

团 体 标 准

T/CFA xxxx—202x

铸铁件缺陷检测-电镜分析法

Iron Casting defect detection -electron microscopy analysis method

征求意见稿

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利上连同支持性文件一并附上。

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中国铸造协会 发布

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 电镜工作原理	1
5 电镜分析内容	2
5.1 缺陷种类	2
5.2 缺陷成分	2
6 检验条件	2
6.1 环境条件	2
6.2 环境条件	2
6.3 配件要求	2
6.4 样品要求	2
7 检验项目和检验方法	3
7.1 缺陷的形貌观察和分析	3
7.2 缺陷的电镜能谱分析	3
8 缺陷判定	3
8.1 夹渣缺陷综合判定	3
8.2 缩松缺陷综合判定	5
8.3 气孔缺陷综合判定	5
8.4 砂眼缺陷综合判定	6
8.5 夹杂物缺陷判定	8
8.6 冷隔缺陷综合判定	9
8.7 热裂缺陷判定	10
8.8 氮气孔缺陷判定	11
9 检验报告	12
参考文献	13
图 1 扫描电子显微镜原理示意图	2
图 2 缸盖 HT300 铸造顶面 夹渣缺陷形貌	4
图 3 缸盖 HT300 铸造顶面 夹渣缺陷微观形貌	4
图 4 缸盖 HT300 铸造顶面 夹渣处电镜能谱分析结果	4
图 5 机体 HT250 主螺栓孔处 缩松缺陷形貌	5
图 6 机体 HT250 主螺栓孔处 缩松缺陷微观形貌	5
图 7 机体 RuT450 副油道处气孔缺陷形貌	6
图 8 机体 RuT450 副油道处气孔缺陷微观形貌	6
图 9 机体 HT250 底平面 砂眼缺陷形貌	7

图 10 机体 HT250 底平面 砂眼缺陷形貌 7

图 11 机体 HT250 底平面 砂眼电镜能谱分析结果 8

图 12 缸盖 HT250 铸造顶面 过滤网破损 夹杂物缺陷形貌 8

图 13 缸盖 HT250 铸造顶面 过滤网破损 夹杂物缺陷形貌 9

图 14 缸盖 HT250 铸造顶面 过滤网破损 夹杂物电镜能谱分析结果 9

图 15 排气管 QTRSi4Mo1 薄管壁处 冷隔缺陷形貌..... 10

图 16 排气管 QTRSi4Mo1 薄管壁处 冷隔缺陷微观形貌..... 10

图 17 机体 HT250 底平面 热裂缺陷形貌 11

图 18 机体 HT250 底平面 热裂缺陷微观形貌 11

图 19 缸盖 HT300 阀座加工面 氮气孔缺陷形貌 12

图 20 缸盖 HT300 阀座加工面 氮气孔缺陷形貌 12

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国铸造协会质量检测实验工作委员会、标准工作委员会提出。

本文件由中国铸造协会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件为首次发布。

引 言

在铸造过程中会产生各种缺陷，降低铸铁件本体的金属连续性，在使用期间甚至发生失效，极大影响铸铁件工作可靠性，因而核查铸铁件缺陷，保证铸铁件质量是非常必要的。

目前国内铸铁件缺陷类检验方法尚没有相关标准，铸铁件缺陷判定大多依靠人工目视检验，具有相似特征的铸铁件缺陷很容易产生混淆，所以，有必要制定本文件为铸铁件缺陷的电镜分析与判断提供分析方法，指导后续铸造工艺改进，推动铸铁件质量提升。

铸铁件缺陷检测-电镜分析法

1 范围

本文件规定了电镜检测铸造缺陷的术语和定义、电镜工作原理、电镜分析内容、检验条件、检验项目和检验方法、缺陷判定、检测报告等内容。

本文件适用于铸铁件夹渣、缩松、气孔、砂眼、夹杂物、冷隔、热裂、氮气孔缺陷分析及判定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 5611 铸造术语
- GB/T 17359 微束分析 原子序数不小于 11 的元素能谱法定量分析

