剂 A (5.1) 对样品进行浸蚀，保证检测面能显示出清晰的高倍组织。浸蚀过程中要水浴冷却。

注：采用化学抛光、电解抛光后的样品，不必进行样品浸蚀。

#### 8.2.4 阳极氧化

宜采用阳极氧化液 (5.6) 对样品进行阳极氧化。阳极氧化参数：电压 30 V~50 V，时间 3 s~10 s，温度 5 ℃~40 ℃。

注：退火后等轴化较好的横向组织不必进行阳极氧化；纵向显微组织都需要进行阳极氧化。

#### 8.2.5 检验

8.2.5.1 宜采用偏光方式由低到高选择不同放大倍数进行观察和照相。放大倍数依据样品高倍组织而定，宜选用 100 倍、200 倍或者 500 倍。

8.2.5.2 观察样品高倍组织，应重点观察低倍组织检验中的疑问区域。

8.2.5.3 典型高倍组织图片见附录 B。

### 9 试验数据处理

9.1 高低倍检验结果应依据产品标准或者技术协议相关要求表述。

9.2 按照 GB/T 6394 的规定评定晶粒度。

### 10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象（试样名称、牌号、规格、批号、热处理状态）；
- 本文件编号；
- 放大倍数；
- 结果；
- 试验日期。

附录 A  
(资料性)  
典型低倍组织图片

图 A.1~图 A.3 为铈及铈合金的典型低倍组织图片。



图 A.1 H01 棒材低倍组织



图 A.2 H01 棒材低倍组织 (心部腐蚀坑较多)





图 A.3 H01 棒材低倍组织（铸锭）

附录 B  
(资料性)  
典型高倍组织图片

图 B.1~图 B.16 为铅及铅合金的典型高倍组织图片。



图 B.1 H01 高倍组织 (纵向)

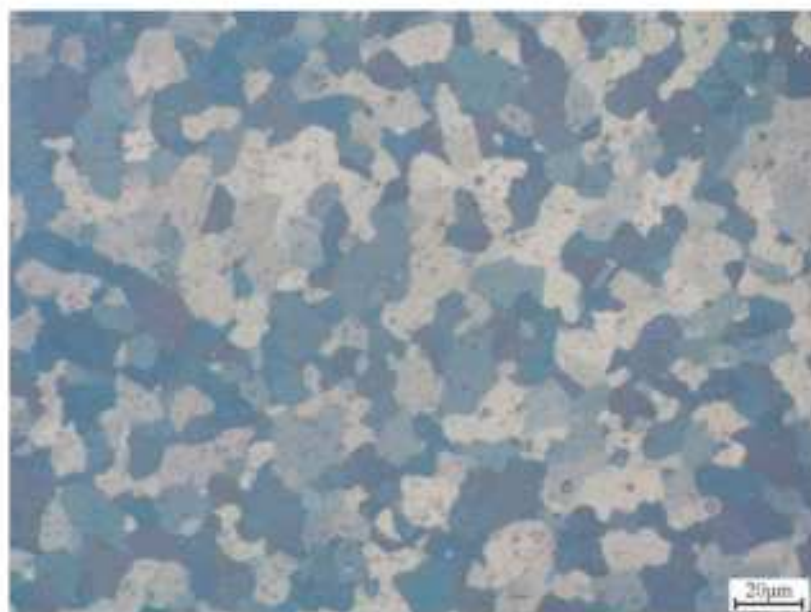


图 B.2 H01 高倍组织 (腐蚀坑较多)

