

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T XXXXX—XXXX

炭素材料显微结构测定方法

Characterization method for microstructural features of carbon materials

(报批稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

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。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国钢标准化技术委员会（SAC/TC183）归口。

本文件起草单位：中钢新材料股份有限公司、安徽新弘昌碳材料有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、冶金工业信息标准研究院。

本文件主要起草人：杨辉、胡文龙、许汉春、陈能为、吴厚政、田宁郴、徐建平、刘伟、毛玉珍、彭超、卜宇轩、肖浩、王晓远。

炭素材料显微结构测定方法

1 范围

本文件规定了炭素材料显微结构测定方法的试剂及材料、仪器设备、试样、分析步骤及结果、试验报告。

本文件适用于炭素材料光学显微结构的分析。

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 1427 炭素材料取样方法

GB/T 8718 炭素材料术语

YB/T 077 焦炭光学组织的测定方法

3 术语和定义

GB/T 8718、YB/T 077 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

明场 bright field (BL)

使用垂直入射的白光观察试样。在光学分辨率的极限内，可观察试样的显微结构。

3.2

偏光 polarized light (PL)

将光学显微镜的入射白光改变为偏振光，观察具有双折射性的材料试样，可鉴别材料是各向同性组织或各向异性组织。

4 原理

将炭素材料试样置于光学显微镜下，在明场（BF）或偏光（PL）条件下，在光学分辨率极限范围内，准确地观察和表征其显微结构和组织特性。

5 试剂及材料

5.1 树脂和固化剂：凡满足以下要求皆可使用，包括：可在室温下固化；固化过程不应使炭素材料发生结构性变化；树脂在研磨抛光后，能够得到平整光滑的表面，且在显微镜明场、偏光模式下观察时，试样与树脂需形成鲜明对比。

注：由于炭素材料的多孔性，一般采用高流动性、低粘度的树脂。

5.2 成型模具：橡胶弹性模具或塑料模具，模具可根据试样实际形状尺寸进行选择。推荐使用直径25mm~30mm圆柱形模具。

5.3 研磨砂纸：不同粒径的金刚石、碳化硅或刚玉的耐水砂纸，推荐砂纸粒径见7.3表1。

5.4 抛光剂：不同粒径的金刚石、氧化铝、氧化镁或氧化硅颗粒悬浮液，推荐抛光剂粒径见7.3表2。

5.5 抛光盘：棉、丝或化纤材料的抛光布，与抛光剂配合使用。

6 仪器设备

6.1 冷镶嵌机：带真空系统，将空气从试样孔隙中抽出，再利用大气压的作用将镶嵌液压进试样孔隙后固化。

6.2 研磨抛光机：带一个或几个磨盘，能够将试样放置其上进行研磨、抛光至表面平整无划痕，磨盘转速为50r/min~500r/min。推荐使用具有试样固定及可调节磨抛加载力功能的设备。

6.3 光学显微镜：配备起偏镜、检偏镜，推荐总放大倍数为50倍~1250倍。

6.4 超声波清洗机：在试样研磨和抛光的不同阶段对试样进行清洗。

6.5 带吹扫功能的空气压缩机或吹风机。

7 试样

7.1 取样

按GB/T 1427的规定进行取样。固体块状试样尺寸推荐磨面面积小于400 mm²，高度15mm~20mm。粉状试样取约5g~10g。取样后，应采用镶嵌时放入标记卡片、手工刻标、电动刻标等方式作好试样标记。

7.2 试样镶嵌

7.2.1 根据试样数量及研磨抛光设备磨盘尺寸选择合适的成型模具。

7.2.2 按照使用说明书规定，称取一定比例的树脂与固化剂置于合适的容器中，搅拌至试剂混合均匀，制成镶嵌液。

7.2.3 对于固体块状试样，将试样的观察面倒置在成型模具内，放入真空冷镶嵌机，在负压状态下倒入混合均匀的镶嵌液至一定高度。

7.2.4 对于粒径大于等于5mm的颗粒试样，按照7.2.3进行镶嵌；对于粒径小于5mm颗粒及粉状试样，称取一定量试样置于模具内，倒入少量镶嵌液混合均匀后，再倒入镶嵌液至模具1/3高度，放入真空冷镶嵌机，在负压状态下进行真空浇注至一定高度。