3 术语和定义

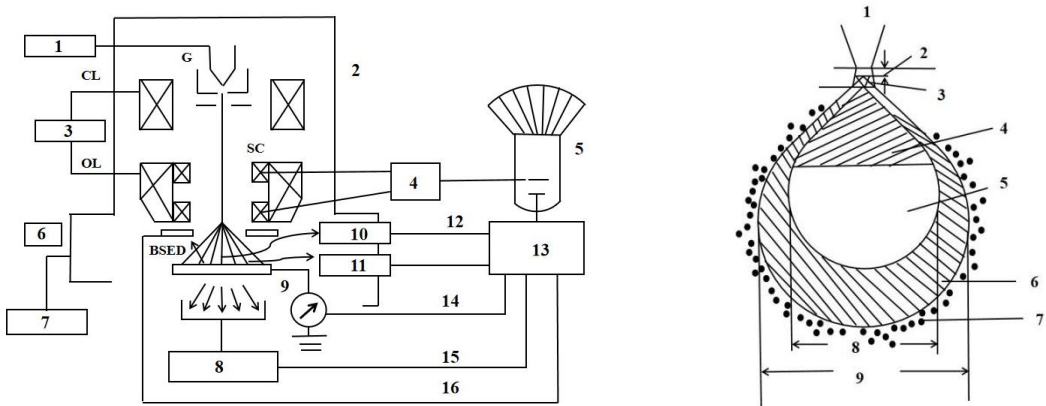
GB/T 5611 界定的以及下列术语和定义适应于本文件。

3.1

氮气孔 nitrogen blow hole
铁液中含有过高的氮，在铸件凝固期间，氮的溶解度急剧下降，就会析出氮气，形成氮气孔。

4 电镜工作原理

扫描电镜一般包括真空系统，电子束系统，成像系统。工作原理是用一束极细的电子束扫描样品，在样品表面激发出二次电子，利用二次电子成像，显示出与电子束同步的扫描图像，能谱仪装配在扫描电镜上配合使用，进行成分分析。扫描电镜工作原理参见图 1。



- | | | | | | | |
|----------|-------------|-----------|------------|-----------------------|------------|------------|
| 1. 电子枪电源 | 2. 镜筒 | 3. 透镜电源 | 4. 同步扫描发生器 | 1. 入射电子束 | 2. 俄歇电子 | 3. 二次电子 |
| 5. 荧光屏 | 6. 样品室 | 7. 真空系统 | 8. 透射电子探测器 | 4. 背散射电子 | 5. 特征 X 射线 | 6. 连续 X 射线 |
| 9. 样品 | 10. E-T 探测器 | 11. 荧光探测器 | | 7. 由连续和特征 X 射线激发的二次荧光 | | |
| 12. 二次电子 | 13. 视频放大器 | 14. 吸收电子 | | 8. 背散射电子的空间分辨率 | | |
| 15. 透射电子 | 16. 背散射电子 | | | 9. X 射线的分辨率 | | |

a. 扫描电镜工作原理图

b. 电镜能谱原理图

图 1 扫描电子显微镜原理示意图

5 电镜分析内容

5.1 缺陷种类

缺陷种类：夹渣、缩松、气孔、砂眼、夹杂物、冷隔、热裂、氮气孔等；以其电镜下形态、衬度等特征，加以区分。

5.2 缺陷成分

对铸铁件缺陷处的微区成分、元素的面分布及线分布情况进行分析和表征。

6 检验条件

6.1 环境条件

温度要求：(19±4) °C，湿度要求≤ 65 %RH。

6.2 检测条件

扫描电子显微镜、电镜能谱仪。

6.3 配件要求

超声波清洗机、纯度大于 99.996 % 的氮气、塑胶手套（无粉尘）、无水乙醇。

6.4 样品要求

6.4.1 大面积缺陷样品

对于缺陷面积特别大的样品，选取一个或几个有代表性的区域，用机械加工或线切割方法，切取适合所用扫描电子显微镜观察分析的样块，缺陷观察面尽量与底面平行，高度以小于 20 mm 为宜。

6.4.2 表面缺陷、加工面缺陷样品

用机械加工或线切割方法，切取适合所用扫描电子显微镜观察分析的样块，缺陷观察面应与底面平行，高度以应小于 20 mm 为宜。

6.4.3 内部缺陷、热裂纹、断口缺陷样品

超声波、CT 等探伤发现的内部缺陷、热裂纹等铸铁件样品，用机械加工或线切割方法去除周边多余部分，从缺陷处打开形成断口，再用机械加工或线切割方法，切取适合所用扫描电子显微镜观察分析的样块，缺陷观察面应与底面平行，高度以小于 20 mm 为宜。

6.4.4 样品处理

缺陷样品底平面应磨平，浸在无水乙醇中进行超声波清洗后，应用导电胶带牢固粘贴在样品台上。

7 检验项目和检验方法

7.1 缺陷的形貌观察和分析

开启电镜及能谱仪进入软件界面，放置或更换样品，调节直至观察到清晰图像。首先低倍下对样品全貌进行观察，找出缺陷部位。再针对缺陷部位进行逐一低倍至高倍观察分析，拍摄清晰的SEM图像照片；对于不导电样品或对样品不导电区域进行观察分析时，电压不宜选用过高，建议选用5kV及以下电压，以免引起电荷聚焦效应。

7.2 缺陷的电镜能谱分析

设置电镜至合适参数，调节电镜找出缺陷部位，调节至适合电镜能谱分析的较佳工作距离，并调节直至观察到清晰图像，进入能谱区域分析程序，进入感兴趣区采集图像，利用选区工具选择缺陷区域进行能谱采集，根据采集的能谱图确定元素，因 C 元素易受污染干扰，一般不参与定量分析，O 为夹渣、砂眼、夹杂等主要元素成分，参与成分定量分析，进入定量分析程序后，选择报告模板，输出相应的分析结果和报告。每个缺陷至少选择三个有代表性的区域进行电镜能谱分析，以提高结果准确性；进入能谱面分析程序，进入感兴趣区采集图像，开始面分布能谱采集，根据采集的能谱图确定元素，进入面分析程序，选择报告模板，输出相应的各元素面分析结果和报告。

