

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：西部新锆核材料科技有限公司、中核建中核燃料元件有限公司、苏州热工研究院有限公司、中国核动力研究设计院、西安汉唐分析检测有限公司、西部超导材料科技股份有限公司、国核宝钛锆业股份公司、广东省科学院工业分析检测中心、国家电投集团科学技术研究院。

本文件主要起草人：周军、惠泊宁、王旭峰、梁伟、尚筱迪、范绍华、张晏玮、李帆、丁郁航、贺光江、党建伟、李顺平、王松茂、刘伟、张华锋、简思聪、佟昕昕。

包壳管激光标记深度与热影响区测定方法

1 范围

本文件规定了锆合金包壳管激光标记深度与热影响区测定方法。

本文件适用于锆合金包壳管激光标记深度与热影响区测定,其他核反应堆用锆合金材料的激光标记深度与热影响区测定也可参照执行。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

YS/T 1308-2019 锆、钎及其合金蒸气(水)腐蚀试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品经磨抛、浸蚀、阳极覆膜等处理,显示晶粒组织;使用超景深显微镜测定样品原始表面的激光标记区域深度;使用显微镜在明场、偏光下测定样品制备表面的激光标记热影响区深度;使用蒸气腐蚀试验方法对包壳管激光标记进行测定。

5 试剂或材料

除非另有说明,在试验中仅使用确认为化学纯的试剂。

5.1 水, GB/T 6682, 三级。

5.2 金相砂纸。

5.3 抛光剂。

5.4 浸蚀剂 A: 量取 90mL 水置于 250mL 塑料广口瓶中,用塑料量筒依次缓慢加入 10mL 氢氟酸($\rho=1.14$ g/mL)、100mL 硝酸($\rho=1.42$ g/mL), 混匀。

5.5 浸蚀剂 B: 量取 60mL 水置于 250mL 塑料广口瓶中,用塑料量筒依次缓慢加入 10mL 氢氟酸($\rho=1.14$ g/mL)、70mL 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)、60mL 硫酸($\rho=1.84$ g/mL), 混匀。

注: 也可使用其他浸蚀剂,以样品待观测面呈现出良好的显微组织为宜。

5.6 阳极覆膜剂: 量取 1mL 硫酸($\rho=1.84$ g/mL), 用水稀释至 200mL。

注: 也可使用其他阳极覆膜剂,以样品待观测面呈现出良好的显微组织为宜。

6 仪器设备

- 6.1 超景深显微镜：具备超景深测量、明场、偏光下观察及拍照功能，配备计算机图像处理软件。
- 6.2 金相显微镜：具备明场、偏光下观察及拍照功能，配备计算机图像处理软件。
- 6.3 金相磨抛机。

7 样品

7.1 观测面选取

- 7.1.1 样品的原始表面，用于激光标记深度的测定。
- 7.1.2 样品的横截面，用于激光标记热影响区的测定。

注：在偏光下观测样品纵截面晶粒时，因超细晶区在纵向的取向近似而导致微观图像的分辨率较差，宜选取横截面观测激光标记热影响区。

7.2 样品截取

- 7.2.1 将样品激光标记的区域沿横向截取。
- 7.2.2 样品可用机加工（车、锯、切）等冷加工的方法截取，避免样品过热氧化。

8 试验步骤

8.1 样品研磨

将样品横截面在金相砂纸上由粗到细依次研磨，后一道砂纸打磨方向应垂直于上一道砂纸打磨方向，用 2000 目或更细的砂纸研磨后，用水冲洗样品。

8.2 样品抛光

8.2.1 总则

抛去样品横截面上的磨痕以趋近于镜面，且无磨制缺陷。抛光方法宜采用机械抛光或化学抛光。

8.2.2 机械抛光

将样品横截面置于装有尼龙绸或天鹅绒等丝绒的抛光盘上进行机械抛光，抛光剂可用氧化铝、金刚石、金刚砂、氧化镁等，粒径宜不粗于 50nm，抛光至样品的磨痕消除，至趋近于镜面，抛光后的样品用水冲洗。

