



中华人民共和国国家标准

GB/T 13298—2015
代替 GB/T 13298—1991

金属显微组织检验方法

Inspection methods of microstructure for metals

2015-09-11 发布

2016-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 13298—1991《金属显微组织检验方法》，与 GB/T 13298—1991 相比主要技术内容变化如下：

- 试样制备改为“试样准备”(见第 3 章)；
- 增加了试样选取两种情况(见 3.1)；
- 增加了检验面的示意图(见 3.2.1)；
- 平行于锻轧方向的纵截面检验增加了“带状组织评级”(见 3.2.3)；
- 增加了“试样标记”部分(见 3.5)；
- 采用了清晰的“机械镶嵌法的夹具图”(见 3.7.2)；
- 增加了振动抛光(见 5.5)；
- “试样的浸蚀”改为“显微组织显示”，增加了总则(见 6.1)，增加了光学法(见 6.2)、热蚀显示法(见 6.3.5)、阳极覆膜法(见 6.4.2)，删除了化学浸蚀剂和电解浸蚀剂的配制及安全注意事项(见 1991 年版 4.1.3)；
- 删除了“金相显微镜分为台式、立式、卧式”(见 1991 年版 5.2)；
- 删除了“使用显微镜时应特别保护镜头注意事项”(见 1991 年版 5.5)；
- 删除了“使玻璃板上影相清晰，必要时可借用聚焦放大镜在毛玻璃板上观察”(见 1991 年版 6.6)；
- 显微组织检验部分(见第 7 章)，删除了黑白底片和彩色底片照相以及“黑白底片和相纸冲洗”(见 1991 年版 6.10)以及“彩色底片与彩色相片冲洗”(见 1991 年版 6.11)，增加了显微镜照明方式(见 7.2.1)、增加了图像采集(见 7.3)和图像分析部分(见 7.4)；
- 增加了“现场金相检验”(见第 8 章)；
- 将“试验记录”改为“检验报告”。(见第 9 章，见 1991 年版第 7 章)；
- 增加了金属常用的浸蚀剂(见附录 A)。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本标准起草单位：钢铁研究总院、冶金工业信息标准研究院、方大特钢科技股份有限公司、大冶特殊钢股份有限公司、首钢总公司、邢台钢铁有限责任公司。

本标准主要起草人：李继康、赵晓丽、栾燕、鞠新华。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 13298—1991。

金属显微组织检验方法

1 范围

本标准规定了金属显微组织检验的试样准备、试样研磨、试样抛光、显微组织显示、显微组织检验、现场金相及试验记录。

本标准适用于金相显微镜检查金属组织的操作方法。

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。

YB/T 4377 金相试样电解抛光方法

3 试样准备

3.1 试样选取

3.1.1 总则

为保证检验有效,选取的金相试样尽可能客观全面的代表被研究的材料。试样截取的方向、部位、数量应根据金属制造的方法、检验目的、相关标准或双方协议的规定进行。

3.1.2 常规检验

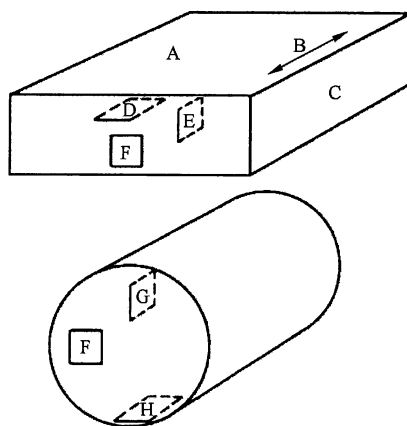
除在产品标准中有特殊规定外,建议在能代表材料特征的位置选取,试样宜包含完整的加工处理和影响区。例如:钢带或线材试样宜在盘卷的端部截取;铸件试样宜包含最大偏析和最小偏析的区域;热处理试样宜包含完整的热处理层;表面处理试样宜包含全部表面处理层;焊接试样宜包含焊缝、热影响区和母材。

3.1.3 失效分析

试样应尽可能在断裂或开始失效的部位截取。在截取金相试样之前,应完成对失效表面的研究,或者至少应完成记录失效的情况。然后在正常部位取样进行组织和性能对比。

3.2 检验方向和检验面选取

3.2.1 检验面的示意图见图 1。



说明:

- A —— 锻、轧制表面;
- B —— 轧制方向;
- C —— 轧制侧边;
- D —— 平行于轧制表面的纵截面;
- E —— 垂直于轧制表面的纵截面;
- F —— 垂直于锻、轧方向的横截面;
- G —— 径向纵截面;
- H —— 切向纵截面。

图 1 金相检验面的示意图

3.2.2 垂直于锻、轧方向的横截面(F)通常可用于检验:

- a) 从表层到中心的显微组织状态及变化;
- b) 晶粒度级别;
- c) 网状碳化物评级;
- d) 表面缺陷的深度;
- e) 氧化层深度;
- f) 脱碳层深度;
- g) 腐蚀层深度;
- h) 表面化学热处理及镀层组织与厚度。

3.2.3 平行于锻、轧方向的纵截面(D、E、G、H)通常可用于检验:

- a) 钢中非金属夹杂物含量;
- b) 变形后的各种组织、晶粒畸变程度、塑性变形程度;
- c) 带状组织评级;
- d) 热处理的全面情况。

3.2.4 根据分析研究需要,可观察多个截面。例如:研究热轧和冷轧金属组织变形情况时可综合观察横截面和纵截面;对线材和小棒材,观察横截面的同时观察穿过试样轴心的纵截面。

3.3 试样尺寸确定

试样尺寸以检验面面积小于 400 mm^2 , 试样的高度 $15 \text{ mm} \sim 20 \text{ mm}$ (小于横向尺寸) 为宜。

3.4 试样截取

试样可用砂轮切割、电火花线切割、机加工(车、铣、刨、磨)、手锯以及剪切等方法截取,必要时也可

用氧乙炔火焰气割法截取,硬而脆的金属可用锤击法取样。试样截取时应尽量避免截取方法对组织的影响(如变形、过热等)。在后续制样过程中应去除截取操作引起的影响层,如通过(打)砂轮磨削等;也可在截取时采取预防措施(如使用冷却液等),防止组织变化。

3.5 试样标记

为了避免在准备过程中试样发生混乱,应做好试样的登记及标记工作。试样截取后应立即在试样检验面以外的其他部位打印、刻写标记,并确保在试样清洗和热处理的过程中标记不被磨损、遮蔽。试样如后续需要镶嵌则应在镶嵌后重新标记。

3.6 试样清洗

试样表面若沾有油渍、污物、冷却液或残渣,可用合适的溶剂(如酒精、丙酮等)清洗,清洗可在超声波中进行。任何妨碍基体金属腐蚀的金属覆盖层应在磨抛之前除去。

3.7 试样镶嵌

3.7.1 总则

试样尺寸较小(如薄板、丝带材、细管等),试样过软、易碎,试样形状不规则,检验边缘组织,用于自动磨抛机进行标准化制样等试样需要镶嵌。所选用的镶嵌方法不应改变原始组织,镶嵌时试样检验面一般朝下放置。根据实际需要,可选用机械镶嵌法(见 3.7.2)或树脂镶嵌法(见 3.7.3)镶嵌。

3.7.2 机械镶嵌法

3.7.2.1 将试样用螺栓、螺钉固定在合适的夹具内(见图 2)。夹具的硬度应接近于试样的硬度,以减小试样研磨和抛光时对边缘产生磨圆作用;夹具的成分宜与试样类似,避免形成原电池反应影响腐蚀效果。

注:注意使试样与夹具紧密接触,试样固定时需小心,夹紧力过大可损坏软材料试样。

3.7.2.2 为减少抛光剂或腐蚀剂的渗透,可用较软材料制成的薄片填充在试样间,但应确保填充材料与试样在腐蚀过程中不起电解反应。典型的填充材料有薄的塑料片、铅或铜。为了减少空隙对抛光剂或腐蚀剂的吸收,还可以在夹持前将试样涂上环氧树脂层,或将试样浸在熔融的石蜡中使空隙被填充。

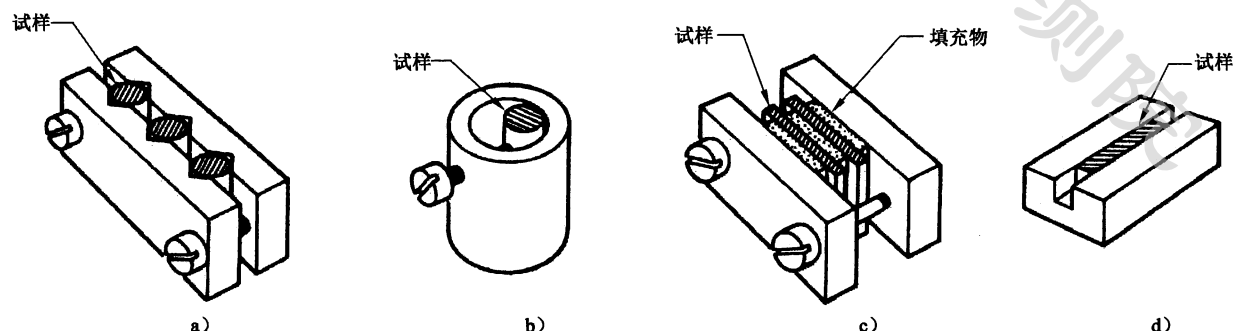


图 2 机械镶嵌法夹具

3.7.3 树脂镶嵌法

3.7.3.1 总则

最常用的镶嵌法是将试样镶嵌在树脂内。因树脂比金属软,为避免试样边缘磨圆,可以将试样夹在硬度相近的金属块之间或用相同硬度的环状物包围等。也可用保边型树脂,可根据检验目的不同选择

