



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 37787—2019

---

## 金属材料 显微疏松的测定 荧光法

Metallic materials—Determination of microporosity—Fluorescence method

2019-08-30 发布

2020-07-01 实施

国家市场监督管理总局  
中国国家标准化管理委员会 发布



## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本标准起草单位：中国科学院金属研究所、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人：盖秀颖、王志楠、栾燕、戴强、杨飞雪、张重远。



# 金属材料 显微疏松的测定 荧光法

## 1 范围

本标准规定了金属材料中显微疏松面积百分含量测定荧光法的试样制备、显微镜配置、测量、测量精度和试验报告等内容。

本标准适用于测定铸态金属材料和 3D 打印金属材料中的显微疏松面积百分含量。陶瓷、粉末冶金材料等其他材料中孔隙含量的测定可参照使用。

## 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 13298 金属显微组织检验方法

GB/T 15749—2008 定量金相测定方法

GB/T 30067 金相学术语

## 3 术语和定义

GB/T 30067 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。为了便于使用,以下重复列出了 GB/T 30067 中的某些术语和定义。

### 3.1

**显微疏松 microporosity**

在铸件中极其细小的孔隙。

[GB/T 30067—2013,定义 2.2.275]

注:在铸件凝固缓慢的区域因微观补缩通道堵塞而在枝晶之间形成。

### 3.2

**荧光浸渗 flourescent infiltration**

将一种具有黏度系数低、表面张力小、低气泡的环氧树脂与一定比例的荧光剂混合,并在一定的真空压力下,将其注入到材料的显微孔洞内并使其凝固的过程。

## 4 试样制备

### 4.1 取样部位及试样尺寸

取样部位及试样尺寸应按相关产品标准或由供需双方协议确定。未规定时,按 GB/T 13298 截取试样。

### 4.2 试样预处理

将试样表面变形层充分去除后,试样表面再用不低于 400# 砂纸进行磨削,然后用酒精或丙酮超声

清洗,去除残留在显微疏松或孔隙内及边缘的污物,最后吹干后备用。

### 4.3 荧光浸渗

4.3.1 选择双酚 A 型环氧树脂与脂肪族胺类固化剂按一定比例混合,并混有一定比例的荧光剂充分搅拌均匀制备成荧光浸渗剂。

示例:

荧光浸渗剂成分及比例为:环氧树脂:固化剂:荧光剂=100:36:7。

4.3.2 将装有试样的试样盒放入真空注入装置进行抽真空。当真空度达到  $10^{-1}$  Pa,并且真空度不再发生任何变化时,即显微疏松中的气体等异物已基本抽净,此时将荧光浸渗剂导入真空注入装置中的试样盒内,并保持一定的真空压力和时间,确保浸渗剂中的气泡抽净。推荐真空压力  $1.5 \times 10^{-1}$  Pa,保压不小于 4.0 h。

### 4.4 磨抛

将充分凝固后的试样按 GB/T 13298 制备,可用砂纸精磨到 2 000<sup>#</sup> 或制备成抛光态的金相试样,清洗试样表面,吹干准备测量。

## 5 显微镜配置

在进行显微疏松面积百分含量测量时,选择的显微镜成像系统应配置荧光成像模块。

## 6 测量

### 6.1 测量要求

#### 6.1.1 放大倍数

依据显微疏松的尺寸选择适宜的观察与成像放大倍数,具体参照表 1。200 倍下不能分辨的显微疏松可以忽略不计。

表 1 放大倍数选择参照表

| 显微疏松尺寸 $d$                                | 放大倍数   |
|---|--------|
| $d > 100 \mu\text{m}$                     | <100 倍 |
| $10 \mu\text{m} < d \leq 100 \mu\text{m}$ | 100 倍  |
| $d \leq 10 \mu\text{m}$                   | 200 倍  |

#### 6.1.2 测量视场面积

测量视场面积应按相关产品技术标准或供需双方协议确定。未要求时,选用 100 倍时,单个测量视场的实际面积应为  $1.25 \text{ mm}^2$ ;选用 200 倍时,单个测量视场的实际面积应为  $0.63 \text{ mm}^2$ 。

#### 6.1.3 曝光时间

曝光时间推荐为 15 s~20 s。荧光图像可参见附录 A。

#### 6.1.4 测量视场数量

在试样检测面上选取测量视场,测量的视场数量可视对应产品标准或双方协议的要求而定。未要

求时,至少测量5个随机视场,并应避免视场重复叠加,取平均结果为测量值。根据产品标准或双方协议的要求,也可用最严重视场的面积百分含量表示。

## 6.2 测量方法

### 6.2.1 定量金相手工测量方法

用金相显微镜的荧光成像方法采集显微疏松照片,按照 GB/T 15749—2008 的规定,采用网格数点法或显微镜测微目镜测定法等手工检测方法定量检测并计算试样中显微疏松的面积百分含量。

### 6.2.2 图像分析测量方法

6.2.2.1 在图像分析软件中打开待测图像。若采集图片的软件与图像分析软件属于同一软件程序,需要对图像的放大倍数进行校核,可以直接在图像分析软件中进行分析测量;如果采集的图像软件与图像分析软件分别是不同厂家的软件,应先对图像的放大倍数进行校核,再进行图像定量分析计算。

6.2.2.2 加载标尺。

6.2.2.3 对图像进行二值分割处理,提取待测的显微疏松。采集的图像无论为灰度图像还是彩色图像,均需对被测试的对象进行二值分割数值处理,提取待测对象的二值分割图,再计算。