7.2.5 浇注结束后，取出模具，在常压下置于水平桌面完成固化。

7.3 试样研磨和抛光

7.3.1 试样研磨参照表1步骤进行，以去除固体试样加工留下的痕迹，粉状试样通过该步骤将试样表面磨平。

7.3.2 试样抛光参照表2步骤进行，以去除研磨阶段留下的细微磨痕及表面变形层，抛光至无划痕的光滑镜面。

注：采用其他粒度砂纸、抛光布、抛光剂，达到相同研磨抛光要求的方式同样适用。

7.3.3 抛光后的试样置于蒸馏水或无水乙醇中进行超声清洗至观察面洁净，并用压缩空气或吹风机立即吹干试样表面残留的水渍。

表 1 试样研磨步骤

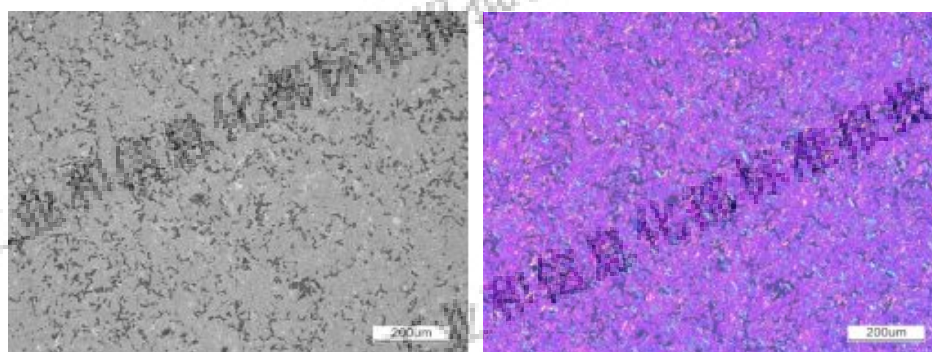
步骤	研磨材料	冷却介质	转速 (r/min)	时间 (min)
1	400号耐水砂纸	水	100-300	至磨平
2	800号耐水砂纸	水	100-300	2-10
3	1200号耐水砂纸	水	100-300	2-10

表 2 试样抛光步骤

步骤	抛光材料	抛光剂	转速 (r/min)	时间 (min)
1	抛光布	6 μm ~9 μm 金刚石颗粒悬浮液	100~300	5~30
2	抛光布	1 μm ~3 μm 金刚石颗粒悬浮液	100~300	5~30
3	抛光布	0.05 μm 氧化铝、氧化镁或氧化硅颗粒悬浮液	100~300	5~30

8 分析步骤及结果

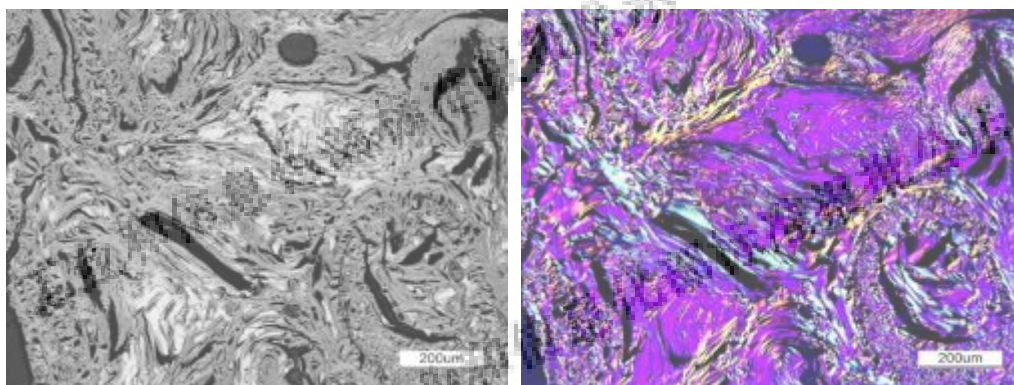
8.1 使用光学显微镜对试样进行观察，观察倍数可根据需要选取，推荐总放大倍数为50倍、100倍、200倍、500倍和1000倍。选取具有代表性的位置进行观察并拍照。标注照片总放大倍率或在照片内添加标尺。等静压石墨典型的显微结构见图1，焦炭典型的显微结构见图2。



a) 明场

b) 偏光

图 1 等静压石墨光学显微结构照片



a) 明场

b) 偏光

图2 焦炭光学显微结构照片

8.2 根据需要对照片进行分析描述，描述可包括且不限于以下内容：骨料、粘结相、孔隙、各向同性组织和各向异性组织等。

9 试验报告

试验报告应至少包括下列内容：

- a) 委托单位；
- b) 试样编号、名称及规格；
- c) 试验条件；
- d) 试验结果；
- e) 试验单位；
- f) 审核人员；
- g) 试验日期；
- h) 试验方法。