

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 449—2002

铜及铜合金 铸造和加工制品显微组织检验方法

Copper and copper alloys inspection
method of microstructure for cast and wrought products

2002-11-22 发布

2003-01-01 实施

国家经济贸易委员会 发布

前 言

本标准是首次制定。

本标准规定了铜及铜合金铸造和加工制品显微组织的检验方法。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 为规范性附录。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责归口。

本标准由洛阳铜加工集团有限责任公司负责起草。

本标准主要起草人：张智强、路俊攀、梅恒星、张敬华、王庭芳。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

铜及铜合金

铸造和加工制品显微组织检验方法

1 范围

本标准规定了铜及铜合金铸造和加工制品显微组织检验的试样制备、显微组织检验及试验报告。本标准适用于用金相显微镜检验铜及铜合金的显微组织。

2 试样制备

2.1 试样选择

试样选择应根据有关标准或技术协议的规定,选取有代表性的部位。

测定加工制品的退火再结晶晶粒平均直径,以及观察冷加工的金属晶粒畸变程度的试样沿平行于加工方向的纵向切面截取;检验锭坯径向组织变化规律的试样沿垂直于锭坯轴线方向的截面截取。

分析缺陷的试样,应在缺陷部位或缺陷附近取样,并同时在正常部位取样进行对比。

2.2 试样尺寸

取样数量应符合有关技术标准、技术协议的规定,试样尺寸可参照表 1 进行。

表 1 试样尺寸

mm

试样类型	长度	宽度	高度	直径
块状	20~25	10~15	15~20	—
板状	25~30	25~30	—	—
圆柱形	—	—	15~20	12~15

注:厚度 ≤ 0.5 mm的带材及具有小截面的加工制品,可视具体情况灵活截取。

2.3 试样切取

铜合金较软,不宜采用砂轮切取,可采用手锯、剪切、刨、车、铣加工等取样,精细样品应采用线切割取样,硬脆的中间合金可用锤击取样。

取样时应避免样品变形、温度过高等,为此,取样时可采用水、机油或乳液加以冷却。

2.4 试样磨光

切取后的试样应首先用锉刀锉去 1~2 mm,并锉出一个平面,然后,依次采用不同粒度的水砂纸磨光。磨光可以用手工磨光,也可采用电动磨盘磨光。电动磨光粗磨通常使用 150~180 号水砂纸,用水冷却,在研磨盘上进行。粗磨磨出方向一致的磨痕后,采用 320~350 号金相砂纸进行细磨。更换一次砂纸,磨制方向应转换 90°,磨制时用力不能太大,以减少变形。细磨磨痕达到一致后,即可进行抛光。

2.5 试样抛光

抛光方式有:机械抛光、电解抛光和化学抛光等。

2.5.1 机械抛光

经细磨后的试样,水洗后移至装有帆布的抛光盘上先进行粗抛,抛光剂可选用三氧化二铬、氧化铝、氧化镁等水的悬浮液,或使用金钢砂研磨膏。转速一般采用 500~1 000 r/min,抛至细磨痕完全消失为止,粗抛光一次完成以后,转动试样方向再抛一次,当上次磨痕很快消失时(10 s 以内为好),然后用水洗

净,进行细抛光。

细抛光在装有毛毡的抛光盘上进行,抛光剂使用浓度较稀的三氧化二铬悬浮液或粒度更细的金钢石研磨膏,细抛达到划痕方向一致时,用水冲洗试样,然后进行精抛光,精抛在装有呢绒或丝绒的抛光盘上进行,精抛时可以用水润滑,抛到试样表面无划痕为止。

2.5.2 电解抛光

本方法适用于大批量生产检验和一般的组织检查。电解抛光装置的示意图如图1,电解槽的尺寸为 $\phi 100\text{ m}\times 60\text{ m}$,每次使用适量抛光液。抛光液成分及抛光参数见附录A。

