

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

(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》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检验钛合金组织形貌，并对其组织进行定量分析的方法。

本文件适用于钛合金的微观组织形貌检验、初生 α 相含量、 β 相含量以及片状 α 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件将必不可少的条款。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 6611 钛及钛合金术语和金相图谱

GB/T 8170 数字修约规则与极限数值的表示和判定

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 6611、GB/T 23414 界定的术语和定义适用于本文件。

3.1 初生 α 相含量

钛合金中初生 α 相所占的体积百分数。

3.2 β 相含量

钛合金中 β 相所占的体积百分数。

3.3 片状 α 片层厚度

钛合金中片状 α 在二维图像中的片层厚度。

4 方法原理

4.1 扫描电镜分析原理

利用电子束扫描试样表面时激发出的二次电子、背散射电子信号，经处理后获得二次电子图像、背散射电子图像，反映试样表面相分布、缺陷等组织形貌特征。

4.2 图像分析法原理

利用扫描电镜图像中不同相呈现的明暗衬度，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，根据体积百分比与面积百分比的等同关系得出待测相体积含量。

5 试剂或材料

- 5.1 化学试剂，按照GB/T 5168中试剂规定执行。
- 5.2 金相镶嵌材料，砂纸、磨抛材料。
- 5.3 导电胶带。

6 仪器设备

- 6.1 扫描电镜（配置X射线能谱仪）：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。
- 6.2 制样设备（试样切割机、镶嵌机、磨抛机、电解抛光腐蚀设备等）。
- 6.3 具有图像识别、统计功能的图像分析软件。

7 样品

- 7.1 推荐试样尺寸：边长10~20 mm，高度10~20 mm为宜。
- 7.2 试样取样及制样按照GB/T 5168的规定执行。
- 7.3 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。
- 7.4 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 β 相区分开来。测量 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。

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

8 试验步骤

8.1 形貌观察

- 8.1.1 根据试验目的设置适合的加速电压、束流、工作距离。加速电压宜选择15 kV~25 kV。宜选择能清晰观察试样组织形貌的工作距离。
- 8.1.2 可对比背散射电子及二次电子两种图像模式，选择衬度明显的图像模式观察。
- 8.1.3 依据产品技术要求或样品组织，选择适宜倍数拍摄组织形貌照片，初生 α 相及 β 相含量测定建议在200、500、1000倍拍照，片状 α 片层厚度测量建议在1000、2000、5000倍拍照。应避免视场间的重叠。
 - 8.1.4 a) 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100~200个晶粒。
 - 8.1.5 b) 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个晶粒。
 - 8.1.6 c) 片状 α 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。
- 8.1.7 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、背景干净的图片。拍摄的照片 α 、 β 两相应轮廓清晰，具有明显衬度，如图1所示。

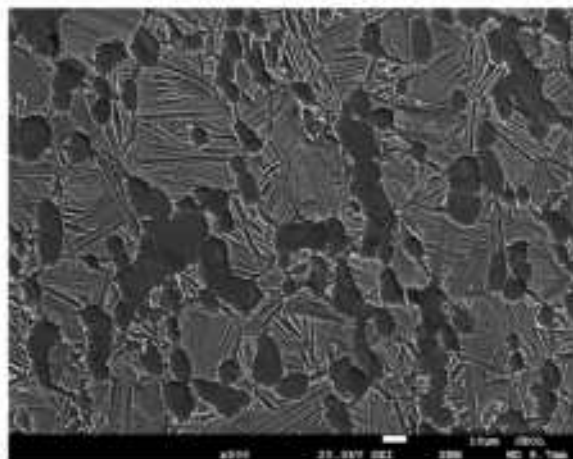


图1 TC4棒材二次电子形貌图示

8.2 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。

8.3 初生 α 相含量测定

8.3.1 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。

8.3.2 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；必要时，可采用腐蚀、膨胀、分离、尺寸过滤等功能分割次生 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。

8.3.3 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。

8.3.4 初生 α 相百分含量为多个视场的平均值。

8.3.5 初生 α 相含量测量示例见附录A。

8.4 β 相含量测定

8.4.1 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。

8.4.2 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。

8.4.3 β 相百分含量为多个视场的平均值。

8.4.4 β 相含量的测量示例见附录B。

8.5 片状 α 片层厚度测定

8.5.1 在扫描电镜下直接测量或采用图像软件核定标尺后测量。

8.5.2 选择片状 α 形貌清晰的区域，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。

8.5.3 片状 α 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、片状 α 片层厚度测量值的算数平均值按式(1)计算，计算结果保留3位有效数字。

$$V_V = \frac{\sum_{i=1}^n V_{Vi}}{n} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_V —初生 α 相、 β 相含量、片状 α 片层厚度的算数平均值；