8.2.3 化学抛光

宜采用浸蚀剂 A（5.4）对样品进行化学抛光，使用脱脂棉沾取浸蚀剂擦拭样品横截面，至趋近于镜面，抛光后的样品用水冲洗。

8.3 显微组织显示

8.3.1 化学浸蚀

将样品横截面浸没于浸蚀剂中进行化学溶解或电化学溶解；也可使用脱脂棉沾取浸蚀剂擦拭样品横截面，浸蚀时间约 5s~40s，至样品横截面呈现出良好的显微组织，用水冲洗样品横截面。

注 1：不含铌的锆合金样品宜使用浸蚀剂 A（5.4）。

注 2：含铌的锆合金样品宜使用浸蚀剂 B（5.5）。

8.3.2 阳极覆膜

将样品作为阳极，其横截面浸没于阳极覆膜剂(5.6)中，在 30V~40V 电压下，电化学反应约 1s~15s 至样品横截面呈现蓝色或紫红色，用水冲洗样品横截面，烘干后待测。

8.4 激光标记深度测定

8.4.1 使用超景深显微镜，测定激光标记深度。

8.4.2 选择明场模式，在低倍下，观察样品原始表面的激光标记区域全貌，选取表面无酸斑、划痕等干扰观测的视场，待测。

8.4.3 选择超景深测量模式，在不小于 500 倍下，逐层扫描拍照并超景深合成 3D 图像，测定视场中激光标记区域“凸起”与“凹陷”的“高度差”，记录该视场下“高度差”的最大值为激光标记深度。

8.4.4 激光标记微观形貌典型图片见附录 A 的图 A.1。

8.5 激光标记热影响区测定

8.5.1 使用超景深显微镜或金相显微镜，测定激光标记热影响区。

8.5.2 选择明场模式，在低倍下，观察样品横截面的激光标记区域全貌，选取表面无酸斑、划痕等干扰观测的视场，待测。

8.5.3 选择偏光模式，在不小于 500 倍下，测定视场中激光标记区域“超细晶区”与“细晶区”界面的“深度”，记录该视场下“深度”的最大值为激光标记热影响区深度。

8.5.4 激光标记热影响区微观组织形貌典型图片见附录 A 的图 A.2。

8.6 激光标记耐腐蚀性能测定

8.6.1 当产品标准或订货单要求测定激光标记耐腐蚀性能时，按照 YS/T 1308-2019 中 7.3.1 “400℃ 均匀蒸气腐蚀条件”进行腐蚀试验，且样品无需按 YS/T 1308-2019 中 6.2.3.2 “样品酸洗”处理，观测样品腐蚀后激光标记的外观。

8.6.2 激光标记腐蚀前外观呈现光泽均匀的金属色，典型图片见附录 B 图 B.1。

8.6.3 激光标记腐蚀后外观呈现黑色或灰黑色致密、光泽均匀的氧化膜，典型图片见附录 B 图 B.2。

8.6.4 激光标记腐蚀后外观呈现白色或灰白色、或灰褐色，表面出现疏松的腐蚀产物，典型图片见附录 B 的图 B.3。

9 试验数据处理

9.1 当激光标记分为条形码与数字码时，应分类测定并记录。

9.2 试验结果应取不少于 3 个视场，记录每个视场下的最大值，求平均值。

9.3 试验结果的表示应按以下规定和 GB/T 8170 进行修约：

——激光标记深度：0.1 μm ；

——热影响区深度：1 μm 。

9.4 当测定激光标记耐腐蚀性能时，腐蚀增重应按照 YS/T 1308-2019 进行试验数据处理。

10 试验报告

试验报告应至少包含下列内容：

——样品的基本信息（包括样品编号、材料名称等）；

——本文件编号；

——试验结果（必要时可附图）；

——与基本试验步骤的差异；

- 试验中观察到的异常现象；
- 试验日期。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

附录 A

(资料性)