市场上不同质量的树脂。细线材、异型件、断口等试样,可在镶嵌之前电镀铜、铁、镍、金、银等金属,电镀金属应比试样软,同时不应与试样金属基体起电化学反应。对于扩散层、渗层、镀层较薄的试样,可倾斜镶嵌以便放大薄层在一个方向上的厚度。有时为使镶样导电,可在树脂中加入铜粉或银粉等金属添加剂。树脂镶嵌法主要包括热镶法和冷镶法。

3.7.3.2 热镶法

将试样检验面朝下放入热镶机的模子中,倒入树脂应超过试样高度,封紧模子并加热、加压、固化、冷却,再打开模子,完成热镶。热镶的温度、压力、加热及冷却时间根据选用的树脂而定,一般加热温度不超过 180 ℃,压力小于 30 MPa,建议冷却到 30 ℃后再解除压力。热镶树脂有两种:

- a) 热固性树脂:丙烯酸、环氧树脂、电木粉、邻苯二甲酸二丙烯等;
- b) 热塑性树脂:丙烯酸、聚酯丙烯酸、环氧树脂、聚酯、聚苯乙烯、聚氯乙烯、异丁烯酸甲酯等。

3.7.3.3 冷镶法

试样检验面朝下放入合适的冷镶模子中,将树脂及固化剂按合适比例充分搅拌(搅拌过程中尽量避免出现气泡),注入模具,在室温固化成型。对温度和压力敏感的材料要冷镶,如不允许加热的试样、软的试样、形状复杂的试样以及多孔性试样等。冷镶材料有聚脂树脂、丙烯酸树脂、环氧树脂等,也可使用牙托粉和牙托水。冷镶模具可用硬橡胶、聚四氟乙烯塑料、纸盒等。使用低真空实现真空冷镶,镶嵌材料容易渗入缝隙,适用于多孔试样、细裂纹试样、易脆试样、脆性材料等。

4 试样研磨

4.1 试样磨平

切取好的试样先磨平,为下一道砂纸的磨制做好准备。磨削时须用水冷却试样,防止试样因受热而发生组织变化。

4.2 试样磨光

4.2.1 手工磨光

经磨平、洗净、吹干后的试样,在不同粒度的砂纸上由粗到细依次磨制,砂纸须平铺于平的玻璃、金属或板上。每换一次砂纸时,试样须转 90°与旧磨痕成垂直方向,在此方向磨至旧磨痕完全消失,新磨痕均匀一致时为止。每次须用水或超声将试样洗净吹干后再进入下一道制样程序。

4.2.2 机械磨样机磨光

将由粗到细不同粒度的砂纸或磨盘分别置于机械磨样机上依次磨制。

5 试样抛光

5.1 总则

抛去试样上的磨痕以达镜面光洁度,且无磨制缺陷。抛光方法可采用机械抛光、电解抛光、化学抛光、振动抛光、显微研磨等。

5.2 机械抛光

5.2.1 粗抛光

经砂纸磨光的试样,可移到装有尼纶、呢绒或细帆布等的抛光机上粗抛光,抛光剂可用微粒的金刚石、氧化铝、氧化镁、氧化铬、氧化铁、金刚砂等,类型有抛光悬浮液、喷雾抛光剂、抛光膏等。抛光时间2 min~5 min。抛光后用水洗净并吹干。

5.2.2 精抛光

5.2.2.1 经粗抛光后的试样,可移至装有尼龙绸、天鹅绒或其他纤维细匀的丝绒抛光盘进行精抛光。根据试样的硬度,可选用不同粒度的细抛光软膏、喷雾抛光剂、氧化物悬浮液等。注意抛光时间和用力,以避免人为造成试样如边角倒圆和浮凸。一般抛光到试样的磨痕完全除去,表面呈镜面时为止。抛光后用水冲洗,再用无水乙醇洗净吹干,使表面不致有水迹或污物残留。

5.2.2.2 精抛光操作可选用手工或自动方法。手工抛光时将试样均匀地轻压在抛光盘上,沿盘的直径方向来回抛光。控制绒布湿度,避免对抛光质量产生影响(湿度太大会产生曳尾,湿度太小会产生黑斑),绒布的湿度以将试样从盘上取下观察时,表面水膜在2 s~3 s内完全蒸发消失为宜。自动抛光设备是将试样固定在夹具上,由夹具带动试样按照一定轨迹在抛光盘内运动,夹具与抛光盘的作用力、转速、转动方向等可根据需要调节,抛光效率较高。