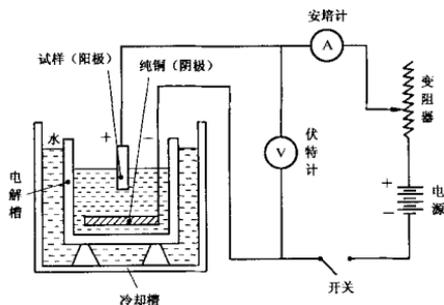


图1 电解抛光装置示意图

将磨光好的试样,用夹子夹住,接通电源,抛光后取出,放入水中清洗。

2.5.3 化学抛光

通过化学试剂对试样表面的溶解,达到抛光的目的。常用化学抛光剂及参数见附录B。

3 试样浸蚀

3.1 浸蚀剂

抛光好的试样,根据检查目的,选用适当浸蚀剂,以显示其显微组织,浸蚀剂应使用化学纯以上药品配制。

3.1.1 常用浸蚀剂

3.1.1.1 硝酸铁乙醇溶液

硝酸铁	2 g
无水乙醇	50 mL

该试剂作用柔和,使用时加入少量的水可使单相铜合金晶粒染色。

3.1.1.2 三氯化铁盐酸乙醇溶液

三氯化铁	3 g
盐酸	2 mL
无水乙醇	96 mL

该试剂对晶界浸蚀能力较强。

3.1.2 常见铜合金的特殊浸蚀剂见附录C。

3.2 浸蚀的操作

3.2.1 浸蚀剂应用现配。将称量好的药品放入盛有乙醇的浸蚀皿中,搅拌使其完全溶解。

警告:对于含有有毒的或刺激气体的试剂,整个过程要在通风橱内进行,并避免同皮肤接触。

3.2.2 取一小块脱脂棉放入浸蚀剂中,用夹子夹住蘸有浸蚀剂的脱脂棉球,轻轻地试样表面上擦拭

几下,使试样表层变形层溶去,然后一边在试样表面滴上浸蚀剂,一边观察,待试样表面光泽变暗,组织显示后,迅速移至水下,冲去多余浸蚀剂,将试样表面倾斜约 45° 角,用少量酒精冲洗走残留水珠后,用电吹风吹干试样。

3.2.3 浸蚀程度视金属的性质、检验目的而定,以显微镜下观察组织清晰为准。一般要先进行浅浸蚀,在显微镜下观察,若认为浸蚀程度不足,可继续浸蚀;或重新抛光后再浸蚀;若浸蚀过度则必须重新磨制抛光后再浸蚀。

4 显微组织检验

4.1 试样的显微组织检验包括浸蚀前检验和浸蚀后的检验,浸蚀前主要检验试样的夹杂物、裂纹、孔隙等。例如:紫铜中的氧化亚铜在明场下呈兰灰色,偏光下呈红宝石颜色。

4.2 显微检验一般先由低倍率 $50\sim 100\times$ 观察,对于有细微结构的组织,用高倍率作细致地观察分析。

4.3 利用显微镜具有的多种照明方式,对组织的特征进行对比分析。比如:采用正交偏振光对退火样品的晶粒度观察。

4.4 根据需要进行显微照相。

5 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 试样的来源、牌号、规格、状态;
- b) 必要时应包括取样部位示意图,试样加工工艺等;
- c) 如照相相应注明放大倍率和浸蚀剂;
- d) 组织说明;
- e) 委托单位、试验日期;
- f) 试验者、复验者的签名。

附 录 A
(规范性附录)

铜合金电解抛光液及抛光条件

表 A.1 铜合金电解抛光液及抛光条件

序号	抛光液成分	抛光条件	阴极材料	适用范围
1	正磷酸 3分 水 4分	电压:30~50 V 时间:10~20 s	纯铜	纯铜及某些单相铜合金
2	正磷酸 2分 水 1分	电压:1.2~2 V 时间:15~30 min	纯铜	纯铜、黄铜、铅青铜、锡青铜、磷青铜、硅青铜及含铍、铁、铅、锆低于3%的青铜。
3	正磷酸 670 mL 硫酸 100 mL 蒸馏水 300 mL	电压:2~3 V 时间:15 min	纯铜	纯铜、锡青铜
4	正磷酸 1分 无水乙醇 9分	电压:10~20 V 时间:10~15 s	纯铜	高铜箔材

