



## (12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102023112 B

(45) 授权公告日 2013. 01. 09

(21) 申请号 200910187511. 8

审查员 王妍

(22) 申请日 2009. 09. 18

(73) 专利权人 鞍钢股份有限公司

地址 114021 辽宁省鞍山市铁西区鞍钢厂内

(72) 发明人 隋晓红 张鹏远 谢广群 李平

(51) Int. Cl.

G01N 1/32 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101025391 A, 2007. 08. 29, 全文.

US 4643979, 1987. 02. 17, 全文.

CN 101144762 A, 2008. 03. 19, 全文.

S. Mrldha 等. 钢铁渗氮层的浸蚀技术.《热处理技术与装备》. 1983, (第 03 期), 第 43-47 页.

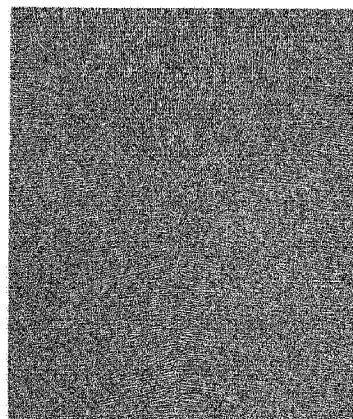
权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 2 页

(54) 发明名称

一种显示超低碳钢凝固枝晶组织的腐蚀剂及制备方法

(57) 摘要

本发明公开一种显示超低碳钢凝固枝晶组织的腐蚀剂及制备方法,组成成分有苦味酸、氯化亚锡、氯化铜、盐酸、表面活性剂,用无水乙醇及蒸馏水配制而成,其配制方法为取蒸馏水定量,均分成两份,将固体药剂按规定量混合放于一玻璃容器中,将其中一份蒸馏水加入到固体混合药剂中使其溶化;取规定量的无水乙醇加入到另一份备用的蒸馏水中,将盐酸溶液加入到乙醇水溶液中;然后将乙醇与盐酸水溶液倒入含有固体药剂的水溶液中混合,充分搅拌,最后加入表面活性剂,完成配制。使用本发明试剂能清晰地显示出超低 C、S、P 的连铸钢坯凝固的枝晶组织形态。降低对试样表面的光洁度要求,简化了试样制备工序,降低操作者的劳动强度。



1. 一种显示超低碳钢凝固枝晶组织的腐蚀剂,其特征在于,组成成分为将苦味酸、氯化亚锡、氯化铜、盐酸、表面活性剂用无水乙醇及蒸馏水配制而成,具体的配备比例为:

|                                |                      |             |
|--------------------------------|----------------------|-------------|
| 苦味酸,即三硝基苯酚                     | $C_6H_3N_3O_7$       | 1.0 ~ 4.0 克 |
| 氯化亚锡                           | $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ | 1.2 ~ 1.5 克 |
| 氯化铜                            | $CuCl_2 \cdot 2H_2O$ | 0.5 ~ 4.0 克 |
| 盐酸, 36%重量百分比                   | HCl                  | 20 ~ 40 毫升  |
| 无水乙醇                           | $C_2H_5OH$           | 30 ~ 100 毫升 |
| 蒸馏水                            |                      | 800~1000 毫升 |
| 表面活性剂为烷基苯磺酸钠 $R-C_6H_4-SO_3Na$ |                      | 20 ~ 50 毫升。 |

2. 一种权利要求 1 所述的显示超低碳钢凝固枝晶组织的腐蚀剂的制备方法,其特征在于,

取蒸馏水 800~1000 毫升,均匀分成两份,

将苦味酸、氯化亚锡、氯化铜固体药剂按规定量混合放于一玻璃容器中,将上述一份蒸馏水加入到固体混合药剂中,将固体药剂溶化;

取规定量的无水乙醇加入到另一份备用的蒸馏水中,取规定量的盐酸溶液加入到乙醇水溶液中;