8 缺陷判定

8.1 夹渣缺陷综合判定

夹渣缺陷综合判定内容有：

- a) 位置及分布：多发生于浇帽口附近、浇注顶面、死角处等；
- b) 形貌特征：形状不规则，多呈颗粒状或团块状，一般较为圆滑，衬度变化明显；
- c) 铸铁件缺陷部位的电镜能谱区域分析：在铸铁件缺陷处选三个有代表性区域电镜能谱分析，通常夹渣缺陷中含有 Si、Al、Ca、Mg、K 等元素；
- d) 常见夹渣缺陷形貌参见图 2、图 3；
- e) 夹渣缺陷参见图 4。

综上，同时符合以上四个方面的特征，就可判定属于夹渣缺陷。

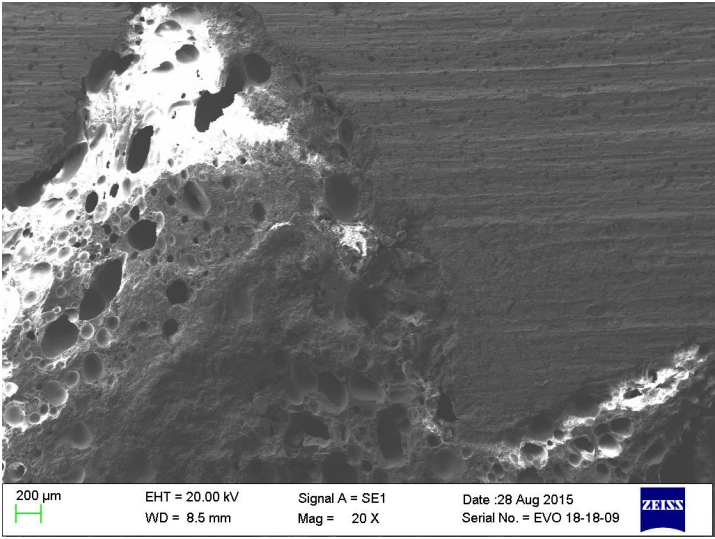


图 2 缸盖 HT300 铸造顶面 夹渣缺陷形貌

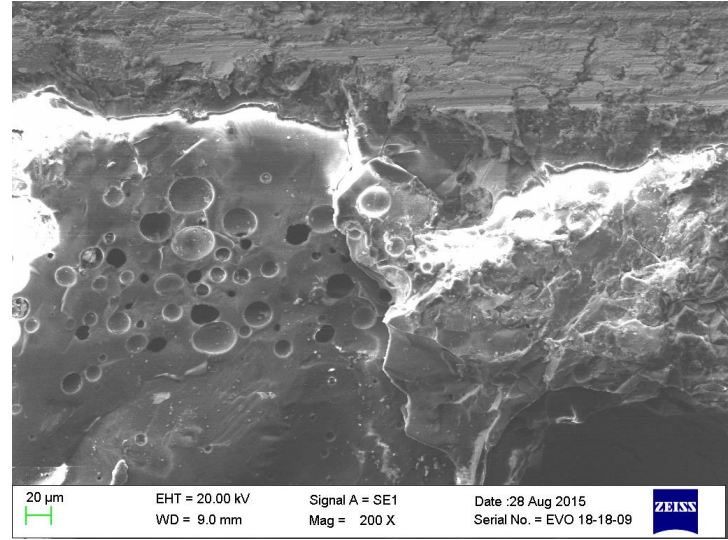


图 3 缸盖 HT300 铸造顶面 夹渣缺陷微观形貌

元素	重量百分比	原子百分比
O K	63.10	75.31
Na K	1.97	1.63
Mg K	0.61	0.48
Al K	5.00	3.54
Si K	25.52	17.35
K K	1.79	0.88
Ca K	0.73	0.35
Ti K	0.56	0.22
Fe K	0.72	0.25
总量	100.00	

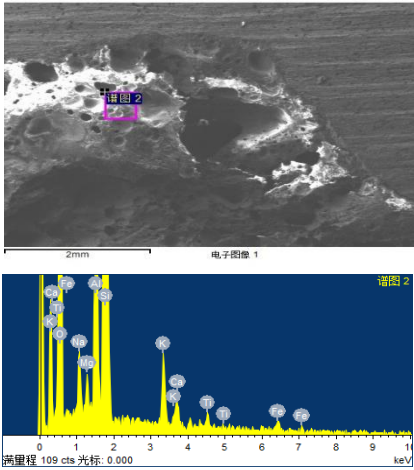


图 4 缸盖 HT300 铸造顶面 夹渣处电镜能谱分析结果

8.2 缩松缺陷综合判定

缩松缺陷综合判定内容有：

- a) 位置及分布：常产生在铸铁件厚大及热节部位，铸铁件结构不合理，壁厚变化突然；内浇道问题等都容易产生缩松现象；
- b) 形貌特征：通常呈微小的孔洞，一般枝状晶特别发达，枝晶间有空隙，枝晶呈卵形，葡形，糖葫芦，棒形等形状，枝晶表面有生长花纹或台阶；
- c) 常见缩松缺陷形貌参见图 5、图 6。

