



中华人民共和国国家标准

GB/T 4296—2004
代替 GB/T 4296—1984

变形镁合金显微组织检验方法

Inspection method for microstructure of wrought magnesium alloy

2004-03-24 发布

2004-09-01 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

本标准是对 GB/T 4296—1984《镁合金加工制品显微组织检验方法》的修订。本标准与 GB/T 4296—1984相比,主要变化如下:

——改进了试样制备方法。

——显微晶粒度测量方法采用了美国 ASTM E112:1996 的相关内容。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本标准由东北轻合金有限责任公司负责起草。

本标准由中国有色金属工业华南产品质量监督检验中心参加起草。

本标准主要起草人:侯绎、王美琪、时羽、张鸣、袁丽伟。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4296—1984。

变形镁合金显微组织检验方法

1 范围

本标准规定了变形镁合金显微组织检验用试样的制备、浸蚀和组织检验、晶粒度测定方法等。
本标准适用于变形镁合金材料、制品显微组织的检验。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

2.1

晶粒度 grain size

指基体(镁固溶体)的晶粒尺寸。少量的相、夹杂物和其他附加物,在晶粒度测定中通常不予考虑。

2.2

G 值 micro-grain size number G

显微晶粒级别指数。当已知检测面积 A (mm^2) 上的晶粒数为 N , 放大倍数为 100 时, G 与 A 、 N 有下列关系:

$$G = 1.0000 + \log_2(N/A) = 1.0000 + 3.3219 \lg(N/A)$$

3 试样的制备

3.1 试样切取

根据有关标准或技术协议的规定,选取有代表性部位。横向试样主要检查中心至表面的组织变化、晶粒度、化合物或夹渣物分布及表面缺陷、保护层、腐蚀的深度等;纵向试样主要检查变形程度、化合物或夹渣物破碎延伸情况等缺陷。

3.2 试样数量及尺寸

取样数量应根据标准或技术协议的规定及试验的要求而确定。试样尺寸可参照表 1。

表 1

mm

类型	长	宽	高
块试样	25	15	15
板试样	30	30	—

3.3 镶样

小试样,特别是检查制品表面层组织的试样可进行镶样。

3.4 试样粗加工

试样的被检查面用铣刀(或锉刀)去掉 1 mm~3 mm,铣或锉成平面。然后在研磨机上用 150 号~180 号砂纸垂直刀痕方向进行粗磨,推荐采用煤油进行冷却和润滑。磨掉全部刀痕,将试样转 90°,再用 380 号左右的砂纸进行细磨,磨去所有粗磨痕为止。

3.5 机械抛光

将磨好的试样用水冲洗干净,在抛光机上进行抛光。通常抛光机的转数在 400 r/min~600 r/min。精抛光时,转数在 150 r/min~200 r/min 为宜。

3.5.1 粗抛

在装有粗呢子的抛光盘上进行粗抛。用浓度大、颗粒较粗的三氧化二铬(或三氧化二铝或其他抛光材料)粉与水混合的悬浮液做粗抛光剂。垂直于磨痕抛光到磨痕全部消失,磨面平整光亮无脏物为止。

3.5.2 细抛

将粗抛好的试样用水冲洗干净后,在装有细呢子(或其他纤维细软的丝织品)的抛光盘上细抛。用浓度较稀、颗粒较细的三氧化二铬(或三氧化二铝或其他抛光材料)粉与水混合的悬浮液做细抛光剂。垂直于粗抛光痕迹抛到表面无任何痕迹和脏物,在显微镜上可观察到清晰的组织为止。

3.5.3 精抛

对特殊需要高质量显微图片的试样,细抛后可在慢抛光机上用鹿皮和极细的三氧化二铝粉进行精细抛光。

3.6 化学抛光

为了改善抛光质量或缩短试样制备时间,在细磨或粗抛后可进行化学抛光。抛光液成分见表2。用脱脂棉蘸以抛光液,垂直磨痕擦拭 30 s~35 s,迅速用酒精擦洗干燥。抛光液应现用现配。