V_{Vi} —第 i 个视场中初生 α 相、 β 相含量、片状 α 片层厚度的测量值；

n —测量的视场数。

10 试验报告

试验报告应至少包括以下内容：

a) 试样名称、牌号、状态、规格、来源；

b) 使用仪器的型号

设备工作参数（工作电压、观察模式）；

c) 试验结果；

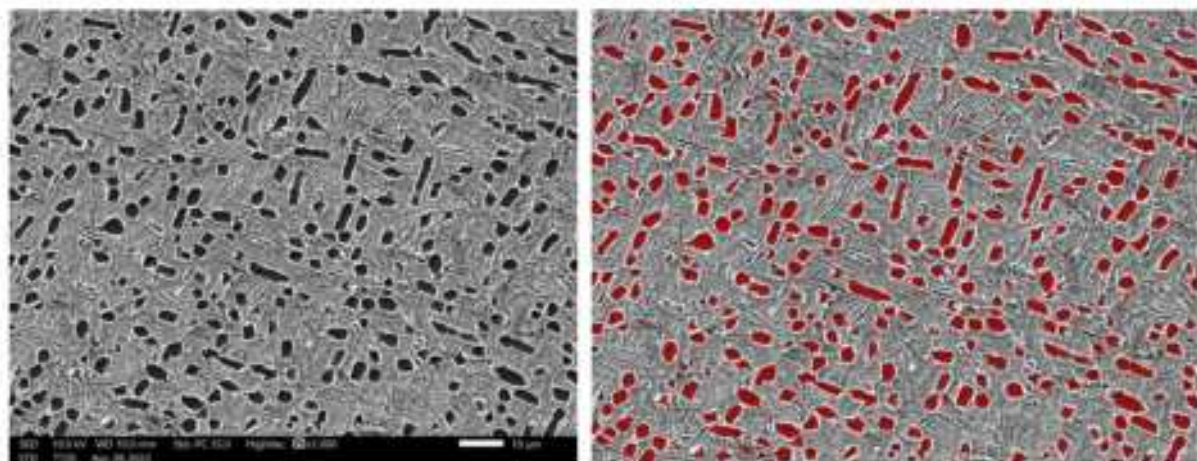
b) 本文件编号；

d) 试验者、审核者；

e) 试验日期。

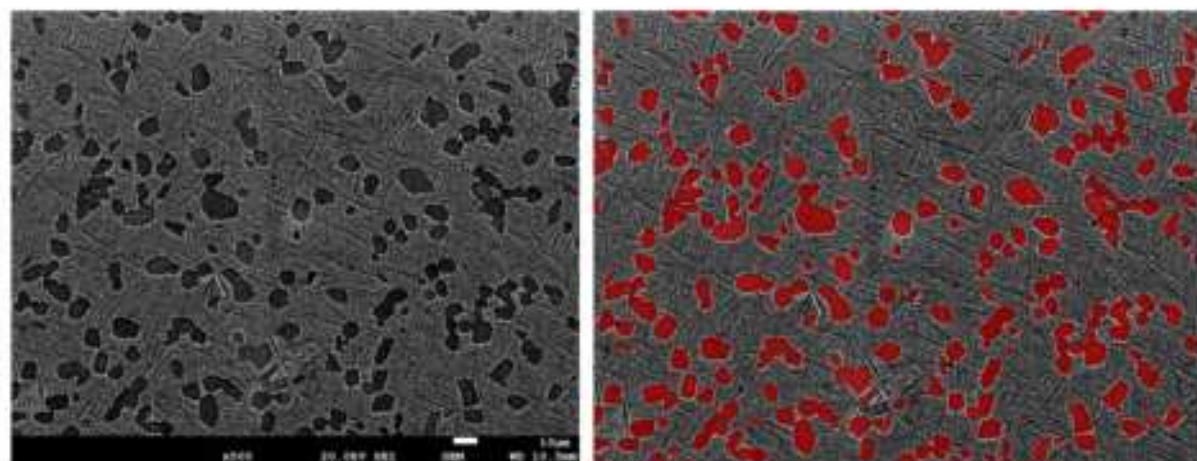
附录 A

(资料性)