综上，同时符合以上两个方面的特征，就可判定属于缩松缺陷。

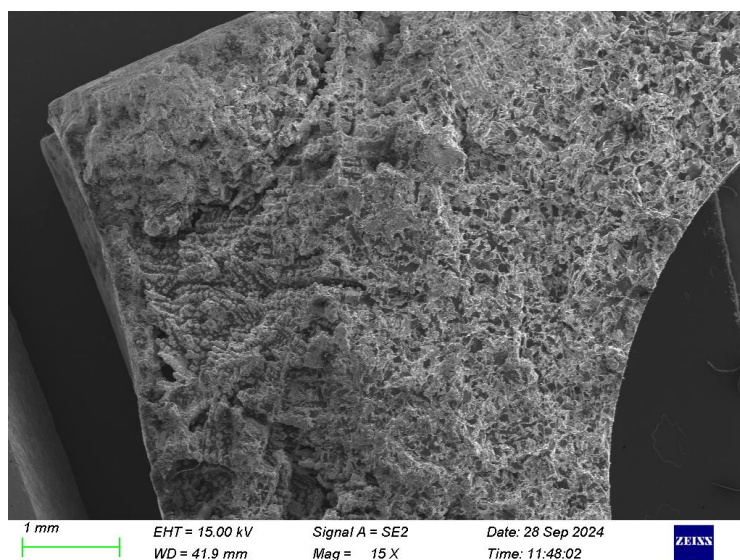


图 5 机体 HT250 主螺栓孔处 缩松缺陷形貌

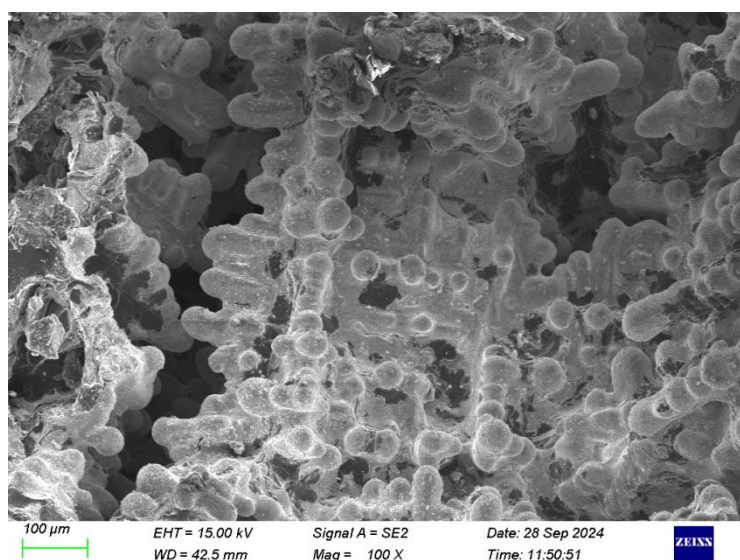


图 6 机体 HT250 主螺栓孔处 缩松缺陷微观形貌

8.3 气孔缺陷综合判定

气孔缺陷综合判定内容有：

- a) 位置及分布：产生于铸铁件内部、表面或近表面；
- b) 形貌特征：孔壁光滑，内凹，呈大小不等的圆形及不规则形，有单个的，也有聚集成片的，表面常有氧化皮或碳膜出现；
- c) 常见气孔形貌参见图 7、图 8。