5.3 电解抛光

电解抛光是将金属作阳极插在电解槽中,其表面因电解反应而发生选择性腐蚀,从而使其表面被抛光的一种方法。电解抛光的条件是由电压、电流、温度、抛光时间来确定,按YB/T 4377的规定执行。

5.4 化学抛光

化学抛光是靠化学试剂对试样表面不均匀溶解,逐渐得到光亮表面的结果。但只能使试样表面光滑,不能达到表面平整的要求。对纯金属铁、铝、铜、银等有良好的抛光作用。

5.5 振动抛光

振动抛光是指螺旋振动系统在工业电源(半波整流后)驱动下,使试样在磨盘上圆周运动的同时进行自传,从而达到抛光的目的。常用于去除试样表面的应力或残余变形层,最终获得高质量表面。

5.6 显微研磨

显微研磨是将显微切片机上的刀片用研磨头代替制成。显微切片机切割下来的试样,再经显微研磨机研磨。显微研磨是把磨光和抛光的操作合并为一步进行。

6 显微组织显示

6.1 总则

试样抛光后不经处理直接显示显微组织;或者利用物理或化学方法对试样进行特定处理使各种组织结构呈现良好的衬度,得以清晰显示。常用方法有光学法、浸蚀法、干涉层法。

6.2 光学法

用不同组织对光线不同的反射强度和色彩来区分显示金相显微组织。试样可不经其他处理直接观

察或者利用显微镜上的偏振光、微分干涉等附件来观察。

6.3 浸蚀法

6.3.1 化学浸蚀

化学试剂与试样表面起化学溶解或电化学溶解的过程,以显示金属的显微组织。

注:常用的浸蚀剂参见附录 A。

6.3.2 电解浸蚀

试样作为电路的阳极,浸入合适的电解浸蚀液中,通入较小电流进行浸蚀,以显示金属显微组织。浸蚀条件由电压、电流、温度、时间来确定。

注:常用的浸蚀剂参见附录 A。

6.3.3 恒电位浸蚀

恒电位浸蚀是电解浸蚀的进一步发展,采用恒电位仪,保证浸蚀过程阳极试样电位恒定,可以对组织中特定的相,根据其极化条件进行选择浸蚀(分别浸蚀和相继浸蚀)或着色处理。

6.3.4 离子浸蚀(阴极真空浸蚀)

采用荷能离子轰击刻蚀试样表面,有选择地除去试样表面的部分原子,以显露金属组织。特别适用于化学性质差异很大的复合试样,如铁-镍、不锈钢-铁钎焊接。

6.3.5 热蚀显示法

高温金相的一种主要显示手段,在真空(也可在氮气或氩气的惰性气体保护性气氛下)加热时,在没有任何介质作用下晶粒边界和某些相界能获得显示。

试样在真空中加热,由于温度的影响,当各个相或晶粒的热膨胀系数相差很大时会出现浮凸,在普通光和偏振光照明下,因高低差投影或不同位相晶体的不同,其光学特征都能清楚地反映出组织特征。

6.4 干涉层法

在金属试样抛光面上形成一层薄膜,通过入射光的多重反射和干涉现象,利用不同相具有不同的光学常数和膜厚,使组织间产生良好的黑白和彩色衬度,鉴别各种合金相。

6.4.1 化学浸蚀形成薄膜法

用化学试剂在金属试样表面形成一层薄膜的方法。金属中不同的相由于电位差异而形成厚度不同的薄膜,从而使各相或位向以及成分不同的晶粒之间、亚晶、枝晶等,由于多重反射和干涉现象产生不同的干涉色显示出组织差别。常用于相鉴别、晶粒位相观察以及偏析组织。

6.4.2 阳极覆膜法

阳极覆膜法是阳极化或称阳极化处理的结果。在阳极区,电化学阳极金属产生离子化反应和阳极区溶液存在的金属离子与某些阴离子之间的纯化学沉积反应,在试样表面形成一层对光呈各项异性的薄膜。在偏振光下,使用微分干涉或者灵敏片,不同位向的晶粒产生不同的彩色颜色。纯铝、高纯铝、软铝合金以及铸造铝合金一般需要进行阳极覆膜法,在偏振光下显示出清晰晶粒。