锆合金包壳管激光标记微观形貌典型图片

图 A.1 为锆合金包壳管激光标记微观形貌典型图片。

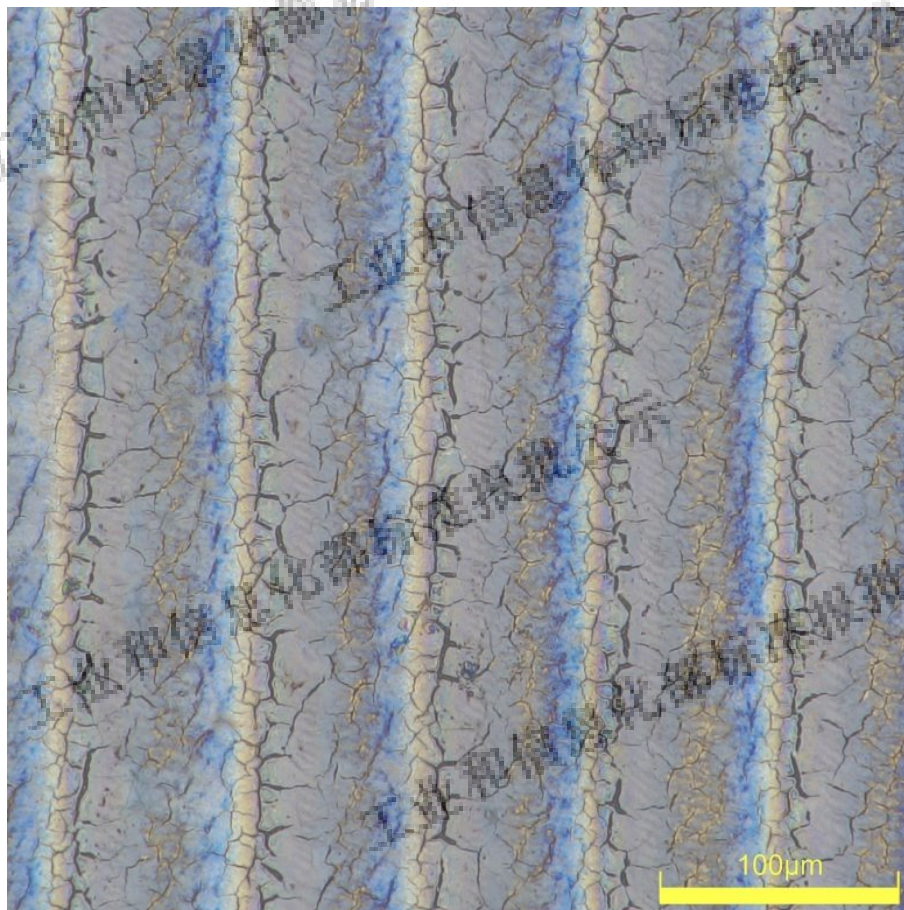


图 A.1 激光标记微观形貌典型图片 (深度 4.5 μm)