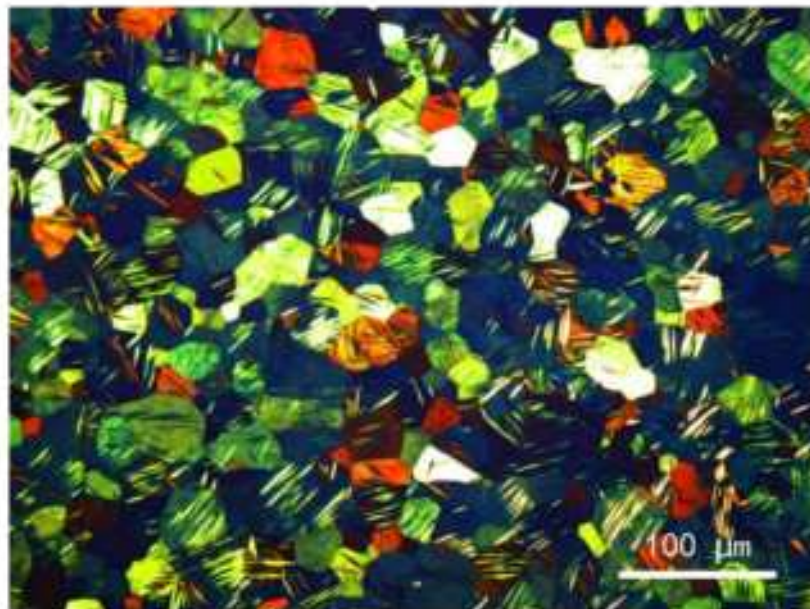


图 B.3 H01 高倍组织（大量孪晶）



图 B.4 H01 高倍组织（未完全再结晶）

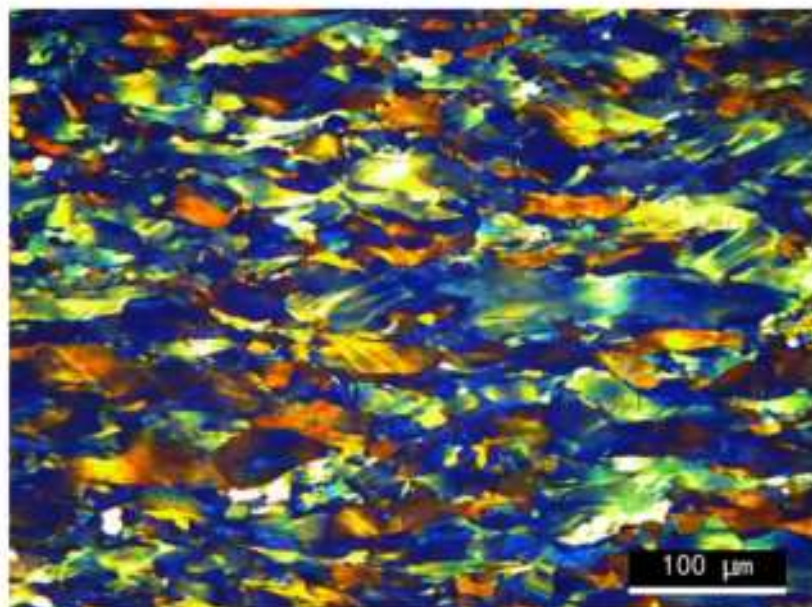


图 B. 5 H01 高倍组织（未完全再结晶）



图 B. 6 H01 高倍组织（部分未完全再结晶）



图 B.7 高倍组织（锻造 R 态）

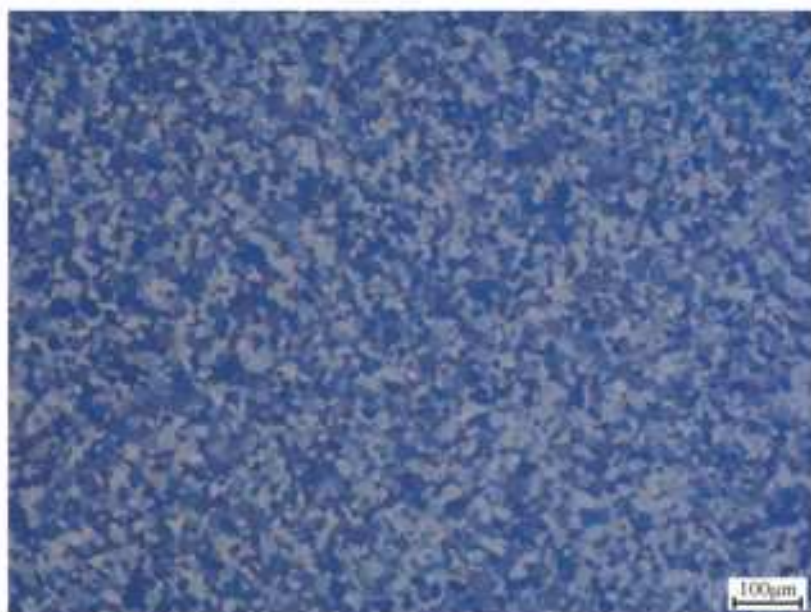


图 B.8 高倍组织（挤压 R 态）