表 2

序号	成分	侵蚀时间	用途
1	甘油 20 mL 盐酸 2 mL 硝酸 3 mL 乙酸 5 mL	30 s~35 s	抛光液,用于 3.6 化学抛光中使用。
2	硝酸 1 mL 乙酸 1 mL 草酸 1 g 水 150 mL	10 s~25 s	侵蚀剂,用于 4.3 中试样侵蚀。
3	苦味酸 3 g 酒精 50 mL 乙酸 20 mL 水 20 mL	5 s~30 s	侵蚀剂,用于 4.3 中试样侵蚀。
4	苦味酸 6 g 乙酸 2 mL 磷酸 0.5 mL 酒精 100 mL 水 1 mL	1 min~5 min	薄膜侵蚀剂,用于 4.4 中偏光下观察组织试样的制备。
<p>注 1: 在不降低质量的前提下,也可以采用其他侵蚀剂。 注 2: 配试剂应使用蒸馏水或去离子水。</p>			

4 试样浸蚀

4.1 试剂

- 4.1.1 甘油(ρ 1.261 g/mL)。
- 4.1.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 4.1.3 硝酸(ρ 1.40 g/mL)。
- 4.1.4 乙酸(ρ 1.049 g/mL)。
- 4.1.5 草酸。
- 4.1.6 苦味酸。

4.1.7 酒精(ρ 0.789 g/mL)。

4.1.8 磷酸(ρ 1.70 g/mL)。

4.2 浸蚀剂

浸蚀剂的成分及用途见表 2。

4.3 浸蚀

4.3.1 使用脱脂棉蘸其中一种浸蚀剂轻轻擦拭试样,或将试样浸入浸蚀剂内轻轻摆动,然后用酒精棉迅速擦净干燥。

4.3.2 为了提高偏光下观察组织的效果,需将试样放入薄膜浸蚀剂中进行浸蚀,当表面形成薄膜后,在酒精中浸泡洗净干燥,不得擦拭。薄膜浸蚀剂成分及浸蚀时间见表 2。

5 组织检查

在显微镜下观察试样,试样表面应洁净,组织清晰,无氧化污染现象及假象存在,否则应重新制备。在显微组织检查中,通常观察合金中相的形态和夹杂物等缺陷。图 1 至图 6 为制备及浸蚀符合要求的显微组织照片。

6 晶粒度的测定

6.1 试样的选择、制备及测量的一般原则

6.1.1 根据标准或技术条件规定的部位、方向或试验研究的需要选取试样。

6.1.2 应按照第 3 章和第 4 章制备和浸蚀试样。抛光过程中应保证试样无发热或明显的冷作硬化。

6.1.3 采用比较法(6.2)或平面晶粒计算法(6.3)或截距法(6.4)测定晶粒度。在每个截面上应测定三个或更多个有代表性面积内的晶粒数。代表性是指试样上所有部位都对测定结果作出贡献,而不是主观有意选定。

6.2 比较法

6.2.1 比较法适用于含有等轴晶(近似等轴晶)的完全再结晶晶粒和铸造材料晶粒。

6.2.2 比较法是将将在被检查试样上所观察到的晶粒图像与已知晶粒大小的标准图像比较,得到被检查试样的晶粒度(或通过简单计算)。

6.2.3 图 7~图 14 是镁合金晶粒度标准评级图,放大 100 倍,每个图下的表内给出不同放大倍数及相应的晶粒级别指数 G 。

6.2.4 在标准图所给出的放大倍数中选择适当的倍数,观察被检试样的晶粒图像,与标准图相比,由等同晶粒标准图下的表内查出 G 值。在表 3 上查出与 G 值对应的单位面积平均晶粒数 n_A (个/ mm^2),即是测定结果。由此可计算出晶粒平均面积 $\bar{a} = \frac{1}{n_A}$ ($\text{mm}^2/\text{个}$),晶粒的平均直径 $d_n = \sqrt{\bar{a}}$ (mm)。

6.2.5 如果被观察图像在两个相邻标准图之间, G 值可取中间值或靠近的标准图的 G 值。

6.3 平面晶粒计算法

6.3.1 在显微镜的毛玻璃或照片上划一个直径为 79.8 mm 的圆,面积近似 5 000 mm^2 ,选定放大倍数 g ,使该圆内至少有 50 个晶粒。

6.3.2 查出圆内完整的晶粒数 n_1 及被圆周所切割晶粒数 n_2 ,按公式(1)及公式(2)算出圆内的晶粒总数 n_g ,依据公式(3)计算单位面积的平均晶粒数 n_A 。