将乙醇和盐酸水溶液倒入含有固体药剂的水溶液中混合,充分搅拌,取规定量的表面活性剂与配好的溶液混合均匀。

3. 根据权利要求 2 所述的一种显示超低碳钢凝固枝晶组织的腐蚀剂的制备方法,其特征在于,配好的药剂混匀、经 20~30 小时钝化后使用。

## 一种显示超低碳钢凝固枝晶组织的腐蚀剂及制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明专利涉及冶金分析领域,特别涉及一种用于显示冶金连铸钢坯凝固枝晶组织形态的腐蚀检验试剂,具体是一种显示超低碳钢凝固枝晶组织的腐蚀剂及制备方法。

### 背景技术

[0002] 树枝晶是金属凝固过程中形成的一种初始金相组织,它的形态直接影响到材料性能。因此,冶金分析领域对枝晶组织的检验越来越引起重视。目前钢铁金相分析手段中,对连铸坯凝固组织的检验有低倍热酸蚀法、冷酸蚀法等。热酸蚀法是采用 1 : 1 盐酸水溶液腐蚀、显示钢的低倍组织缺陷,对有些低碳钢也会隐约显示出粗大的枝晶形态。而冷酸蚀法是显示钢的枝晶组织的主要方法。

[0003] 传统的含有氯化铜的腐蚀低碳钢、合金钢、铸铁枝晶形态的腐蚀剂的优点是显示低碳钢、合金钢、铸铁的枝晶组织,缺点是容易在腐蚀试面上形成沉淀膜,需用氨水破膜后观察,成功率低,近年来有人研制了苦味酸试剂,用于低碳钢等枝晶腐蚀,但该腐蚀剂的腐蚀能力弱,反映过于缓慢,不适合工业生产中连铸坯大尺寸试样的腐蚀检验。

[0004] 冷酸蚀方法属于选择性腐蚀,钢的缺陷越严重、偏析越厉害,腐蚀效果越好,而对超低碳钢而言,由于 C、S、P 元素含量都较低,几乎没有什么偏析,因此目前尚无有效的显示超低碳钢凝固枝晶组织的腐蚀剂。

[0005] 专利及文献的检索中,CN001232932,“连铸钢坯凝固组织显示技术”公开了含有氯化铜的腐蚀剂及其显示方法。是一种冶金领域中连铸坯凝固组织显示技术,是将试样放入配好的药剂中浸蚀,且腐蚀后也形成表面沉淀膜。去膜之后水洗、吹干。运用数码图像处理方法获得图像。对超低碳钢,由于 C、S、P 元素含量都较低,无偏析,用该技术腐蚀,难以按凝固枝晶形态形成表面沉淀膜,因此,该技术不能显示超低碳钢的凝固枝晶组织形态。

[0006] CN200610047773.0 “一种显示硅钢凝固组织的腐蚀剂及其配制方法”所公开的技术只适用于硅钢。从专利文献的查询中,未见适于显示超低碳钢连铸坯枝晶组织腐蚀剂的报导。

[0007] 所检文献所涉及的腐蚀剂都是适用合金钢或有色金属的凝固枝晶组织显示的药剂。

### 发明内容

[0008] 本发明针对超低碳钢连铸坯原始大尺寸试样凝固组织形态的检验进行了研究开发,发明了一种显示超低碳钢凝固枝晶组织的腐蚀剂及制备方法,解决了超低碳钢连铸坯凝固组织中枝晶形态的显示问题。

[0009] 本发明的组成成分有苦味酸、氯化亚锡、氯化铜、盐酸、表面活性剂,用无水乙醇及蒸馏水配制而成。具体的配备比例为:

|        |            |                      |             |
|--------|------------|----------------------|-------------|
| [0010] | 苦味酸(三硝基苯酚) | $C_6H_3N_3O_7$       | 1.0 ~ 4.0 克 |
| [0011] | 氯化亚锡       | $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ | 1.2 ~ 1.5 克 |

|        |                |                                                      |               |
|--------|----------------|------------------------------------------------------|---------------|
| [0012] | 氯化铜            | $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$            | 0.5 ~ 4.0 克   |
| [0013] | 盐酸 (36% 重量百分比) | HCl                                                  | 20 ~ 40 毫升    |
| [0014] | 无水乙醇           | $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$                      | 30 ~ 100 毫升   |
| [0015] | 蒸馏水            |                                                      | 800 ~ 1000 毫升 |
| [0016] | 表面活性剂 (烷基苯磺酸钠) | $\text{R}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{SO}_3\text{Na}$ | 20 ~ 50 毫升    |