附 录 B
(规范性附录)
化学抛光试剂及抛光条件

表 B.1 化学抛光试剂及抛光条件

序号	试剂成分	抛光条件	适用范围
1	正磷酸 33 mL. 硝酸 33 mL. 冰醋酸 33 mL.	温度:60~70℃ 时间:122 min	纯铜
2	正磷酸 10 mL. 硝酸 30 mL. 盐酸 10 mL. 冰醋酸 50 mL.	温度:70~80℃ 时间:1~2 min	铜合金

附录 C
(规范性附录)
铜合金用浸蚀剂

表 C.1 铜合金用浸蚀剂

序号	试剂成分	侵蚀方法	适用范围	备注
1	不侵蚀		铜及铜合金	检查含铅铜合金中铅相的分布,铜中氧化物、硫化物、硒化物、磷化物等夹杂。
2	硝酸铁 2 g 无水乙醇 50 mL	擦拭	铜及铜合金	加少量水可使单相合金晶粒染色。纯铜、铭青铜、碲铜抛光时,将几滴浸蚀剂倒在最后一道抛光布上,抛几秒,然后倒上水,抛至表面发亮,反复数次能得到较好效果。
3	三氯化铁 g 盐酸 mL 水 mL 1 20 100 3 10 100 ⁺ 5 10 100 ⁺ 19 (20) 6 (5) 100 ³	浸入或擦拭	纯铜、黄铜青铜	使用时加入 50%酒精混合使用。黄铜中 β 相能变黑。 ① 可加入 1 g 二氯化铜 ② 格莱氏试剂 No.2,使用时可加入 1 g 二氯化铜及 0.5 g 二氯化锡。 ③ 又称格莱氏试剂 No.1。
4	三氯化铁 59 g 盐酸 2 mL 无水乙醇 96 mL	擦拭	铜及铜合金	用乙醇稀释至 5:1
5	三氯化铁 3 g 无水乙醇 100 mL	反复擦拭	硅青铜等	试剂现配现用,腐蚀速度较慢
6	氢氧化铵 20 mL 水 0~20 mL 双氧水 8~20 mL	浸入或擦拭	铜及铜合金	先将氢氧化铵与水混合好,然后加入双氧水,必须现配现用。
7	三氯化铬 7.2 g 重铬酸钾 12 g 醋酸 7 mL 硫酸 58 mL 加水至 100 mL	浸入	铜及铜合金	可显现铜合金晶界,浸蚀后再用格莱氏 No.1 试剂使晶粒染色。
8	二铬化铜 8~10 g 氢氧化铵 8~100 mL	浸入	铍青铜、白铜	能使铍青铜 α 相变暗, β 相呈亮白色。
9	硝酸 30 mL 醋酸 42 mL 水 28 mL	浸入	加工及退火锡青铜	有良好晶粒对比

表 C.1 (续)

序号	试剂成分	浸蚀方法	适用范围	备注
10	铁氰化钾 1~5 g 水 100 mL	浸入	锡磷青铜	能区分 δ 相及 Cu_3P 相, δ 相浸蚀后颜色不变, Cu_3P 相由兰色变至深灰色。
11	重铬酸钾 2 g 硫酸 8 mL 氯化钠饱和水溶液 4 mL	浸入	纯铜及 镀、 锰、硅、铬、青 铜、白铜	
12	醋酸(75%) 30 mL 硝酸 20 mL 丙酮 30 mL	擦拭	白铜	—
13	氢氧化铵 25 mL 过硫酸铵溶液 50 mL 水 25 mL	浸入 冷浸或热浸	铜及铜合金	浸蚀后 Ni/Al 呈褐色, Ni ₃ Al 呈暗灰色。
14	铬酸 1 g 水 100 mL	电压: 6 V 时间: 56 s	镀青铜	铝作阴极
15	硫酸亚铁 30 g 氢氧化钠 4 g 硫酸 100 mL 水 1 900 mL	电压: 8~10 V 时间: 10~15 s	黄铜 青铜 白铜	—
16	冰醋酸 5 mL 硝酸 10 mL 水 85 mL	电压: 0.5~10 V 时间: 5~15 s	白铜	—