综上，同时符合以上方面的特征，就可判定属于气孔缺陷。

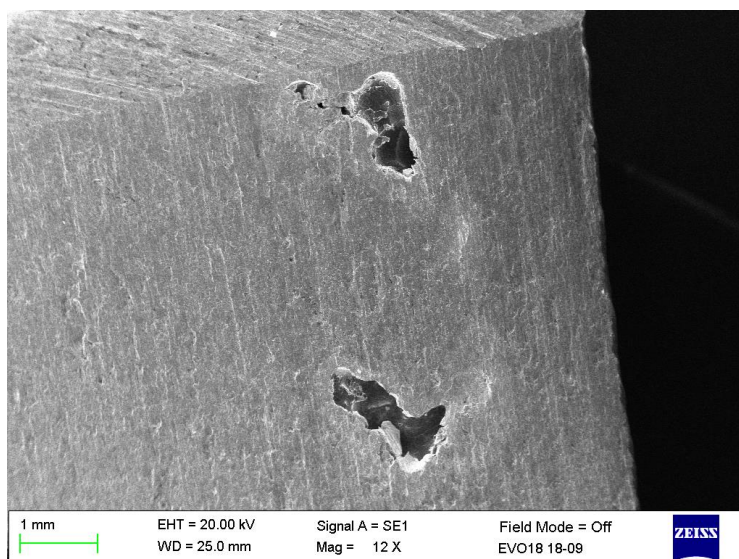


图 7 机体 RuT450 副油道处气孔缺陷形貌

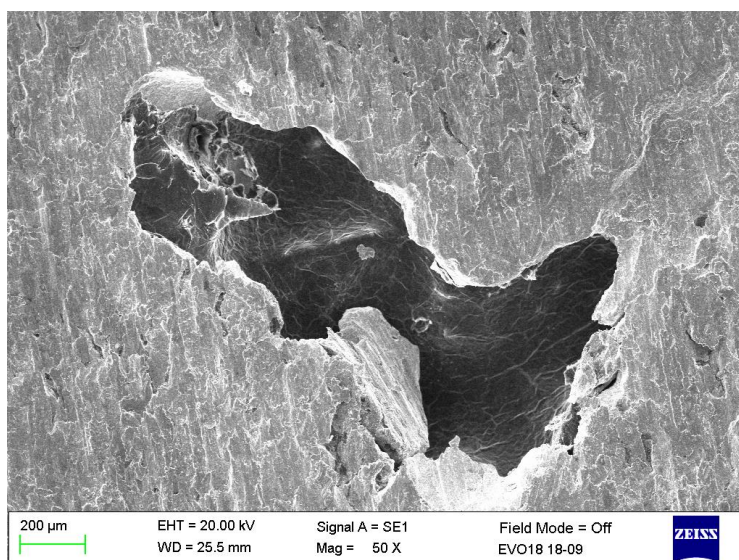


图 8 机体 RuT450 副油道处气孔缺陷微观形貌

8.4 砂眼缺陷综合判定

砂眼缺陷综合判定内容有：

- a) 位置及分布：砂眼常产生于铸铁件表面、皮下或铸铁件内部；
- b) 形貌特征：形状不规则，衬度变化明显，一般较松散，颗粒感强、常伴有砂粒晶体出现；

c) 铸铁件砂眼缺陷的电镜能谱区域分析：铸铁件缺陷部位的电镜能谱区域分析结果中，以 SiO_2 为主；

d) 常见砂眼缺陷形貌参见图 9、图 10；

e) 常见砂眼能谱分析结果参见图 11。

综上，同时符合以上方面的特征，就可判定属于砂眼缺陷。

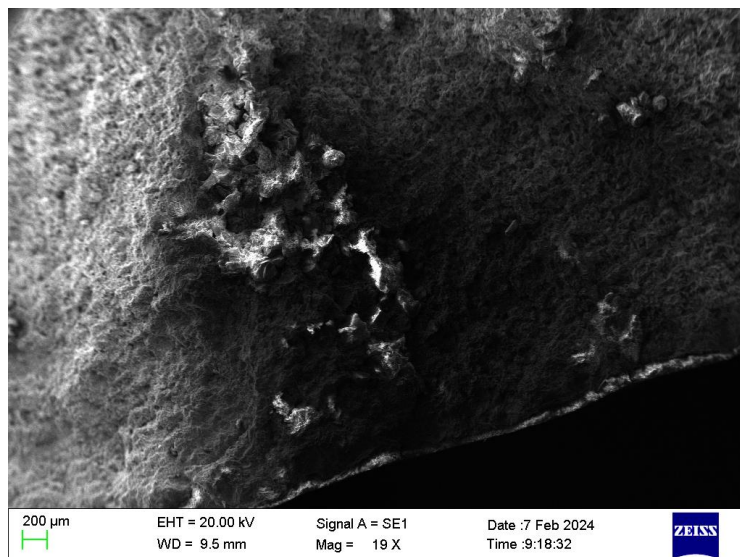


图 9 机体 HT250 底平面 砂眼缺陷形貌

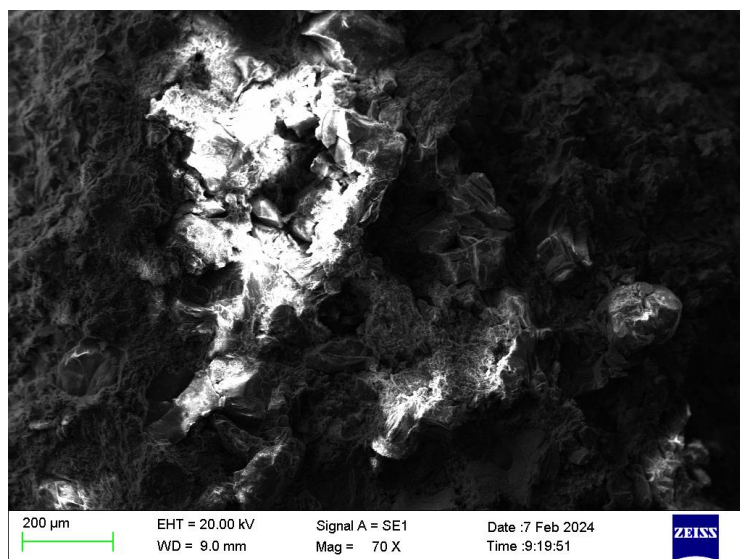


图 10 机体 HT250 底平面 砂眼缺陷形貌