[0017] 本发明的配制方法为：

[0018] 将苦味酸、氯化亚锡、氯化铜固体药剂按规定量混合放于一玻璃容器中，取蒸馏水 800 ~ 1000 毫升，均分成两份，一份加入到固体混合药剂中，另一份备用。取规定量的无水乙醇加入到备用的蒸馏水中。取规定量的盐酸溶液加入到乙醇水溶液中。将乙醇 + 盐酸水溶液倒入含有固体药剂的水溶液中混合，充分搅拌。取规定量的表面活性剂与配好的溶剂混合，完成试剂的配制，即可使用。

[0019] 配制过程中的要点是：必须首先用规定量的蒸馏水的 1/2 量将固体药剂溶化：将含酸、酒精的水溶液加入到溶化的固体药剂中，充分搅拌；表面活性剂最后加入到上述混合药剂中。

[0020] 配好的药剂混匀、经 20 ~ 30 小时钝化后使用，可获得最佳效果。本腐蚀剂同现有技术相比具有如下特点：

[0021] 本发明同现有技术相比，增加了苦味酸（三硝基苯酚）、氯化亚锡的用量。这主要是因为本腐蚀剂是专门用于腐蚀超低碳钢凝固组织的。由于超低碳钢中碳含量极低（< 0.03%），且钢中硫、磷含量也很低，成分偏析及其微弱。因此，原有药剂的腐蚀能力不足以在相界面间形成腐蚀微电池，腐蚀效果不佳。增加苦味酸（三硝基苯酚）的量，加剧枝晶间界的腐蚀反应程度。在此基础上，增加氯化亚锡量，使枝晶间界参与反应的铁离子尽可能得到还原，不会形成沉淀膜，在其它药剂的共同作用下，就能清晰地显现出凝固枝晶组织形态。表面活性剂的应用，主要是活化试样表面的金属原子，促进整个试面的腐蚀反应，改善枝晶组织形态的显示效果。

[0022] 所用化学试剂的功效直接针对低碳、轻微偏析的连铸坯表面，腐蚀时间短，不形成沉淀膜，免除了除膜药剂的反应和操作，使枝晶形态更清晰、完整、真实。本腐蚀剂同现有技术相比具有如下效果

[0023] 能清晰地显示出超低碳  $[\text{w}(\text{C}) < 0.03\%]$ ，且 S、P 含量都较低连铸钢坯凝固的枝晶组织形态。

[0024] 使用本试剂腐蚀时，无须对铣、磨后的连铸坯试样表面再施抛光操作，降低了对试样表面的光洁度要求。简化了试样制备工序，大大降低操作者的劳动强度。

## 附图说明

[0025] 附图 1、2、3 为采用本发明实施例测试的超低碳钢连铸坯横截面局部试样枝晶形态图。

## 具体实施方式

[0026] 下面结合本发明的几个实施例对本发明进行描述。

[0027] 实施例 1

[0028] 用于显示含 C 量 0.001%~0.006%，且含微量 S、P 的超低碳钢连铸坯枝晶形态检测时的腐蚀剂及制备方法。

[0029] 将 4 克苦味酸、1.5 克氯化亚锡、3.5 克氯化铜混合放于一个玻璃容器中，取蒸馏水 1000 毫升，均匀分成两份，一份加入到玻璃容器中，另一份备用。取 60 毫升无水乙醇加入到备用的蒸馏水中。取 40 毫升重量百分比为 36% 的盐酸加入到乙醇水溶液中。将乙醇与盐酸水溶液倒入含有固体药剂的水溶液中并充分搅拌，再加入 50 毫升表面活性剂继续搅拌均匀，形成综合药液 I，经过 30 小时钝化后使用。

[0030] 用药棉蘸综合药液 I 擦拭试样表面，均匀腐蚀约 3 分钟后，待肉眼可见枝晶形态显现时，立即向试面上冲冷、热水，吹干。

[0031] 实施例 2

[0032] 用于显示含 C 量 0.004%~0.008%，S、P 含量较低，且有微量合金元素 V、Ti、Ni 的超低碳钢连铸坯枝晶形态检测时的腐蚀剂及制备方法。