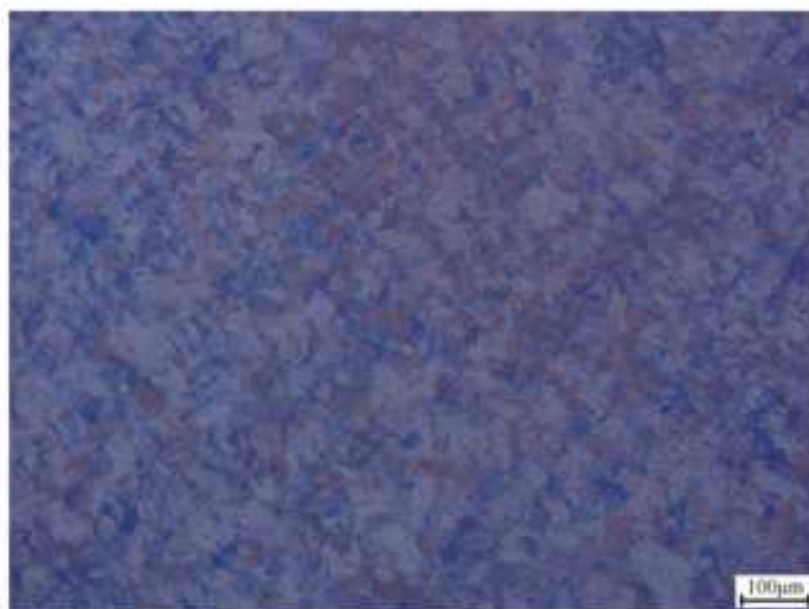


图 B.9 高倍组织（精锻 R 态）



图 B.10 高倍组织（冷旋锻 Y 态）



图 B.11 高倍组织（铸锭 Z 态）



图 B.12 高倍组织（铅管横向）



图 B.13 高倍组织（铅管纵向）

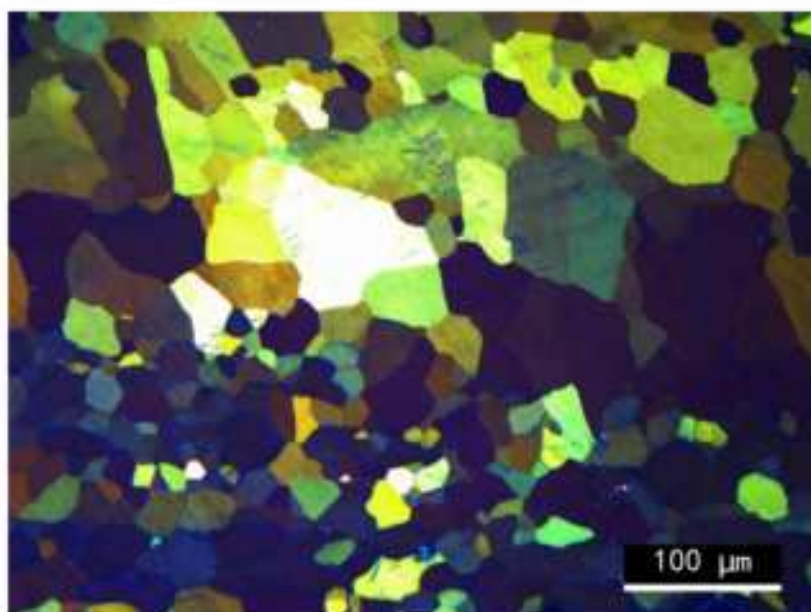


图 B.14 H01 高倍组织（局部晶粒长大）



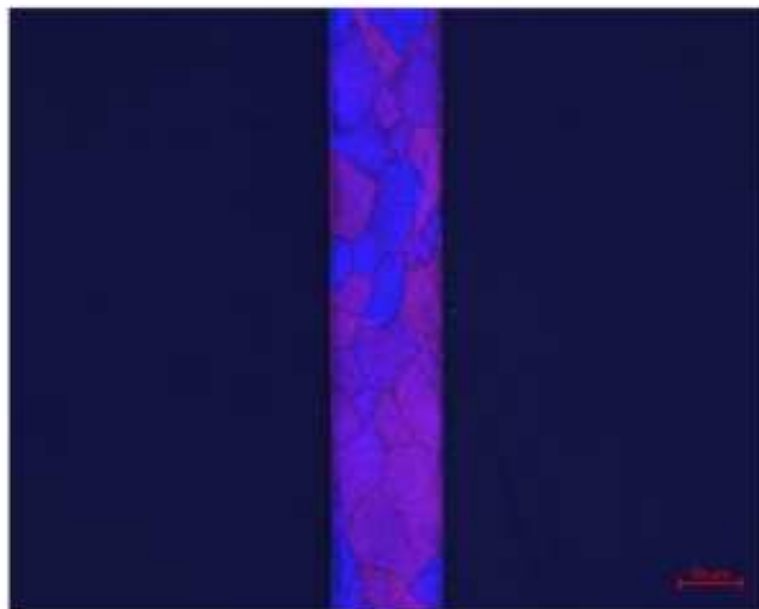


图 B.15 箔材 M 态高倍组织



图 B.16 箔材（边部存在裂纹）