6.4.3 恒电位阳极化及阳极沉淀法

在恒定阳极电极电位的条件下进行阳极覆膜,由于合金中各相在选定的电位下各自处于极化曲线

上的不同阶段,他们发生氧化以及成膜的速度不同,干涉结果会呈现各异色彩,常用于有色金属相的鉴别。

6.4.4 真空蒸发镀膜法

在真空室内,用一定的方法(电阻加热方法,还有电子束,激光和电弧等)加热使镀膜材料蒸发或升华,沉积在试样表面凝聚成膜。

6.4.5 溅射镀膜法

在真空室内利用气体辉光放电产生离子,其中正离子在电场作用下轰击阴极靶材表面,轰击出的靶材原子及原子团以一定的速度飞向试样表面沉积形成薄膜。

6.4.6 热染法

将抛光试样加热($<500\text{ }^{\circ}\text{C}$)形成氧化薄膜。由于组织中各相成分结构不同,形成厚薄不均的氧化膜。白光在氧化膜层间的干涉,呈现不同的色彩,从而鉴别金属组织中的各相。在鉴定高温合金复杂相组成方面有良好的效果。还可以显示有色金属锌、镁、铜等金属的晶粒位向,铸铁、碳钢合金的偏析带,对于渗碳、渗氮等化学热处理后渗层组织的显示效果较好。

7 显微组织检验

7.1 显微镜

7.1.1 金相显微镜常用照明方式有明场、暗场、偏振光、微分干涉衬度(DIC)。

7.1.2 显微镜应安装在干燥通风、无灰尘、无振动、无腐蚀气氛的室内,并置于稳固的桌面和或基座上,最好附有减震装置。

7.1.3 为保证检验的准确性,应按仪器说明书正确使用显微镜。

7.1.4 根据所需放大倍数选择物镜及目镜。目镜中如有刻度尺需用测微标尺进行标定,测微标尺按计量要求应进行检定。

7.2 显微观察

7.2.1 一般先在低倍下观察试样全貌,然后根据检验目的,在不同的放大倍数下检验。根据研究需要,可采用下列方法观察:

- a) 明场照明用于显微组织的常规观察检验,是最常用的观察方式;
- b) 暗场照明具有较高的衬度反差,用于晶界、缺陷和夹杂物等的识别及研究;
- c) 偏振光照明常用于多相合金中相的鉴别,对于显示各向异性材料的组织、夹杂物以及晶界孪晶界也很有效,在光路中放入灵敏色片,还可以得到彩色图像;
- d) 微分干涉衬度(DIC)调节棱镜可以产生不同的色彩,提高物象反差,还可以显示试样表面不同位置的高度差别,使图像具有凹凸不平的立体感。

7.2.2 镜头的选择,视所需放大倍数而定(依照显微镜说明书适当选配)。一般为充分利用显微镜物镜的分辨率,有效放大倍数不应大于物镜数值孔径(N/A)的 $1\ 000\times$,然后需选择合适的目镜与之相配合,以防虚假放大。

7.2.3 光源须调整适宜,所发出的光线需稳定和有足够的强度。调节光源与聚光的位置,使光束恰能射入垂直照明器进口的中心,使所得的影像亮度强弱均匀一致。

7.2.4 滤色片根据物镜的种类而定。若为消色差镜头时,使用黄绿色滤色片;若为全消色差镜头时,则用黄、绿、蓝色滤色片均可。鉴别彩色组织的微细部分,选用滤光片与需要鉴别的相的颜色一致。

7.2.5 试样应平稳地放在显微镜载物台上,使其平面与显微镜光轴垂直。然后移动载物台,选择试样上合适的组织部位并调整显微镜焦距,使图像清晰。

7.2.6 显微镜的孔径光栏应根据显微镜放大倍数及显微组织结构调节到适当大小,使在物镜下所观察到的像最清晰和衬度最好。

7.2.7 显微镜的视场光栏须调节到适当大小,使影相的光亮范围能在照片大小范围之内,得到最佳的影像反衬。

7.3 图像采集

7.3.1 对于图像的实际放大比例应用测微尺进行标定,对于配备图像分析软件的显微镜,需定期对图像分析软件的系统标尺进行验证、标定。系统标尺的标定可按图像分析软件的说明书进行。

7.3.2 利用图像分析软件,可以对采集的图像进行亮度、对比度、灰度变换、均光校正、边缘增强等调节,为避免对采集图像做出错误(误导性)的分析,调节的程度不宜过大。

7.3.3 图像采集后,应在图片上加标尺。标尺宜衬度明显。

7.3.4 可调节摄像机参数设置、色彩饱和度以及选择白平衡等方法得到彩色金相。

7.3.5 根据需求,可将所采集的图像保存为 JPEG、BMP、TIFF、RAW、PSD、PDF 等格式。

7.4 图像分析

对采集的显微组织可根据需要进行显微组织分析以及定量金相分析。

7.4.1 显微组织分析

通常可进行下列检验分析:

- a) 钢的显微组织评定,对钢中游离渗碳体、珠光体、带状组织以及魏氏组织等进行金相评定;
- b) 钢中非金属夹杂物的形态、分布及级别的分析;
- c) 钢中碳化物级别的评定;
- d) 表面淬火层、电镀层、脱碳层、渗碳层以及渗氮层厚度的测定。