初生 α 相含量测量示例钛合金不同初生 α 相含量典型图谱见图 A.1~A.10。

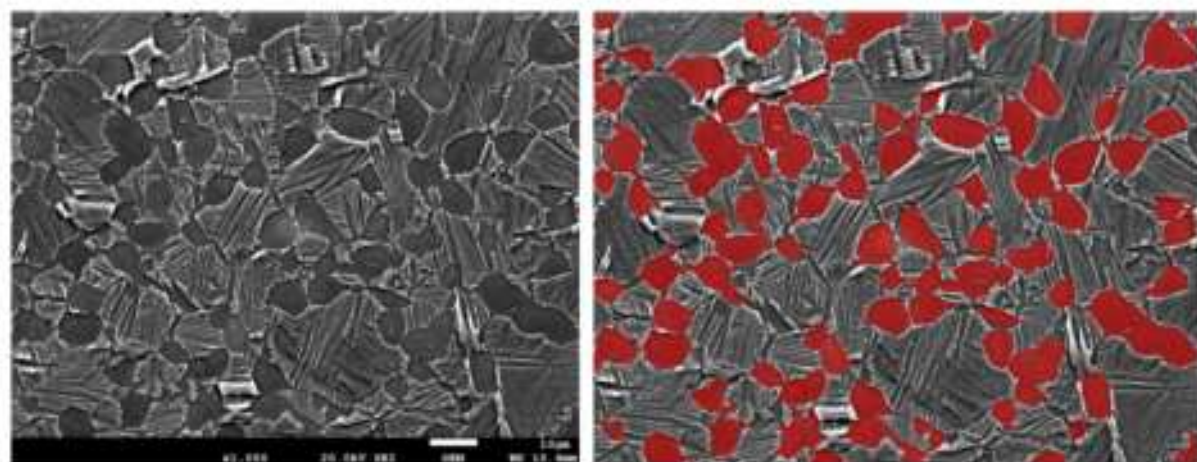
a) 原始照片

b) 测量照片

图A.1 初生 α 相含量15%

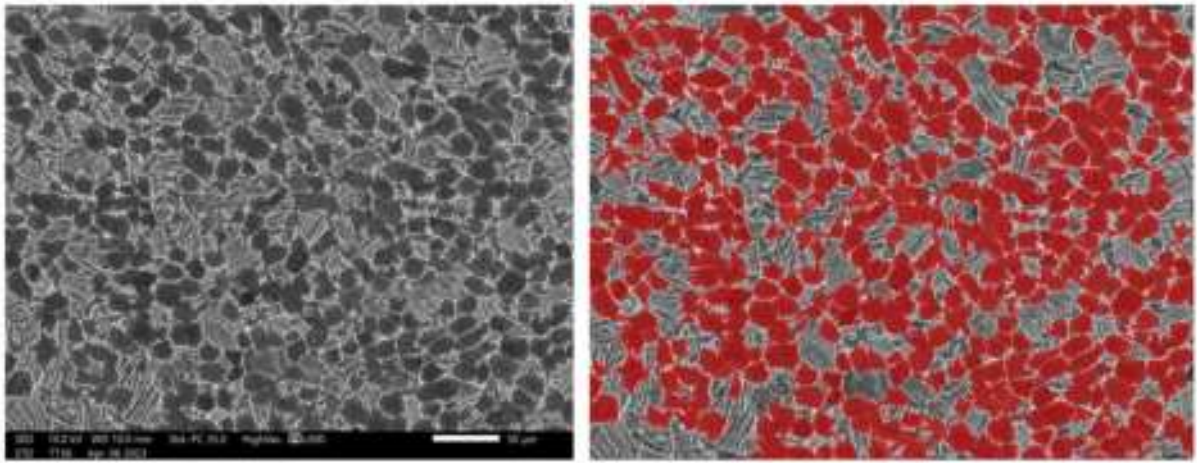
a) 原始照片

b) 测量照片

图A.2 初生 α 相含量20%