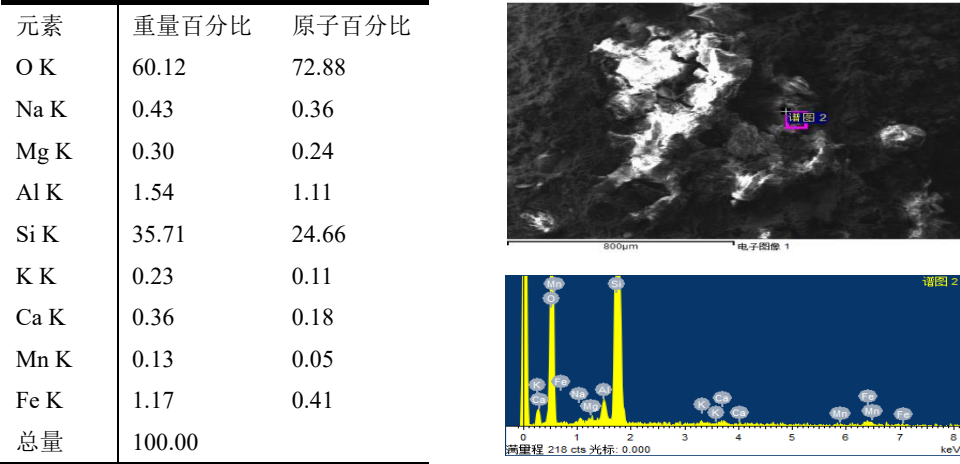


图 11 机体 HT250 底平面 砂眼电镜能谱分析结果

8.5 夹杂物缺陷判定

夹杂物缺陷综合判定内容有：

- a) 位置及分布：夹杂物常产生于铸铁件表面及内部，过滤网破损、异物掉入、浇包水口进入、芯撑未熔等都会形成夹杂物；
- b) 形貌特征：形态各异，与本体明显不同；
- c) 缺陷部位的电镜能谱区域分析：缺陷部位各元素成分相对一致，与本体明显不同；
- d) 常见夹杂物缺陷形貌参见图 12、图 13；
- e) 常见夹杂物能谱分析结果参见图 14。

综上，符合以上方面的特征，就可判定属于夹杂物缺陷。

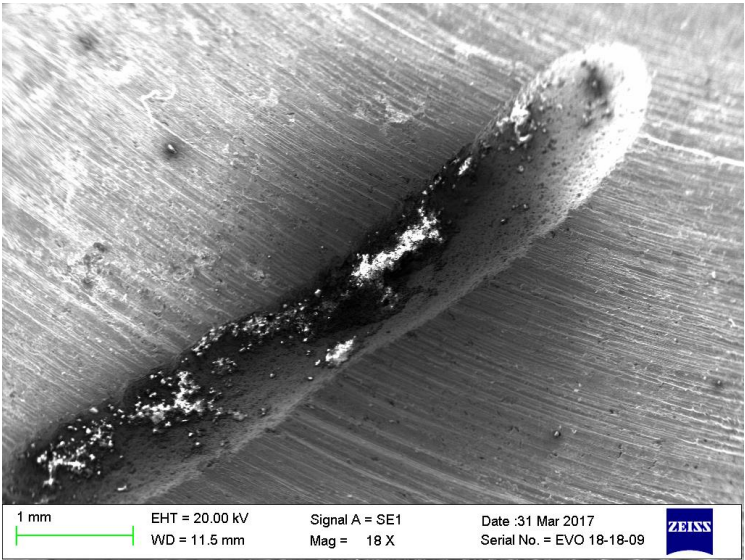


图 12 缸盖 HT250 铸造顶面 过滤网破损 夹杂物缺陷形貌

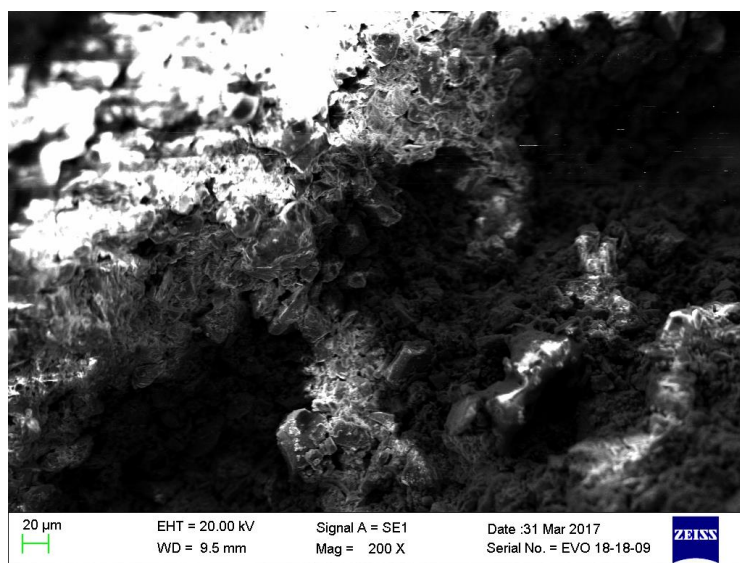


图 13 缸盖 HT250 铸造顶面 过滤网破损 夹杂物缺陷形貌

元素	重量百分比	原子百分比
O K	60.91	78.03
Al K	12.33	9.37
Si K	7.68	5.61
Fe K	19.07	7.00
总量	100.00	