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

图 A.2 为锆合金包壳管激光标记热影响区微观组织形貌典型图片。

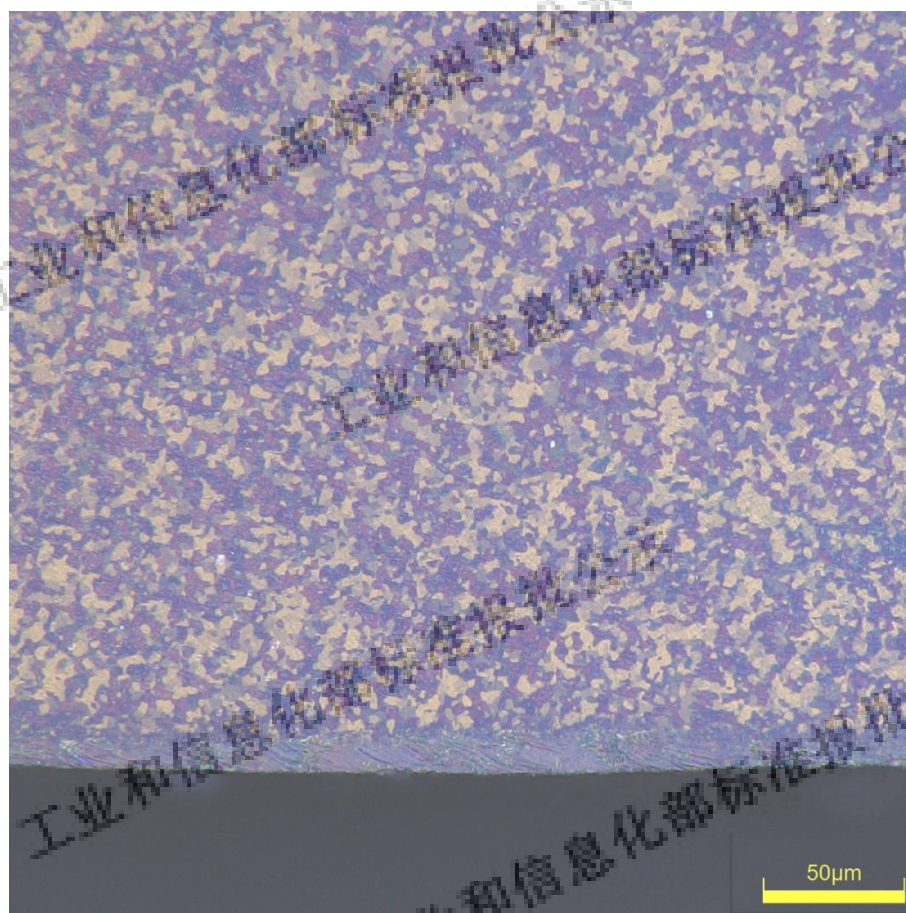


图 A.2 激光标记热影响区微观组织形貌典型图片（深度 15 μm）

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

附录 B

(资料性)