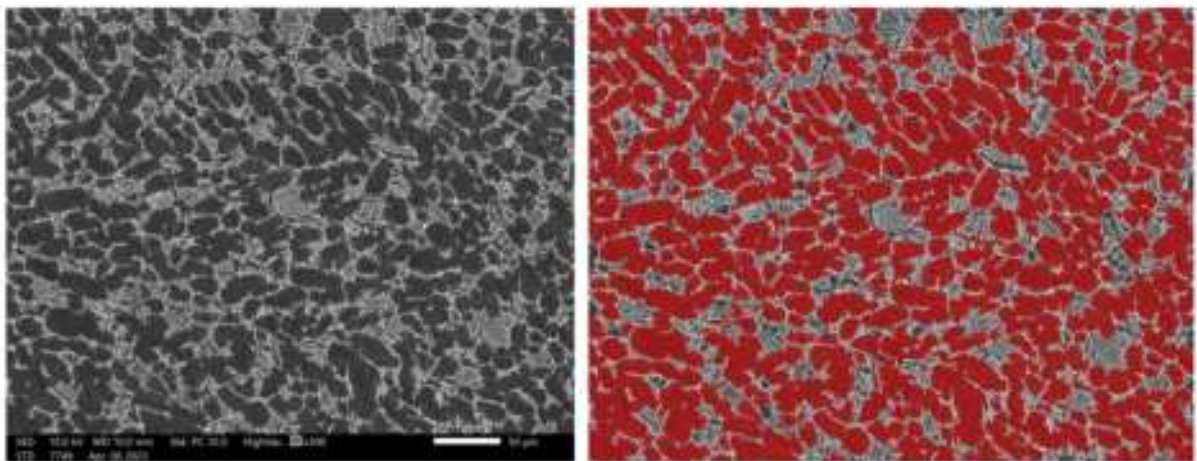
a) 原始照片

b) 测量照片

图A.3 初生 α 相含量30%

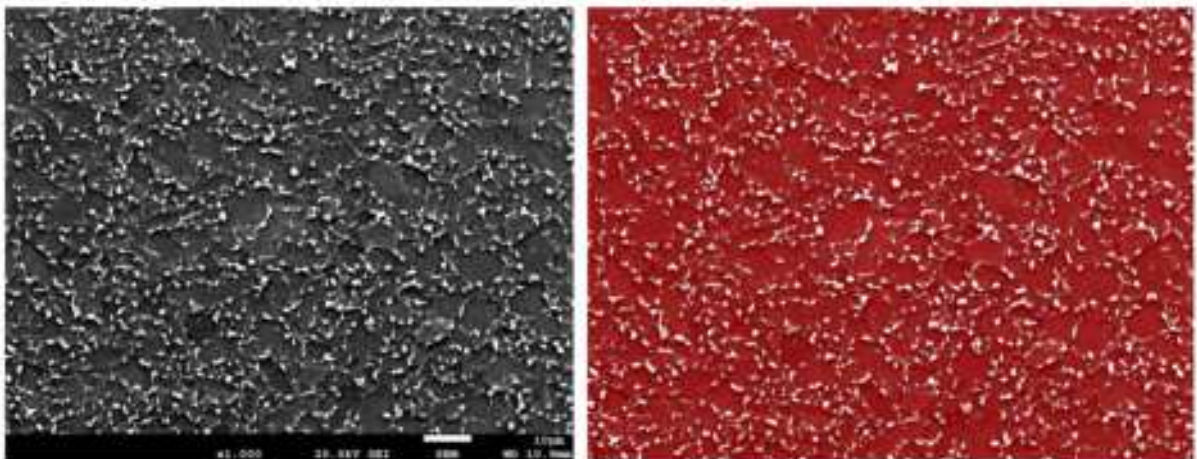
a) 原始照片

b) 测量照片

图A.4 初生 α 相含量55%

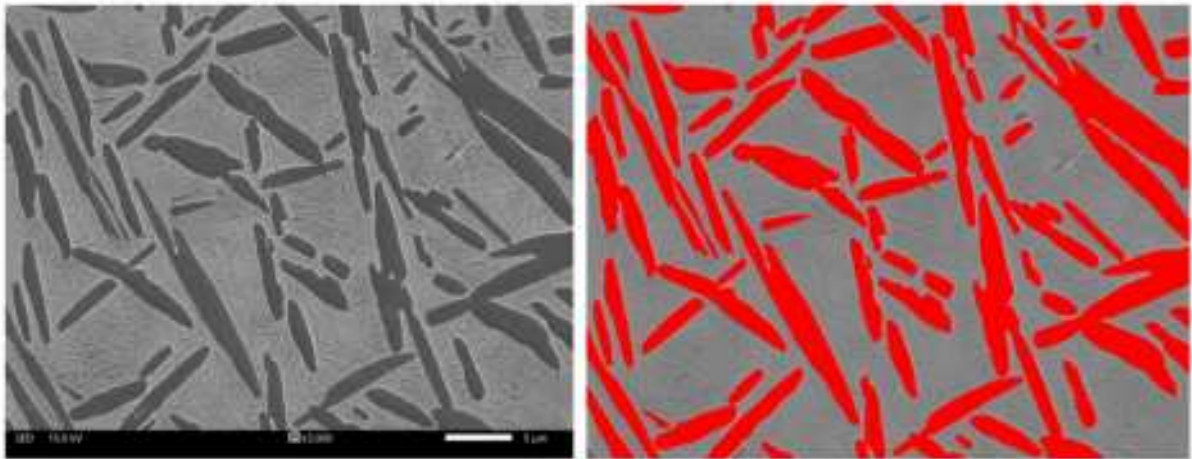
a) 原始照片

b) 测量照片

图A.5 初生 α 相含量65%