[0033] 将 3 克苦味酸、1.5 克氯化亚锡、2 克氯化铜混合放于一个玻璃容器中，取蒸馏水 1000 毫升，均匀分成两份，一份加入到玻璃容器中，另一份备用。取 60 毫升无水乙醇加入到备用的蒸馏水中。取 30 毫升重量百分比为 36% 的盐酸加入到乙醇水溶液中。将乙醇与盐酸水溶液倒入含有固体药剂的水溶液中并充分搅拌，再加入 40 毫升表面活性剂搅拌均匀，形成药液 II，经过 30 小时钝化后使用。

[0034] 用药棉蘸药液 II 擦拭试样表面，均匀腐蚀约 3 分钟后，待肉眼可见枝晶形态显现时，立即向试面上冲冷、热水，吹干。见图 2

[0035] 实施例 3

[0036] 用于显示含 C 量 0.008%~0.012%、S、P 含量较低，但含有微量 V、Ti、Ni、Cr 等合金元素的超低碳钢连铸坯枝晶形态检测时的腐蚀剂及制备方法。

[0037] 将 4 克苦味酸、1.5 克氯化亚锡、4 克氯化铜混合放入一个玻璃容器中，取蒸馏水 1000 毫升，均匀分成两份，一份加入到玻璃容器中，另一份备用。取 80 毫升无水乙醇加入到备用的蒸馏水中。取 40 毫升盐酸加入到乙醇水溶液中。将乙醇 + 盐酸水溶液倒入含有固体药剂的水溶液中并充分搅拌，再加入 50 毫升表面活性剂搅拌均匀，形成药液 III，经过 30 小时钝化后使用。

[0038] 用药棉蘸药液 III 擦拭试样表面，均匀腐蚀约 3 分钟后，待肉眼可见枝晶形态显现时，立即向试面上冲冷、热水，吹干。见图 3

[0039]

| 实<br>施<br>例 | 说明                                                                    | 苦味酸<br>(克) | 氯化<br>亚锡<br>(克) | 氯化<br>铜<br>(克) | 盐酸<br>(36%)<br>(毫升) | 无水<br>乙醇<br>(毫升) | 表面活性剂<br>(毫升) |
|-------------|-----------------------------------------------------------------------|------------|-----------------|----------------|---------------------|------------------|---------------|
| 1           | 用于显示含 C 量 0.001%~0.006%, 且含微量 S、P 的超低碳钢连铸坯枝晶形态。                       | 4          | 1.5             | 3.5            | 40                  | 60               | 50            |
| 2           | 用于显示含 C 量 0.004%~0.008%, S、P 含量较低, 且有微量合金元素 V、Ti、Ni 的超低碳钢连铸坯枝晶形态。     | 3          | 1.5             | 2              | 30                  | 60               | 40            |
| 3           | 用于显示含 C 量 0.008%~0.012%、S、P 含量较低, 但含有微量 V、Ti、Ni、Cr 等合金元素的超低碳钢连铸坯枝晶形态。 | 4          | 1.5             | 4              | 40                  | 80               | 50            |
| 4           | 用于显示含 C 量 0.014%~0.017%, S、P 含量较低, 且有微量合金元素 V、Ti、Nb 的超低碳钢连铸坯枝晶形态。     | 3.5        | 1.4             | 1              | 35                  | 90               | 40            |
| 5           | 用于显示含 C 量 0.01%~0.02%, S、P 含量较低, 且有微量合金元素 Ti、Nb 的超低碳钢连铸坯枝晶形态。         | 2.5        | 1.3             | 0.8            | 30                  | 100              | 30            |
| 6           | 用于显示含 C 量 0.02%~0.03%, S、P 含量较低, 且有微量合金元素 V、Ti、Cr 的超低碳钢连铸坯枝晶形态。       | 1.5        | 1.2             | 0.9            | 20                  | 100              | 20            |