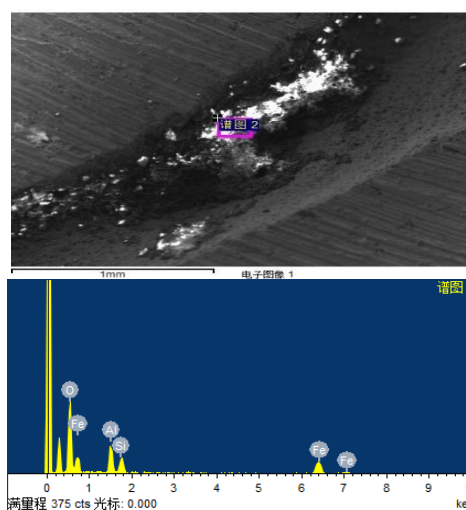


图 14 缸盖 HT250 铸造顶面 过滤网破损 夹杂物电镜能谱分析结果

8.6 冷隔缺陷综合判定

冷隔缺陷综合判定内容有：

- 位置及分布：多出现在远离浇道的铸铁件表面上，特别是在宽大上表面或薄壁处，以及金属流汇合处和激冷部位；
- 形貌特征：铸铁件存在穿透或不穿透的缝隙，缝隙的边缘通常呈圆角状；
- 常见冷隔形貌参见图 15、图 16。

综上，符合以上两方面的特征，就可判定属于冷隔缺陷。

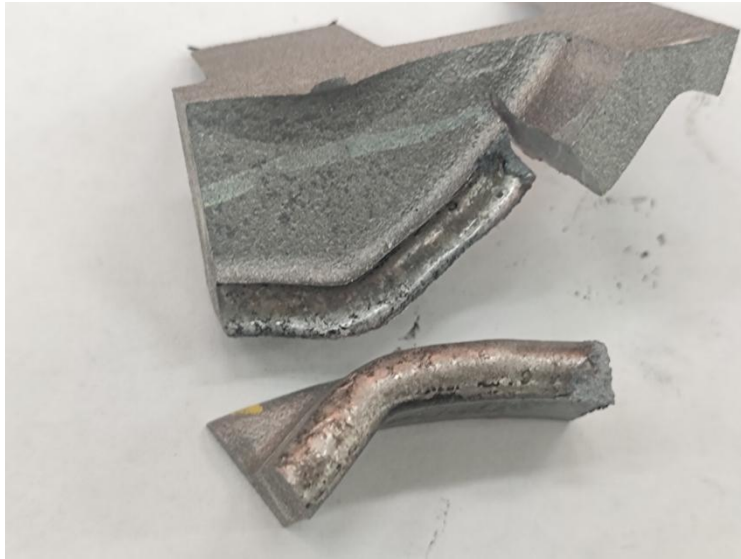


图 15 排气管 QTRSi4Mo1 薄管壁处 冷隔缺陷形貌

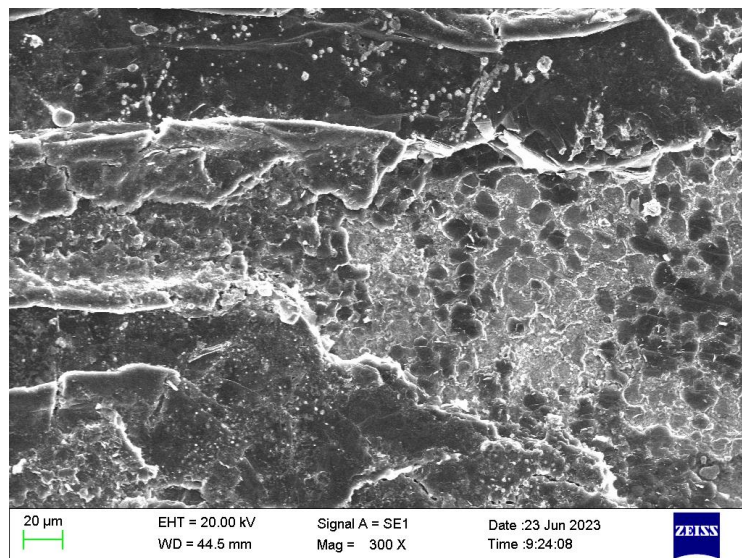


图 16 排气管 QTRSi4Mo1 薄管壁处 冷隔缺陷微观形貌

8.7 热裂缺陷判定

热裂缺陷综合判定内容有：

- a) 位置及分布：铸铁件热应力大位置；
- b) 形貌特征：裂口多呈氧化变色，裂口微观存在高温氧化、碳膜、枝晶等现象；
- c) 常见热裂形貌参见图 17、图 18。