当 n_2 为偶数:

$$n_g = n_1 + \frac{n_2}{2} \dots\dots\dots (1)$$

当 n_2 为奇数:

$$n_g = n_1 + \frac{n_2 + 1}{2} \dots\dots\dots (2)$$

$$n_A = \frac{n_g}{5\,000/g^2} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- n_g ——圆内的晶粒总数；
- n_1 ——或圆内完整的晶粒数；
- n_2 ——圆周边切割的晶粒数；
- n_A ——单位面积的平均晶粒数；
- g ——放大倍数。

6.3.3 非等轴晶，应在纵向、横向和高向三个互相垂直的平面内进行晶粒计算，这三个平面内的晶粒数分别为 n_x 、 n_y 和 n_z 。每立方毫米内的晶粒数 $n_v = \sqrt{0.8n_x \cdot n_y \cdot n_z}$ 。

6.3.4 可参考表 4 给出测量结果对应的晶粒级别指数 G 和相关数据。

表 3

晶粒度级别指数 G	单位面积的平均 晶粒数/(个/mm ²)	晶粒度级别指数 G	单位面积的平均 晶粒数/(个/mm ²)	晶粒度级别指数 G	单位面积的平均 晶粒数/(个/mm ²)
-3	1	3	64	9	4096
-2.5	1.41	3.5	90.5	9.5	5793
-2	2	4	128	10	8192
-1.5	2.83	4.5	181	10.5	11583
-1	4	5	256	11	16384
-0.5	5.66	5.5	362	11.5	23170
0	8	6	512	12	32768
0.5	11.31	6.5	724	12.5	46341
1	16	7	1024	13	65536
1.5	22.63	7.5	1448	13.5	92682
2	32	8	2048	14	131076
2.5	45.25	8.5	2896		

6.4 截距法

6.4.1 截距法推荐用于不均匀的等轴晶粒组织，对于各向异性组织，可分别测定三个主要方向上的晶粒度，在适当的情况下可较合理地测定平均晶粒度。本方法可借助各种类型的试验仪器来完成测量与计算。例如，定量显微镜和图像分析仪等。

6.4.2 用截距法测量晶粒度，是在毛玻璃上或在试样的代表性视场内，通过计算被一根或数根直线（通常称为检测线）相截的晶粒数（在直线的总长度上不应少于 50 个相截晶粒），用计算平均截距的方法测定晶粒度。

6.4.3 应对随机选定的、分离较远的 3 个~5 个视场进行晶粒测量，以得出该试样合理的晶粒度平均值。

6.4.4 平均截距 l 按公式(4)计算：

$$l = \frac{\text{一条或多条检测线的总长度}}{\text{检测线与晶界的交点总数} \times \text{所用放大倍数}} \dots\dots\dots (4)$$

6.4.5 平均截距 l 的长度，略低于晶粒的平均直径尺寸，在通常测量时，可以认为是晶粒的平均直径。可参考表 4 给出的相关晶粒度数据。

6.4.6 对于非等轴晶，每一立方毫米内的晶粒数按公式(5)计算：

$$n_v = 0.566 \times n_x \cdot n_y \cdot n_z \dots\dots\dots (5)$$

式中：

n_v ——每一立方毫米内的晶粒数；

n_z ——在纵向上被直线交截的每一毫米上的平均晶粒数；

n_x ——在横向上被直线交截的每一毫米上的平均晶粒数；

n_h ——在高向上被直线交截的每一毫米上的平均晶粒数。

6.4.7 可参考表4 评定计算结果对应的晶粒级别指数 G 和相关数据。

7 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 试样的历史；
- b) 取样部位；
- c) 合金牌号或化学成分；
- d) 处理状态；
- e) 缺陷类型；
- f) 组织说明；
- g) 放大倍数和浸蚀条件。