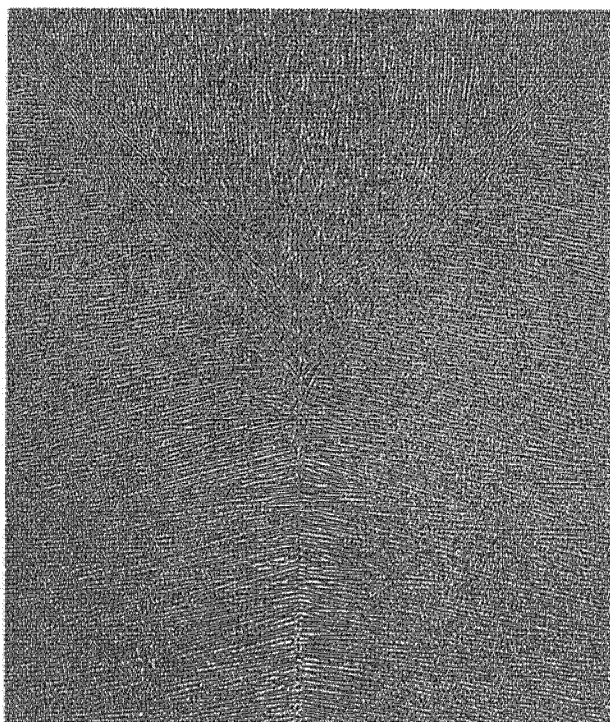


图 1

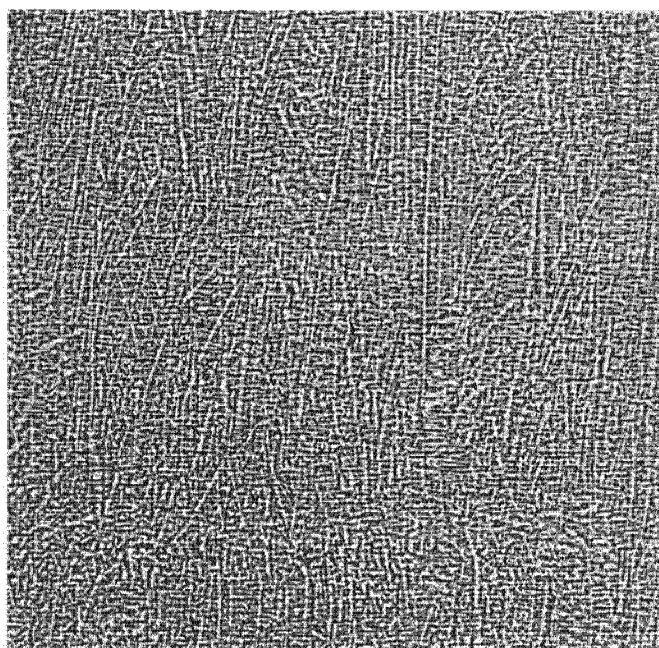


图 2

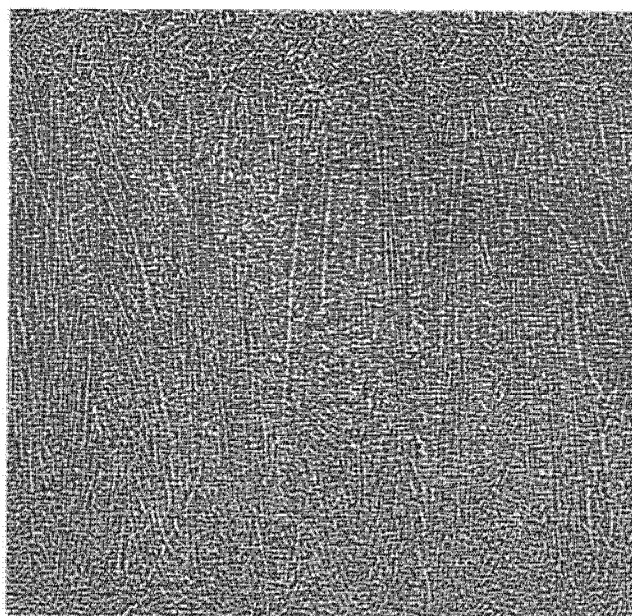


图 3