7.4.2 定量金相分析

7.4.2.1 利用体视学原理,由二维金相显微组织的测量和计算来确定合金的三维空间组织,从而建立合金成分、组织和性能间的定量关系,可用于人工或专门的图像分析仪的定量分析。通常可以进行下列测量分析:

- a) 测定各类合金显微组织中物相体积百分数,如双相不锈钢中 α 相含量的测定;
- b) 测定金属平均晶粒度;
- c) 测定钢中石墨碳的面积含量;
- d) 检验球墨铸铁中给定相的体积分数、颗粒的平均截线长度等参数;
- e) 评定普通和低合金铸铁组织以及热处理后的铸铁组织;
- f) 测量非金属夹杂物在金属中的含量;
- g) 测量珠光体片层间距;
- h) 分析粒度,即依据面积或直径统计颗粒的分布状况。

7.4.2.2 利用图像分析软件进行定量分析时,进行晶粒度、夹杂物评级等与绝对长度、大小直接相关的图像分析时,应确保该图像的真实放大倍数,并在定量测量前,设定图片的真实放大倍数,否则计算机系统不能自动识别;进行显微组织的相百分比分析等相对值测量时则可不考虑图像真实的放大倍数。

8 现场金相检验

大型的机件或构件,如大型齿轮、轴类、管道等进行组织无损检验时,可直接在工件上选定检验点,进行磨光、抛光、浸蚀等过程。可用便携式金相显微镜或采用覆膜的方法将需要观察的部位复制出来,带到实验室观察组织。

9 检验报告

检验报告宜包括下列内容:

- a) 材料名称、牌号、规格、批号、编号、热处理工艺以及取样数量、部位、方向;
- b) 本标准编号;
- c) 使用仪器以及型号;
- d) 组织显示方法以及如果采用浸蚀的方法需要注明采用的浸蚀剂种类;
- e) 检测结果;
- f) 报告日期以及编号;
- g) 检测人员与审核人员签字。

附 录 A
(资料性附录)
金属常用的浸蚀剂

A.1 碳钢和合金钢常用浸蚀剂参见表 A.1。

表 A.1 碳钢和合金钢

序号	成分	浸蚀方法	适用范围
1-1	硝酸 1 mL~5 mL 酒精 100 mL	硝酸浓度增加浸蚀作用增加 用蒸馏水代替部分酒精加速 浸蚀；用甘油代替酒精延缓 浸蚀 浸蚀时间数秒至 1 min	一般适用于碳钢及低合金钢经热处理后的组织： 1) 使珠光体发黑，并增加珠光体区域的衬度； 2) 显示低碳钢中铁素体的晶界； 3) 识别马氏体与铁素体； 4) 显示铬钢组织
1-2	苦味酸 4 g 酒精 100 mL	腐蚀性较弱，不能显示铁素体 晶界 浸蚀时间数秒至数分钟	一般适用于碳钢及低合金钢经热处理后的组织： 1) 显示珠光体、马氏体、回火马氏体； 2) 显出淬火钢中的碳化物； 3) 利用浸蚀后色彩的差别识别铁素体、马氏体 及大块碳化物； 4) 显示低碳钢铁素体晶界上的渗碳体
1-3	盐酸 5 mL 苦味酸 1 g 酒精 100 mL	晶粒度，1 min 以下 显示回火组织，浸蚀 15 min 左右	一般适用于合金钢经热处理后的组织： 1) 显示淬火及淬火回火后钢的奥氏体晶粒； 2) 显示回火马氏体组织(205 ℃~245 ℃，回 火)； 3) 显示铬、镍、铬锰各类合金钢
1-4	三氧化铬 10 g 水 100 mL	电解浸蚀，试样为正极，不锈 钢为负极，相距 18 mm~ 25 mm，电压 6 V，30 s~90 s	除铁素体晶粒晶界外，多数组织均能显示；渗碳 体最易腐蚀，奥氏体次之，铁素体最慢
1-5	三氯化铁 5 g 盐酸 50 mL 水 100 mL	浸没 5 s~10 s	显示奥氏体镍钢及不锈钢的组织
1-6	硝酸 5 mL~10 mL 酒精 95 mL~90 mL	浸蚀几秒到 1 min	显示工具钢组织
1-7	试剂(1-5)的饱和溶液中 加入少许硝酸	—	显示不锈钢组织
1-8	硝酸 10 mL 盐酸 20 mL~30 mL 甘油 30 mL~20 mL	浸蚀前先用温水预热试样，腐 蚀与抛光相结合	显示铁铬基合金、高速钢、高锰钢、镍铬合金组织 和低合金钢晶粒度
1-9	硝酸 10 mL 盐酸 20 mL 双氧水 10 mL 甘油 20 mL	盐酸量可略作增减，增加盐酸 作用加速，最好腐蚀抛光相 结合	显示铁铬锰、铁铬镍及铁铬类奥氏体合金钢组织