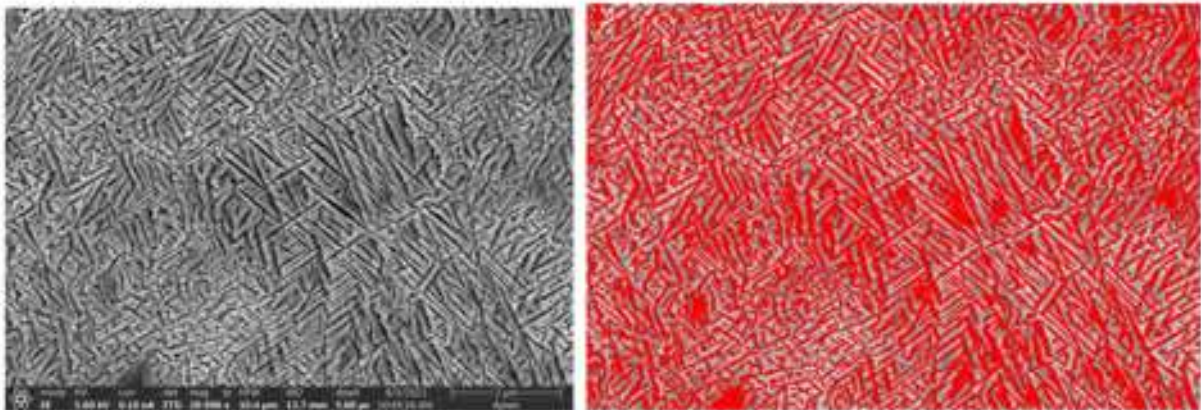
a) 原始照片

b) 测量照片

图A.6 初生 α 相含量85%

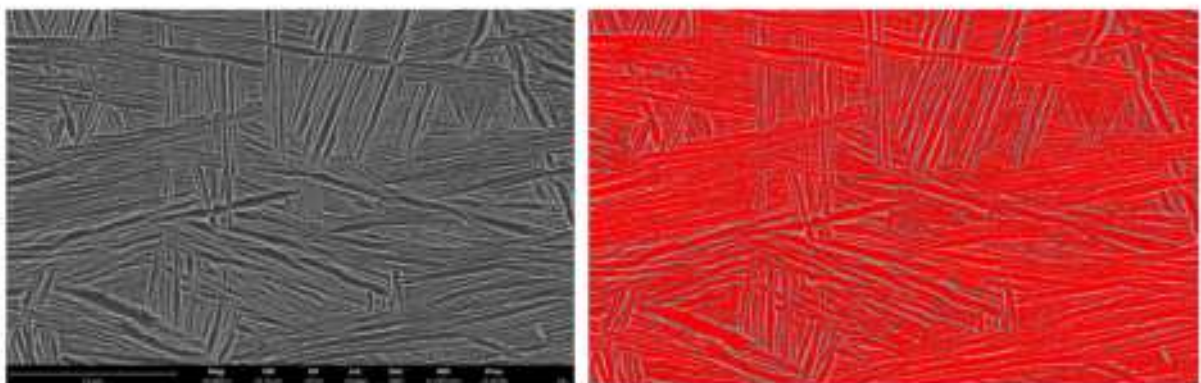
a) 原始照片

b) 测量照片

图A.7 增材制造试样初生 α 相含量35%

a) 原始照片

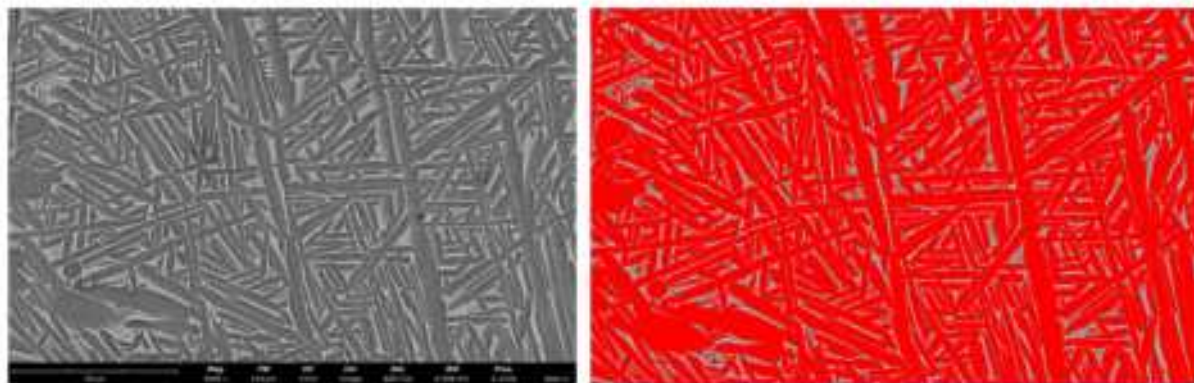