6.2.2.4 选取图像分析中测量两相或多相面积百分含量的功能,对提取的显微疏松进行面积百分含量测量。

6.2.2.5 在有争议时,以图像分析测量方法为仲裁方法。

## 7 测量精度

7.1 显微疏松面积百分含量测量的相对精度随着抽取样品的数量增加而提高,每个试样测量的相对精度随着视场数的增加而提高。

7.2 对于产品要求显微疏松面积百分含量是以出现最严重视场中的数据结果来表征的样品,同一样品不同测试人员结果相对误差不超过5%。

7.3 对于用多个视场显微疏松面积百分含量的测量平均值表征,其测量精度的计算和表达如下:

- a) 利用式(1)计算显微疏松面积百分含量的标准差。

$$s = \left[ \frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n-1} \right]^{1/2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$s$  ——显微疏松面积百分含量的标准差;

$S_i$  ——各视场实际测量结果;

$\bar{S}$  ——测量结果的平均值;

$n$  ——测量视场数。

- b) 利用式(2)计算显微疏松面积百分含量的95%置信度(即95%CI), $t$ 的取值可参照表2。为了简便计算,取2.0作“ $t$ ”乘数。

$$95\%CI = \pm \frac{ts}{(n)^{1/2}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

95%CI ——95%置信度;

$t$  ——对应95%信区间的 $t$ 分布;

- $s$  ——显微疏松面积百分含量的标准差；
- $n$  ——测量视场数。

表 2 计算 95%置信区间的  $t$  值

| $n-1$ | $t$   | $n-1$ | $t$   | $n-1$ | $t$   | $n-1$ | $t$   |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 2     | 4.271 | 7     | 2.365 | 12    | 2.179 | 17    | 2.110 |
| 3     | 3.179 | 8     | 2.306 | 13    | 2.160 | 18    | 2.101 |
| 4     | 2.776 | 9     | 2.262 | 14    | 2.145 | 19    | 2.093 |
| 5     | 2.570 | 10    | 2.228 | 15    | 2.131 | 20    | 2.086 |
| 6     | 2.447 | 11    | 2.201 | 16    | 2.120 | 21    | 2.080 |

c) 如果产品标准有要求,利用式(3)计算显微疏松百分含量的相对误差(%RA)。

$$\%RA = \frac{95\%CI}{\bar{S}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- %RA ——显微疏松面积百分含量相对误差；
- 95%CI ——95%置信度；
- $\bar{S}$  ——测量结果的平均值。

7.4 相对误差应不超过 10%。如果实际计算的%RA 值超过 10,可使用式(4)计算出%RA 为 10 的视场数( $n$ )。根据估算的视场数追加测量视场,使最终的相对误差不超过 10。

$$n = \left( \frac{20s}{\bar{S}} \right)^2 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- $n$  ——使%RA 为 10 的测量视场数；
- $s$  ——显微疏松面积百分含量的标准差；
- $\bar{S}$  ——测量结果的平均值。

## 8 结果表示

8.1 如果产品技术标准或供需双方协议要求报最严重视场的显微疏松面积百分含量,则显微疏松含量采用百分数表示,保留小数点后一位有效数字,修约规则按 GB/T 8170 的规定执行。

8.2 如无特殊规定,显微疏松面积百分含量可用  $\bar{S} \pm 95\%CI$  (%RA)来表示测量结果。

## 9 试验报告

试验报告宜包括以下内容:

- a) 本标准编号；
- b) 试样名称、材质及规格；
- c) 荧光浸渗剂的比例、真空度、浸渗时间；
- d) 显微疏松面积百分含量；
- e) 试验报告编号和日期。



附录 A  
(资料性附录)  
荧光浸渗前后图片比较

荧光浸渗前后图片比较见图 A.1 和图 A.2。

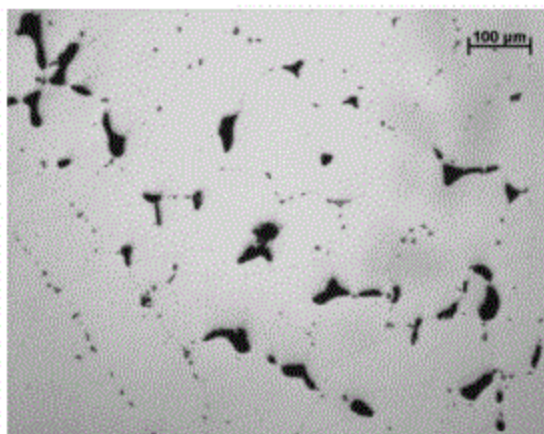


图 A.1 荧光浸渗前疏松的形貌(明场成像)

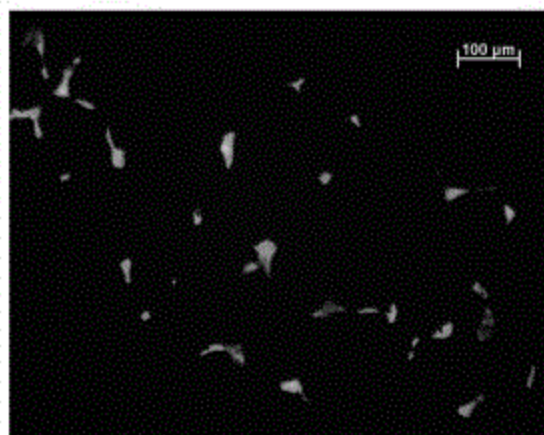


图 A.2 荧光浸渗后疏松的形貌(荧光成像)





中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
金属材料 显微疏松的测定 荧光法  
GB/T 37787—2019

\*

中国标准出版社出版发行  
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)

网址: [www.spc.org.cn](http://www.spc.org.cn)

服务热线: 400-168-0010

2019年7月第一版

\*

书号: 155066 · 1-62895

版权专有 侵权必究



GB/T 37787-2019