表 A.1 (续)

序号	成分	浸蚀方法	适用范围
1-10	草酸 10 g 水 100 mL	电解浸蚀,试样阳极不锈钢为阴极,间距 25 mm,使用电压 6 V,显示组织浸蚀 1 min,显示碳化物 10 s~15 s	显示奥氏体不锈钢及高镍合金组织
1-11	氯化铜 5 g 盐酸 100 mL 水 100 mL 酒精 100 mL	浸入浸蚀	铁素体及奥氏体钢,铁素体易浸蚀,碳化物不被浸蚀
1-12	氯化铜饱和盐酸 30 mL 硝酸 10 mL	试剂配好放置 20 min~30 min使用,擦拭浸蚀	不锈钢及高镍高钴合金
1-13	硝酸 30 mL 醋酸 20 mL	用擦拭法浸蚀	不锈钢及高镍高钴合金
1-14	硝酸 5 mL 氢氟酸(48%) 1 mL 水 44 mL	浸蚀约 5 min	奥氏体不锈钢组织,但不显示应力线
1-5	盐酸 10 mL 硝酸 3 mL 酒精 100 mL	浸蚀约 2 min~10 min	高速钢淬火及淬火回火后晶界
1-16	盐酸 10 mL 酒精 90 mL	电解浸蚀,试剂中不能含水,电压 6 V,约 10 s~30 s	铬钢及镍铬钢
1-17	赤血盐 30 g 氢氧化钾 30 g 水 60 mL	煮沸浸蚀,溶液需用新配制	区别铁—铬、铁—铬—镍、铁铬锰合金中的铁素体与 σ 相, σ 相呈淡蓝色,铁素体呈黄色
1-18	硫酸铜 4 g 盐酸 20 mL 水 20 mL	—	显示不锈钢组织,氮化钢渗氮层深度
1-19	氯化铁 30 g 氯化铜 1 g 盐酸 50 mL 氯化亚锡 0.5 g 水 500 mL 酒精 500 mL	—	显示磷的偏析及树枝状组织
1-20	硫酸铜 1.25 g 氯化铜 2.5 g 氯化镁 10 g 盐酸 2 mL 水 100 mL 加酒精至 1 000 mL	—	显示渗氮钢的渗氮层深度,各区的组织
1-21	硝酸 10 mL 硫酸 10 mL 水 80 mL	—	显示钢的过热组织

A.2 铝及铝合金常用浸蚀剂参见表 A.2。

表 A.2 铝及铝合金

序号	成分	浸蚀方法	适用范围
2-1	氢氟酸 1 mL 水 200 mL	用棉球擦拭 15 s	显示显微组织
2-2	硫酸 20 mL 水 80 mL	70 ℃热浸蚀 30 s,热浸蚀后迅速放入冷水中冷却	显示显微组织
2-3	硝酸 25 mL 水 75 mL	70 ℃热浸蚀 40 s,热浸蚀后用冷水漂洗	显示显微组织
2-4	氢氟酸 2 mL 盐酸 3 mL 硝酸 5 mL 水 190 mL	浸蚀 10 s~20 s,浸蚀后用温水冲洗	显示显微组织
2-5	氟硼酸 5 g 水 200 mL	电解:用铝、铅或不锈钢做阴极,20 V~45 V 直流电,1 min~3 min,30 V 浸蚀 1 min	偏振光下的晶粒结构
2-6	磷酸 24 mL 二甘醇乙醚 50 mL 硼酸 4 g 草酸 2 g 氢氟酸 30 mL 水 32 mL	电解:用碳精做阴极,电压 0 V~30 V 直流电,30 s 内不停搅拌,总计浸蚀 3 min。清洗冷却。如有必要重复进行	偏振光下的晶粒结构

A.3 铜及铜合金常用浸蚀剂参见表 A.3。

表 A.3 铜及铜合金

序号	成分	浸蚀方法	适用范围
3-1	氢氧化铵 50 mL 双氧水(3%) 20 mL~50 mL 水 0 mL~50 mL	双氧水随着铜含量的增加而递减,浸蚀用擦拭法,双氧水最好为新配。浸没或擦拭 1 min	铜及铜合金。浸蚀铝青铜时表面形成的膜可用(3-9)试剂去除
3-2	氢氧化钾 1 g 双氧水(3%) 20 mL 氢氧化铵 50 mL 水 30 mL	将氢氧化钾溶解在水中,然后将氢氧化铵缓缓加入到溶液中,最后加双氧水(3%)浸泡几秒到 1 min,溶液现配现用	铜及铜合金
3-3	氢氧化铵 20 mL 过硫酸铵 1 g 水 60 mL	浸泡 5 s~30 s	铜及铜合金

表 A.3 (续)