b) 测量照片

图A.8 增材制造试样初生 α 相含量45%

a) 原始照片

b) 测量照片

图A.9 增材制造试样初生 α 相含量65%



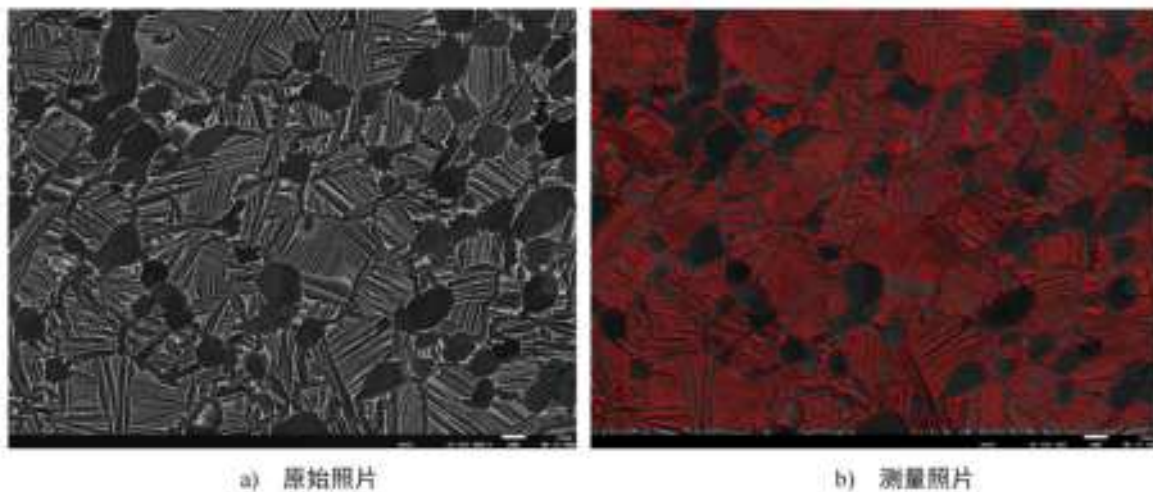
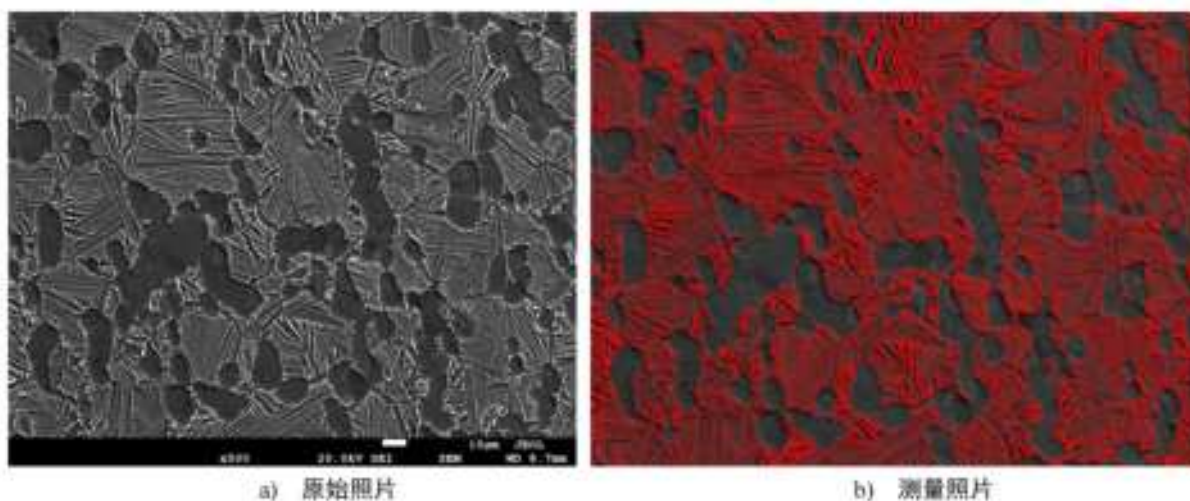
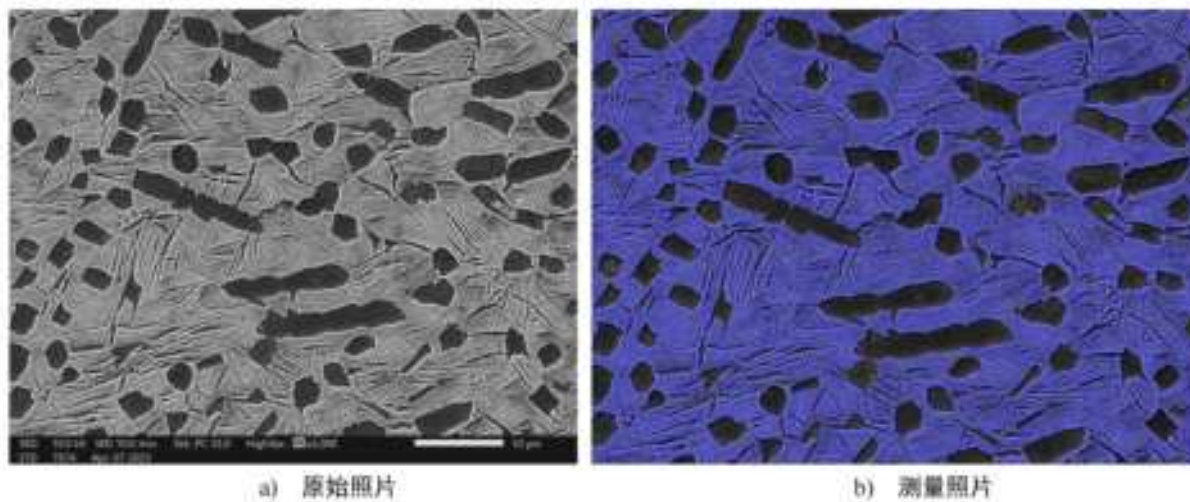
a) 原始照片