表4 用于均匀任意取向等轴晶粒计算的显微晶粒度关系

显微晶粒度 级别指数 G	平均晶粒截面的 “直径” ^{a)}		平均截距 $l/\mu\text{m}$	每毫米检 测线上的 截点数 $1/l$	平均晶粒 截面面积 $\bar{a}/$ ($\times 10^{-3} \text{mm}^2$)	每立方毫米 晶粒计算数 $n_v^b)$	单位面积的平均晶粒数 n_A	
	名义直径 $d_0/\mu\text{m}$	Feret 直径 $d_f/\mu\text{m}$					1 倍下每 平方毫米 晶粒数	100 倍下每 平方英寸 晶粒数
00A	510	570	0.453	2.210	258	6.11	3.88	0.250
0	360	303	0.320	3.125	129	17.3	7.75	0.500
0.5	300	339	0.269	3.716	91.2	29.0	11.0	0.707
1.0	250	285	0.226	4.42	64.5	48.8	15.50	1.000
1.5	210	240	0.190	5.26	45.6	82	21.9	1.414
...	200	226	0.177	5.64	40.0	100	25.0	1.613
2.0	180	202	0.160	6.25	32.3	138	31.0	2.000
2.5	150	170	0.135	7.43	22.8	232	43.8	2.828
3.0	125	143	0.113	8.34	16.1	391	62.0	4.000
...	120	135	0.106	9.41	14.4	463	69.4	4.480
3.5	105	120	0.095	10.51	11.4	657	87.7	5.657
...	100	113	0.089	11.29	10.0	800	100	6.452
4.0	90	101	80.0	12.5	8.07	1105	124	8.000
4.5	75	85	67.3	14.9	5.70	1859	175	11.31
...	70	79	62.0	16.1	4.90	2331	204	13.17
5.0	65	71	56.6	17.7	4.03	3126	284	16.00
...	60	68	53.2	18.8	3.60	3708	278	17.92
5.5	55	60	47.6	21.0	2.85	5258	351	22.63
...	50	56	44.3	22.6	2.50	6400	400	25.81
6.0	45	50	40.0	25.0	2.02	8842	496	32.00

表 4 (续)

显微晶粒度 级别指数 G	平均晶粒截面的 “直径” ^{a)}		平均截距 l/μm	每毫米检 测线上的 截点数 1/l	平均晶粒 截面面积 $\bar{a}/$ ($\times 10^{-3} \text{mm}^2$)	每立方毫米 晶粒计算数 n_v^b	单位面积的平均晶粒数 n_A	
	名义直径 $d_0/\mu\text{m}$	Feret 直径 $d_f/\mu\text{m}$					1 倍下每 平方毫米 晶粒数	100 倍下每 平方英寸 晶粒数
...	40	45	35.4	28.2	1.60	12500	625	40.32
6.5	38	42	33.6	29.7	1.43	14871	701	45.25
...	35	39	31.0	32.2	1.23	18659	816	52.67
7.0	32	36	28.3	35.4	1.008	25010	992	64.00
...	30	34	26.6	37.6	0.900	29630	1111	71.68
7.5	27	30	23.8	42.0	0.713	42061	1403	90.51
...	25	28	22.2	45.1	0.625	51200	1600	103.23
8.0	22	25	20.0	50.0	0.504	70700	1980	128.0
...	20	23	17.7	56.4	0.400	100000	2500	161.3
8.5	19	21	16.8	59.5	0.356	119000	2810	181.0
9.0	16	18	14.1	70.7	0.252	200000	3970	256.0
...	15	17	13.3	75.2	0.225	237000	4440	286.8
9.5	13	15	11.9	84.1	0.178	336000	5610	362.0
10.0	11	13	10.0	100	0.126	566000	7940	512.0
...	10	11.3	8.86	113	0.100	800000	10000	645.2
10.5	9.4	10.6	8.41	119	0.0891	952000	11220	724.1
...	9.0	10.2	7.98	125	0.0810	1097000	12350	796.5
11.0	8	8.9	7.07	141	0.0630	1600000	15870	1024
...	7.0	7.9	6.20	161	0.0490	2332000	20410	1317
11.5	6.7	7.5	5.95	168	0.0446	2692000	22450	1448
...	6.0	6.8	5.32	188	0.0360	3704000	27780	1792
12.0	5.6	6.3	5.00	200	0.0315	4527000	31710	2048
...	5.0	5.6	4.43	226	0.0250	6400000	40000	2581
12.5	4.7	5.3	4.20	238	0.0223	7610000	44900	2896
13.0	4.0	4.2	3.54	283	0.0158	12800000	63500	4096
13.5	3.3	3.7	2.97	336	0.0111	21540000	89800	5793
...	3.0	3.4	2.66	376	0.0090	29600000	111100	7168
14.0	2.8	3.2	2.50	400	0.00788	36200000	127000	8192
...	2.5	2.8	2.22	451	0.00625	51200000	160000	10323