综上，符合以上方面的特征，就可判定属于热裂缺陷。



图 17 机体 HT250 底平面 热裂缺陷形貌

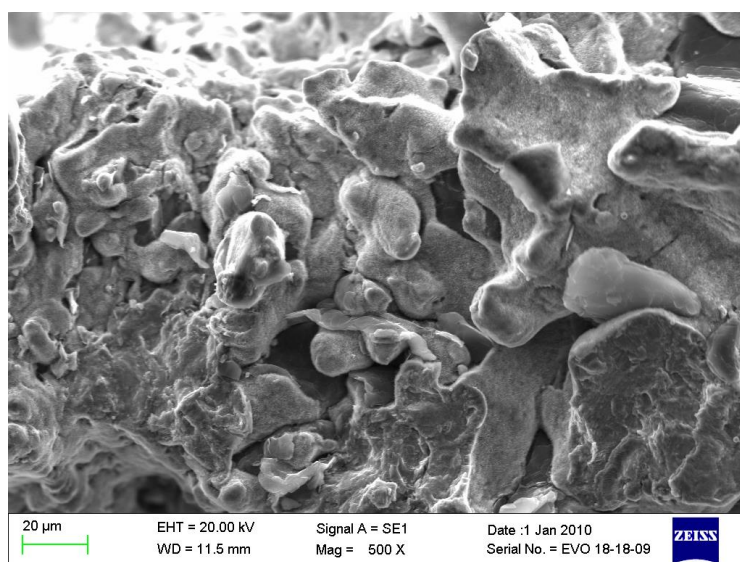


图 18 机体 HT250 底平面 热裂缺陷微观形貌

8.8 氮气孔缺陷判定

氮气缺陷综合判定内容有：

- a) 位置及分布：多出现在铸铁件的平面、边角处、厚大位置、最后凝固处、冒口处以及浇注系统远端及表皮下和铸铁件上部等，一般较为分散，也可能聚集成片；
- b) 形貌特征：有乳状枝晶，表面覆盖一层网格状石墨膜，多呈裂隙状，缺陷微观兼具气孔与缩松的特征，一般气孔特征为主，内凹，孔壁光滑，但有枝状晶出现，一般不发达；
- c) 常见氮气孔形貌参见图 19、图 20。

综上，符合以上方面的特征，就可判定属于氮气孔缺陷。

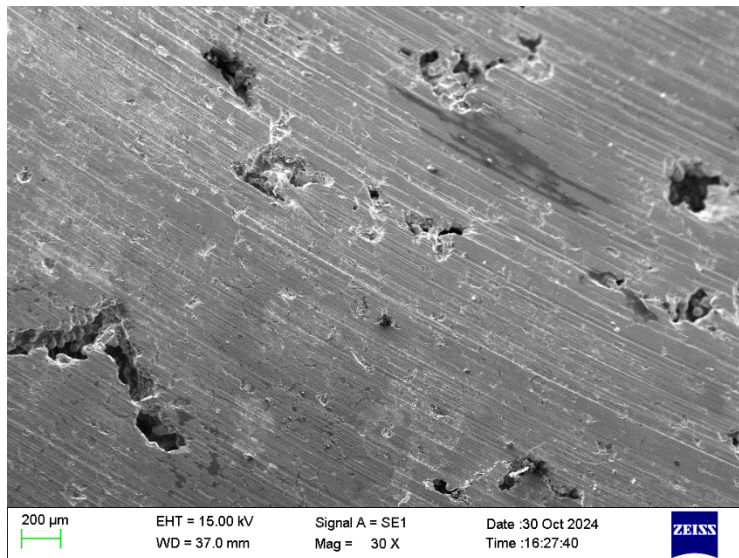


图 19 缸盖 HT300 阀座加工面 氮气孔缺陷形貌

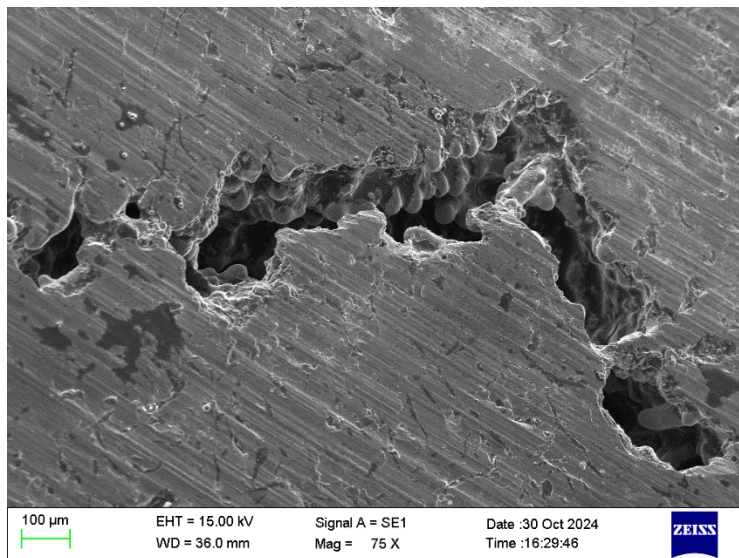


图 20 缸盖 HT300 阀座加工面 氮气孔缺陷形貌

9 检验报告

检测报告应包括但不限于以下信息：

- 材料名称 牌号；
- 设备仪器号、放大倍数、标准编号；
- 送检内容；
- 检测日期和时间；
- 结果的描述：综合缺陷部位形貌特征，电镜能谱区域分析结果等，给出缺陷类别分析结论；
- 签字和日期等。

参考文献

- [1] 姜锡山 赵晗编著 钢铁显微断口速查手册 [M], 北京, 机械工业出版社, 2010.5
-