

中华人民共和国国家标准

UDC 669.27-426
: 620.1

钨丝蠕变试验、高温处理及 金相检查方法

GB 4194-84

Creep testing, high temperature treatment
and metallographic examination
of the tungsten wires

本方法适用于WAL丝蠕变残余伸长值的测定和高温处理后的金相组织的检验，以确定其牌号。

1 蠕变试验和高温处理

1.1 设备、工具、材料

1.1.1 蠕变试验机，型号Y57，DD-735。

1.1.2 钢板尺(1m)；
千分尺(精度0.01mm)。

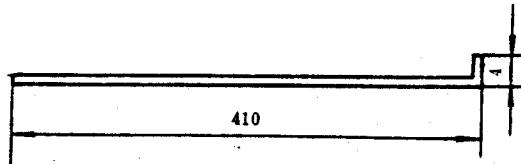
1.1.3 煤气火头；
折钩模子；
清洗槽。
1.1.4 石墨乳(S-1)；
氢氧化钠(分析纯)。

1.2 WAL丝的蠕变试验

1.2.1 试样：WAL丝 ϕ 1.25mm，表面质量及公差应符合GB 4181-84《钨丝》的要求。

1.2.2 试样的制备：

1.2.2.1 将试样切割成长418mm并保证两端不劈裂，两头分别浸石墨乳，插入加热到800℃左右的折钩模子中。将其制成如下图所示：



1.2.2.2 将制作成形的试样置入20%~25%的氢氧化钠溶液槽煮沸清洗，去除表面石墨乳，并在清水中清洗烘干待用。

1.2.3 将试样安装在试验机真空罩内，试样下端静载2kg负荷，安装好真空罩并记录指针的零位值。

1.2.4 接通试样加热电源升电流至35A记录电流电压和伸长值，在保持真空中度 $10^{-4} \sim 10^{-5}$ mmHg的条件下，每隔10分钟升电流10A(记录电流、电压和伸长值)至85A。

1.2.5 将电流稳定在85A的条件下，每隔一小时记录一次试样伸长值，四小时后，缓慢减少电流至零，断开真空系统电源。

1.2.6 待试样冷却至室温后，记录其残余伸长值，并取出试样进行金相检验。

1.3 $\phi 0.4$ mm WAL丝的高温退火

1.3.1 试样：WAL丝 $\phi 0.4\text{ mm}$ ，表面质量及公差值应符合GB 4181—82的要求。

1.3.2 试样的制备：

1.3.2.1 截取 $1 \sim 2\text{ m}$ WAL丝一段。

1.3.2.2 将切下的WAL丝置于 $20\% \sim 25\%$ 氢氧化钠溶液槽内煮沸，去除表面石墨乳，并在水中清洗烘干待用。

1.3.3 将烘干后的试样截成两段，平行地固定在试验机的上下夹头之间（上下夹头之间的距离约 150 mm ）。

1.3.4 抽真空至 10^{-4} mm Hg 。

1.3.5 保持真程度在 10^{-4} mm Hg 的条件下，缓慢增大电流至 35 A ，记下电压值，并保温 15 分钟，然后缓慢减少电流至零，断开真空系统电源。待试样冷却至室温时，取出试样进行金相检验。

2 金相检查

2.1 设备、仪器、工具和材料

2.1.1 金相显微镜

2.1.2 电解抛光仪或机械平面抛光机

2.1.3 金属铸模或金相试样镶嵌机

2.1.4 铅锡焊料（ $50\% \text{Pb} 50\% \text{Sn}$ 或胶木粉）

2.1.5 金相砂纸（ 400^* , 01^* , 02^* , 03^* , 04^* , 05^* ）

2.1.6 $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ （三级）

2.1.7 NaOH （三级）

2.1.8 乙醇（三级）

2.1.9 呢绒、平绒

2.2 制备金相磨片

2.2.1 取样

2.2.1.1 将蠕变试验过的直径为 1.25 mm 的试样去掉两端各 50 mm ，再依次相隔大致相等距离截下四段丝，每段长 $10 \sim 15\text{ mm}$ ，对于已断试样必须取一断口端。

2.2.1.2 将高温处理后直径为 0.4 mm 试样，去掉两端各 40 mm ，再在两端和中部截取样品，每段约长 $10 \sim 15\text{ mm}$ 。

2.2.2 镶样

把样品放在平面上，加上金属铸模。用瓷蒸发皿在电炉上把铅锡焊料熔化至流动性良好状态后，将其注入金属铸模。注入焊料时，可用金属片压住样品，以便保证样品排列整齐。

2.2.3 磨制

先用粗砂纸磨，后用细砂纸磨，每换一道砂纸须用水将样品冲洗干净并使磨制方向更换 90° ，一直磨到前一道磨纹全部消失后，再换后一道砂纸，要求磨出接近丝的直径截面。

2.2.4 抛光

电解抛光* 1 按下列条件进行：

a. 电解液： $1\% \sim 2\% \text{NaOH}$ 水溶液。

b. 阴极材料：不锈钢板。

c. 电流密度： $0.5 \sim 0.8\text{ A/cm}^2$ 。

d. 温度：室温。

e. 时间： $1 \sim 2$ 分钟至抛出镜面为止。

2.2.5 浸蚀

将 $30\% \text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 水溶液和 $10\% \text{NaOH}$ 水溶液按 $1 : 1$ 配制成浸蚀剂，用棉花沾上浸蚀剂擦样品抛光面数秒钟，然后用清水冲洗并吹干。

注：机械抛光可以得到同样的结果。

2.3 金相观察

2.3.1 浸蚀后的样品在显微镜上放在100倍进行观察并照相。

2.3.2 经高温蠕变后直径为1.25mm的掺杂钨丝，其金相组织与WAL牌号的标准照片1进行比较。

2.3.3 经高温处理后直径为0.4mm的掺杂钨丝，其金相组织与WAL1牌号的标准照片2或与WAL2牌号的标准照片3进行比较。

注：标准照片1，2，3是钨丝标准中判定钨丝牌号的照片。

附加说明：

本标准由电子工业部标准化所提出。

本标准由国营745厂起草。

本标准主要起草人许孝璋、陈安庆。

自本标准实施之日起SJ/Z 329—72标准作废。