a) $d_f = \bar{a}\sqrt{l}$, d_0 和 d_f 值为修约后的数值。

b) n_v 是根据球形的平均晶粒计算 $n_v = 0.566 \times l^{-3}$ 。



图1 ME20M 板材纵向冷轧组织
2号浸蚀剂浸蚀 ×200

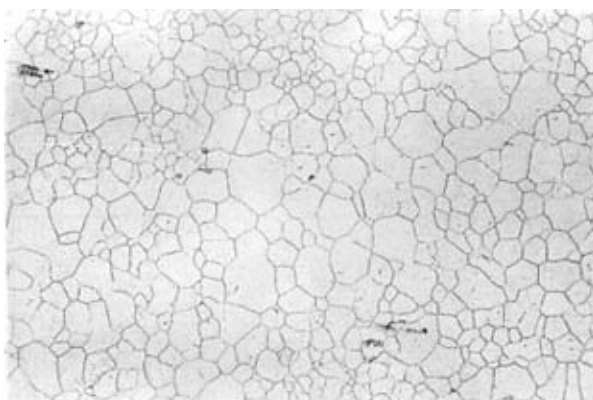


图2 ME20M 厚板横向热轧组织
3号浸蚀剂浸蚀 ×200



图3 AZ41M 型材纵向热挤压组织
2号浸蚀剂浸蚀 ×200



图4 ZK61M 模锻件纵向热变形组织
2号浸蚀剂浸蚀 ×200

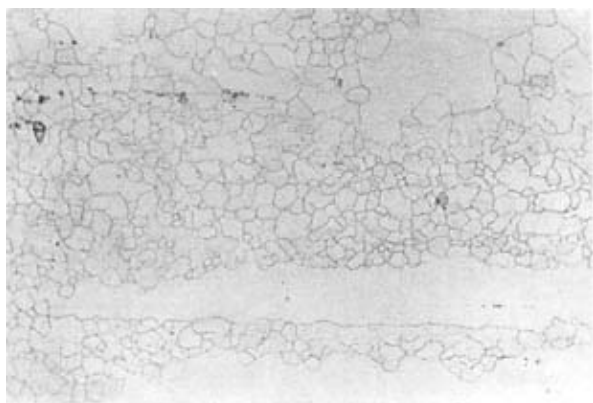


图5 AZ40M 棒材纵向热挤压组织
3号浸蚀剂浸蚀 ×200

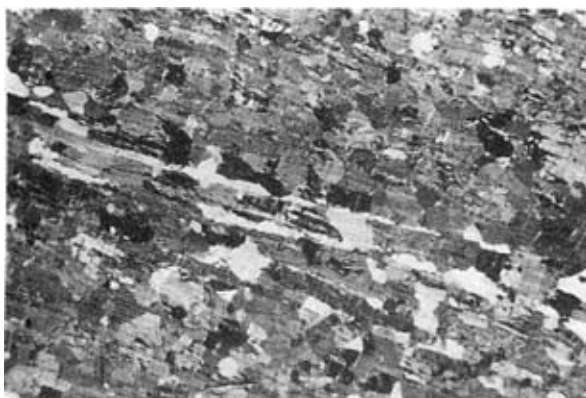
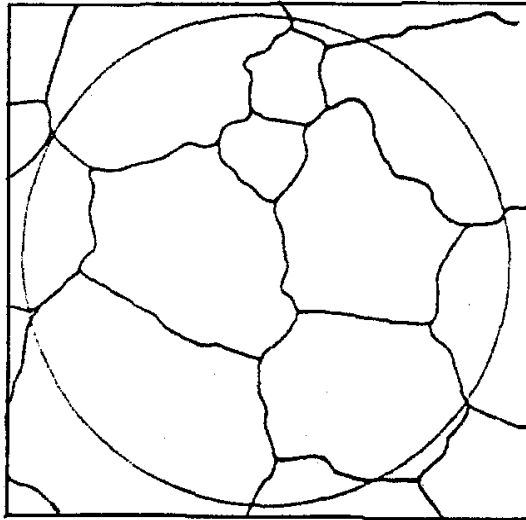