序号	成分	浸蚀方法	适用范围
3-4	过硫酸铵 10 g 水 100 mL	浸泡 3 s~60 s, 可以加热加快浸蚀速度	铜合金、铝青铜
3-5	三氧化铬 1 g 水 100 mL	电解浸蚀以铝片为负极, 电压 6 V, 浸蚀 3 s~6 s	铝青铜、铍青铜
3-6	三氧化铬 10 g 水 100 mL 盐酸 2 滴~4 滴	使用前加入盐酸浸没 3 s~30 s	纯铜、铜合金、银镍合金
3-7	氯化铁 2 g 盐酸 5 mL 水 30 mL 酒精 60 mL	浸泡几分钟	锡青铜
3-8	氯化铁 5 g 盐酸 16 mL 酒精 60 mL	浸入或擦拭法浸蚀, 约几秒至数分钟	纯铜、铝青铜
3-9	重铬酸钾 2 g 硫酸(比重 1.84) 8 mL 饱和氯化钠溶液 4 mL 水 100 mL	在使用前加入盐酸, 浸泡 3 s~60 s	纯铜、铜合金、铬铜、铜铍、锰铜等合金以及银镍合金
3-10	硫酸亚铁 3 g 氢氧化钠 0.4 g 硫酸 10 mL 水 190 mL	电解浸蚀, 电压 8 V~10 V, 电流 0.1 A 浸蚀时间 5 s~15 s	使黄铜中的 β 相变黑(预经双氧水浸蚀), 也可适用青铜、铜合金、银镍合金
3-11	氯化铁 5 g 25 g 1 g 8 g 20 g 5 g 盐酸 50 mL 25 mL 10 mL 25 mL 5 mL 10 mL 水 100 mL 100 mL 100 mL 100 mL 100 mL 100 mL 其他 三氧化铬 1 g 氯化铜 10 g 氯化亚锡 0.1 g	浸入或擦拭法浸蚀逐步浸蚀以获得好效果	铜镍、铜合金、纯铜

A.4 镍及镍合金常用浸蚀剂参见表 A.4。

表 A.4 镍及镍合金

序号	成分	浸蚀方法	适用范围
4-1	硝酸 50 mL 醋酸 50 mL	浸泡或擦拭 5 s~30 s,用较长时间化学浸蚀,硫化物边界比常规晶界易受蚀	纯镍、铜镍、钛镍以及高镍合金
4-2	磷酸 70 mL 水 30 mL	电解电压 5 V~10 V,时间 5 s~60 s	铜镍、铁镍、铬镍 纯镍及高镍合金
4-3	硫酸铜 10 g 盐酸 50 mL 水 50 mL	浸泡或擦洗 5 s~60 s,在使用前加入几滴 H_2SO_4 以增加活性	铜镍、纯镍及高镍合金、铁镍定点浸蚀 显示镍基高温合金晶粒度
4-4	醋酸 5 mL 硝酸 10 mL 水 100 mL	电解电压 1.5 V,时间 20 s~60 s,用铂丝导线溶液现配现用	显示铝镍、铜镍、铬镍、铁镍、钛镍、银镍组织
4-5	氯化铁 8 g 盐酸 25 mL 水 100 mL	擦洗 5 s~30 s	显示铜镍、银镍组织
4-6	硝酸 10 mL 醋酸 10 mL 盐酸 15 mL 甘油 2 滴~5 滴	溶液不能贮存。浸泡擦洗几秒到几分钟	铝镍
4-7	氢氟酸 10 mL 硝酸 100 mL	浸泡 30 s~3 min	铬镍
4-8	NH_4OH 85 mL 双氧水(30%)15 mL	浸泡 5 s~15 s,溶液勿贮存,易分解	锌镍
4-9	硫酸 5 mL 硝酸 3 mL 盐酸 90 mL	将 H_2SO_4 缓慢注入盐酸并不断搅拌,使之冷却,然后注入硝酸。当呈暗橙色时倒掉。擦拭 10 s~30 s	镍基高温合金
4-10	氯化铁 5 g 盐酸 2 mL 酒精 100 mL	擦拭 10 s~60 s	镍基高温合金
4-11	硝酸 20 mL 盐酸 60 mL	在通风装置下浸泡或擦洗 5 s~60 s。溶液现配现用	镍基高温合金

瑞安市质量技术监督局

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

金属显微组织检验方法

GB/T 13298—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

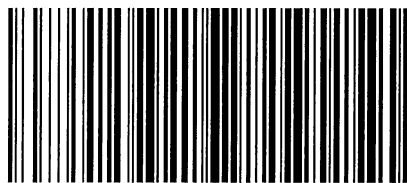
开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 30 千字
2015 年 10 月第一版 2015 年 10 月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-52534 定价 21.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68510107



GB/T 13298-2015