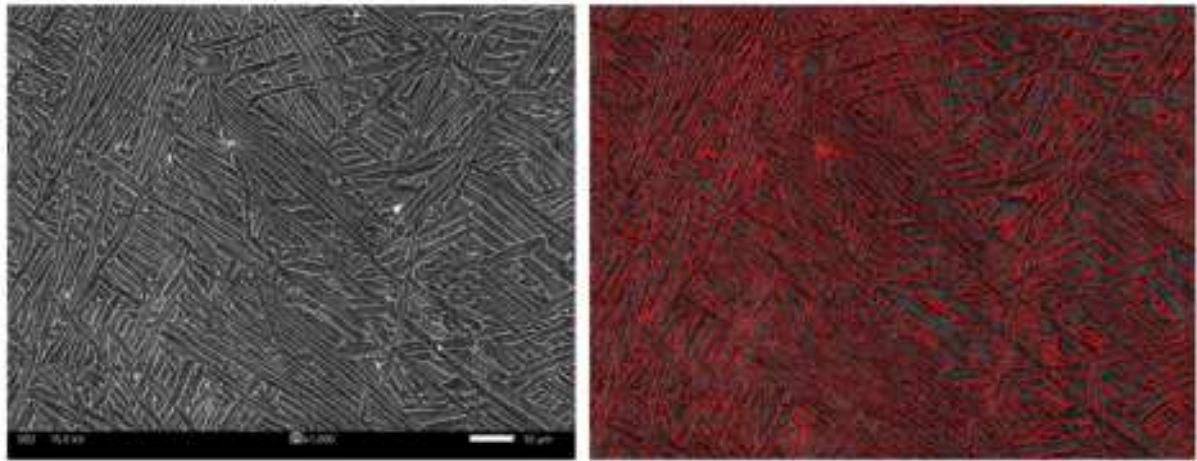
b) 测量照片

图A.10 增材制造试样初生 α 相含量80%

附录 B

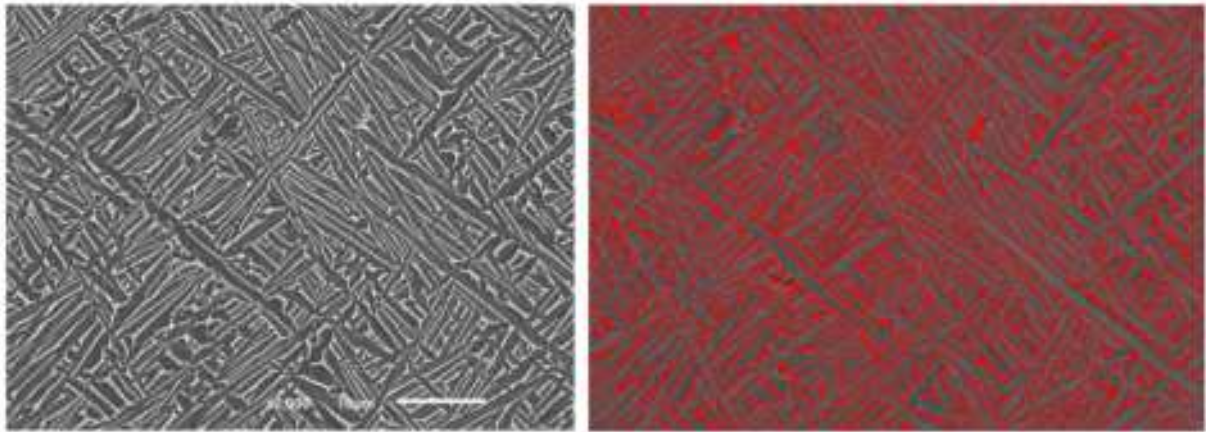
(资料性)