图6 AZ41M 棒材纵向偏振光组织
4号浸蚀剂浸蚀 ×100

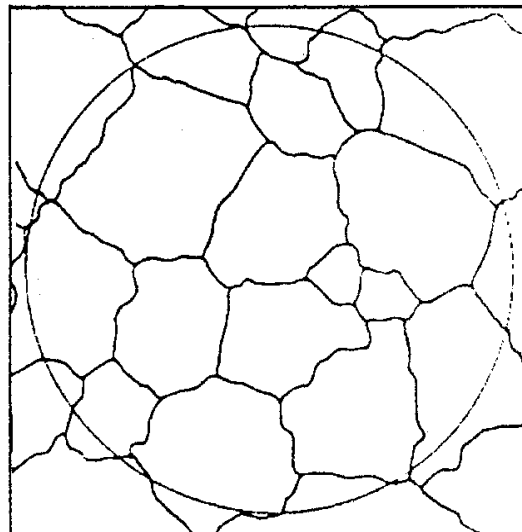
n° I



晶粒级别指数	-3	-1	1	3	5	7
放大倍数	25	50	100	200	400	800

图 7

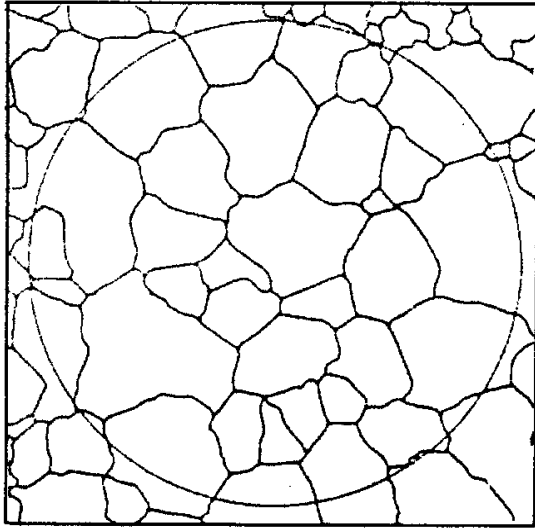
n° II



晶粒级别指数	-2	0	2	4	6	8
放大倍数	25	50	100	200	400	800

图 8

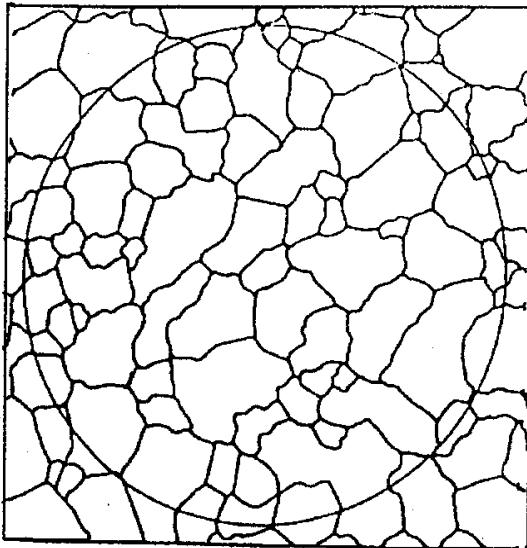
n° III



晶粒级别指数	-1	1	3	5	7	9
放大倍数	25	50	100	200	400	800

图 9

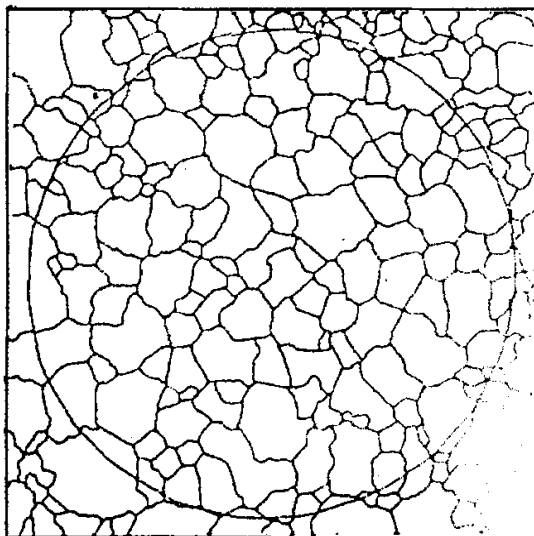
n° IV



晶粒级别指数	0	2	4	6	8	10