锆合金包壳管激光标记腐蚀前、后外观典型图片

图 B.1 为锆锡铌合金包壳管激光标记腐蚀前外观呈现光泽均匀金属色的典型图片。

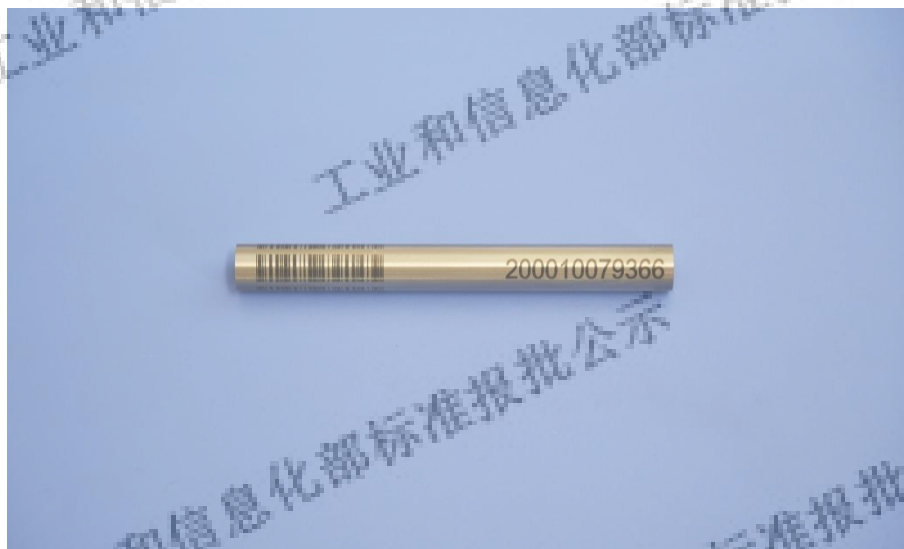


图 B.1 激光标记腐蚀前外观呈现光泽均匀金属色的典型图片

图 B.2 为锆锡铌合金包壳管激光标记腐蚀后外观呈现黑色氧化膜的典型图片。

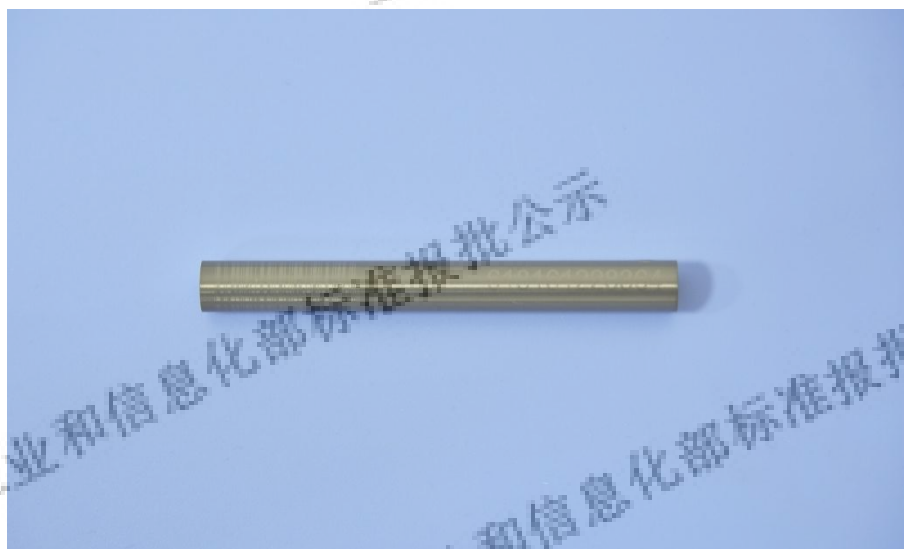


图 B.2 激光标记腐蚀后外观呈现黑色氧化膜的典型图片

图 B.3 为铅锡铋合金包壳管激光标记腐蚀后外观呈现灰白色氧化膜的典型图片。

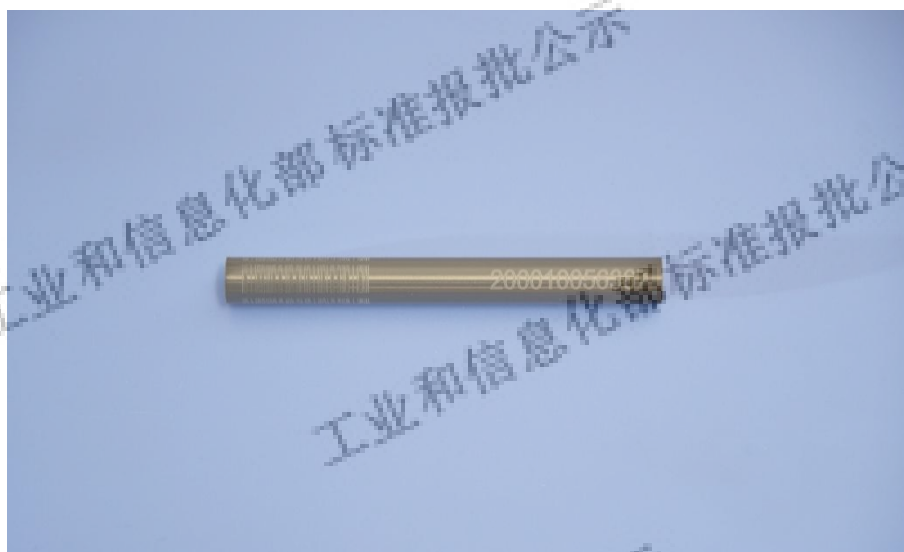


图 B.3 激光标记腐蚀后外观呈现灰白色氧化膜的典型图片