 β 相含量测量示例 β 相含量测量示例见图 B.1~B.7。图B.1 β 相含量15%图B.2 β 相含量30%

图B.3 β 相含量55%

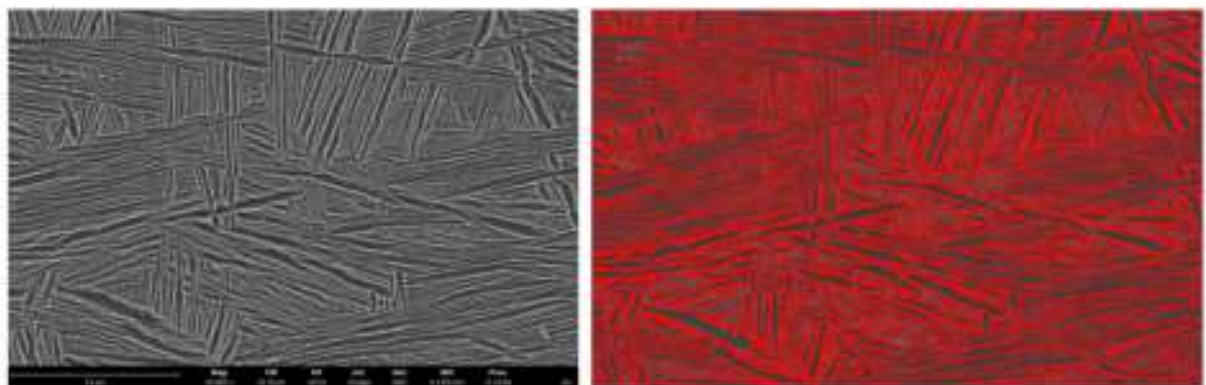
a) 原始照片

b) 测量照片

图B.4 增材制造试样 β 相含量15%

a) 原始照片

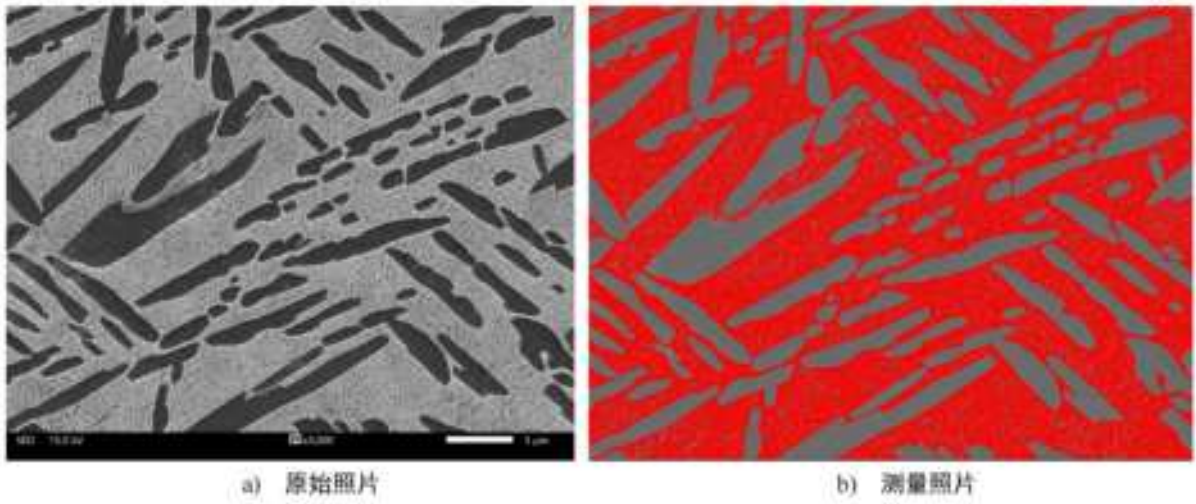
b) 测量照片

图B.5 增材制造试样 β 相含量25%

a) 原始照片

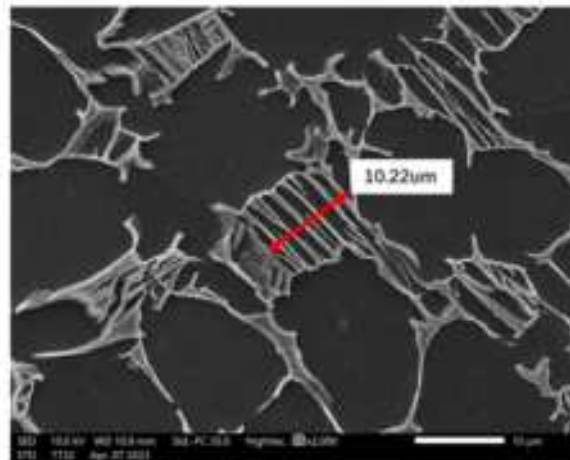
b) 测量照片

图B.6 增材制造试样 β 相含量35%

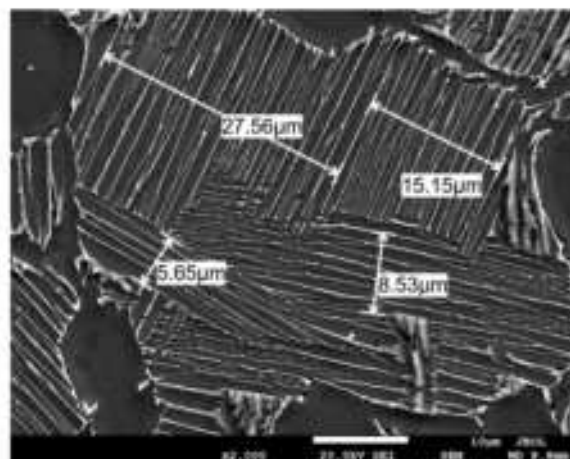
图B.7 增材制造试样 β 相含量50%

附录 C

(资料性)

片状 α 片层厚度测量示例钛合金片状 α 片层厚度的测量典型示例见图 C.1~C.4。

图C.1 TA15棒材



图C.2 TC4棒材