放大倍数	25	50	100	200	400	800

图 10

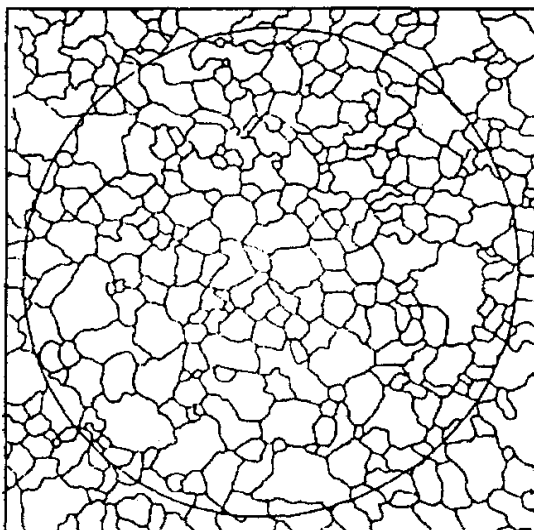
$n^{\circ} V$



晶粒级别指数	1	3	5	7	9	11
放大倍数	25	50	100	200	400	800

图 11

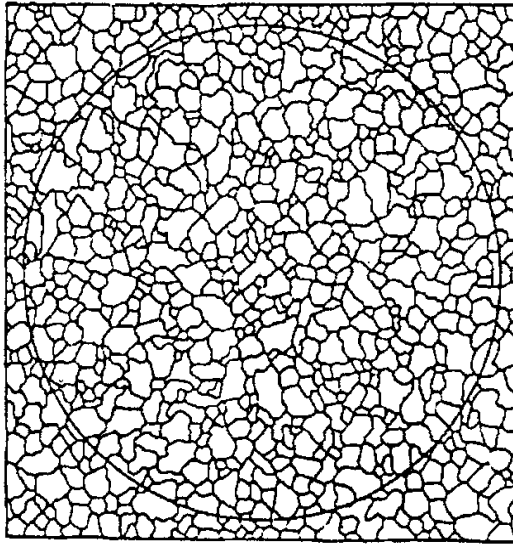
$n^{\circ} VI$



晶粒级别指数	2	4	6	8	10	12
放大倍数	25	50	100	200	400	800

图 12

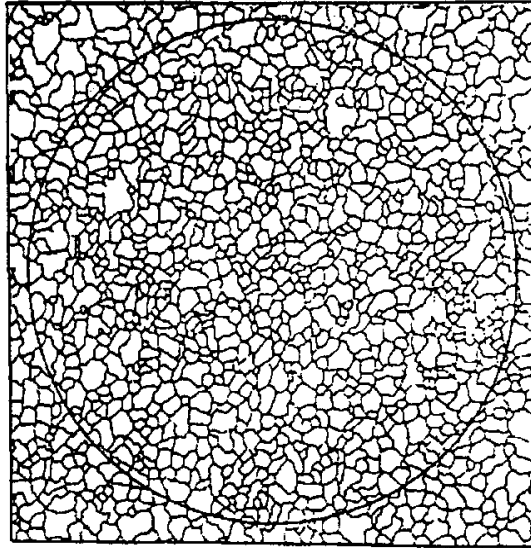
n° VII



晶粒级别指数	3	5	7	9	11	13
放大倍数	25	50	100	200	400	800

图 13

n° VII



晶粒级别指数	4	6	8	10	12	14
放大倍数	25	50	100	200	400	800

图 14