



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4564—2016

电工钢片(带)晶粒取向性鉴定用 金相试样制备方法

Preparation method of metallographic sample for grain orientation
identification of electrical steel sheet(strip)

2016-08-23 发布

2017-03-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李岩、董秀文、颜怀玉、孔平、李隆旭、蒋晓光。

电工钢片(带)晶粒取向性鉴定用 金相试样制备方法

1 范围

本标准规定了电工钢片(带)晶粒取向性鉴定用金相试样的制备方法。

本标准适用于冷轧电工钢片(带)晶粒取向性鉴定用光学显微镜和扫描电子显微镜分析试样的制备。

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。凡是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 13298 金属显微组织检验方法

SN/T 4563 电工钢片(带)晶粒取向性鉴定方法 金相法

3 试剂和材料

除另有说明外,所有试剂均为分析纯,水为去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 草酸。
- 3.2 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。
- 3.3 过氧化氢(30%)。
- 3.4 氢氟酸($\rho=1.15 \text{ g/mL}$)。
- 3.5 盐酸($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)。
- 3.6 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/mL}$)。
- 3.7 无水乙醇。
- 3.8 抛光液配比:7.5 g 草酸+200 mL 过氧化氢+15 mL 氢氟酸。
- 3.9 A 侵蚀液的配比:100 mL 去离子水+15 mL 过氧化氢+0.5 mL 盐酸。
- 3.10 B 侵蚀液的配比:100 mL 去离子水+10 g 三氯化铁+1.0 mL 盐酸。
- 3.11 C 侵蚀液的配比:1%硝酸乙醇。
- 3.12 丙烯酸树脂、聚酯树脂或环氧树脂金相试样冷镶嵌料。

4 仪器设备

- 4.1 剪切设备,小型冲床、剪板机。
- 4.2 试样镶嵌设备,硅胶或橡胶冷镶模具。
- 4.3 试样磨抛设备,金相试样预磨机、抛光机。

5 试样制备

5.1 试样选择

应在交货状态的电工钢片(带)及其制成品上抽取代表性样品。样品的轧制表面应当平整、清洁,无锈蚀、划伤等缺陷,尽可能标明样品的轧制方向。

5.2 试样尺寸

样品的轧制表面为金相磨面。推荐的试样尺寸为直径 20 mm~25 mm 圆形或 20 mm×20 mm 矩形。试样采用冲切或剪切的方法截取,不得采用可能引起试样受热、变形等可能改变组织状态的截取方法。

5.3 标记

试样在截取或镶嵌后立即进行标记,应在试样磨面以外的其他部位打印或刻写,所做标记应确保试样在清洗、磨抛、侵蚀等过程中不被损坏、遮蔽。

5.4 试样清洗

试样表面应保持清洁,若有油渍、污物、冷却液或残渣,可用合适的溶剂(如乙醇、丙酮)清洗。

5.5 试样镶嵌

使用丙烯酸树脂、聚酯树脂或环氧树脂等金相试样冷镶嵌料对试样进行镶嵌。试样磨面朝下放入镶模中,按说明书的要求将树脂及固化剂搅成糊状,缓缓注入模具,在室温下固化成型。搅拌过程中应尽量避免出现气泡。

6 试样研磨

6.1 试样磨光

将镶嵌好的试样依次用 180 Cw、600 Cw 和 1 000 Cw 碳化硅水磨砂纸磨光。每换一道砂纸,试样需转 90°,与旧磨痕成垂直方向。为防止试样过热以及镶嵌树脂软化,磨光过程中要用水冷却。每更换一道砂纸,要用水冲掉试样上的砂粒,以免将粗砂粒带到下一道细砂纸上。有关试样研磨的一般要求,见 GB/T 13298。

由于电工钢片(带)很薄,试样的磨去量不能太大,磨去量以刚刚磨去绝缘层为宜。

6.2 试样抛光

经磨光的试样用水冲洗干净并脱水后,置于抛光液(3.8)中进行化学抛光。保持时间 8 s~12 s,取出后用去离子水冲洗,无水乙醇脱水吹干。抛光液应盛放在玻璃器皿中。

注 1: 试样放入抛光液时,试样抛光表面向下,液体没过试样表面即可。

注 2: 抛光操作的环境温度以 25 °C 为宜,根据环境温度情况,抛光时间可以适当调整。

注 3: 抛光后,如果试样表面还有腐蚀产物,可以用脱脂棉蘸 1% 硝酸乙醇溶液擦去。

7 试样侵蚀

7.1 试样侵蚀效果以能清晰显示腐蚀坑的几何轮廓为宜。侵蚀时试样抛光表面向下,并与器皿表面保

持适当距离。

7.2 将磨抛好的试样放到 A 侵蚀液(3.9)中停留 8 s~15 s,取出后立即用去离子水冲洗擦干。应采用新抛光的试样进行侵蚀,A 侵蚀液现用现配。

7.3 将 7.2 侵蚀过的试样转入 B 侵蚀液(3.10)中停留 5 s,并同时用蘸有该侵蚀液的棉球擦拭试样表面,去除黄褐色氧化层,并尽快转入 C 侵蚀液(3.11)中。

7.4 将试样放到 C 侵蚀液(3.11)中停留 10 s~15 s,用蘸有该侵蚀液的棉球擦拭试样表面至全部去除黄褐色氧化层、侵蚀晶界,然后用去离子水冲洗,乙醇脱水吹干。

注 1: 侵蚀操作的环境温度以 25 ℃为宜,根据环境温度情况,侵蚀时间可以适当调整。

注 2: 试样在 A 侵蚀液中侵蚀时间过长,腐蚀坑数量会明显增多,影响分析观察。

注 3: 试样在 B 侵蚀液中侵蚀时间过长,腐蚀坑的边棱会腐蚀坍塌,降低腐蚀坑成像质量。

8 试样检查

侵蚀后的试样在显微镜下观察腐蚀坑的几何轮廓清晰完整程度,以检查侵蚀效果,具体操作方法见 SN/T 4563。经检查如果试样侵蚀效果欠佳,宜重新制备试样。

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
电工钢片(带)晶粒取向性鉴定用
金相试样制备方法
SN/T 4564—2016

*

中国标准出版社出版
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)
总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2017年12月第一版 2017年12月第一次印刷
印数 1—500

*

书号: 155066 • 2-32349 定价 14.00 元



SN/T 4564-2016