

国家标准《钼及钼合金金相检验方法》

编制说明

一、工作简况

（一）任务来源

根据 2019 年 3 月 25 日，国标委综合【2019】11 号《国家标准化管理委员会关于下达第一批推荐性国家标准计划的通知》的要求，国家标准《钼及钼合金金相检验方法》的制定项目由全国有色金属标准化技术委员会归口，计划编号：20190752-T-610，项目周期为 24 个月，标准起草单位：金堆城钼业股份有限公司、有色金属金属技术研究院有限责任公司、西安汉唐分析测试有限公司、厦门虹鹭钨钼科技有限公司、广州市工业分析测试中心、自贡硬质合金成都分公司等参与编制工作。

（二）主要参加单位和工作成员及其所作的工作

2.1 主要参加单位情况

标准主编单位金堆城钼业股份有限公司是亚洲最大、世界领先的钼业公司，为国际钼协会执行理事单位、中国有色金属工业协会钼业分会会长单位。在编制过程中，为标准立项积极奔走，找稀有分会标委秘书长商谈标准立项的目的及意义，能积极主动收集国内外相关金相检测资料，通过挂网、信函等进行征求意见，到国内一些有代表性钼金属加工和理化检验中心进行调研并收集现场实测数据，根据了解到的现场实际情况，编制现场试验过程报告模板，编制实测图谱，公司领导能带领编制组成员认真细致修改标准文本，征求了多家企业的修改意见，最终带领编制组完成标准的编制工作。

西安汉唐分析测试有限公司、厦门虹鹭钨钼科技有限公司、广州市工业分析测试中心、自贡硬质合金成都分公司、洛阳高科钨钼材料有限公司等积极配合主编单位开展大量现场调研、取样、开展各种试验工作，提供标准中的理论研究基础和高质量实测照片。在验证过程各参编单位通过微信、电话等手段多次进行技术交流，探讨金相图谱质量，为标准提供强有力的支撑。

2.2 主要工作成员所负责的工作情况

起草人	工作职责
王引婷	负责标准的编写，实验方案确定
行亚宁	负责标准开展现场试验验证和数据积累及部分标准内容的编写
王郭亮	协调企业的现场调研、确定验证单位、配合标准的编写及按计划实施协调标准起草进度
张江峰 白智辉	负责标准的工作指导，协调企业的现场调研，标准规范化把关，提供理论支撑等
王培华	标准编写材料的收集及标准部分内容的编写
刘延波	标准编写材料的收集及组织协调
马宁侠、张凌云	参与现场金相试验
贺鑫、张敏	配合编制组成员收集统计试验和验证数据积累
周凯 林洁 谭华 马文花 陈凤群	配合标准编写提供标准验证试验

（三）主要工作过程

3.1 预研阶段

3.1.1 第一次标准调研

2017年8月，主编单位金堆城钼业股份有限公司为了给国内钼生产企业和用户提供更有力的支持，结合制定陕西省地方标准 DB 61/T 1007-2017《钼及钼合金金相检验方法》实际经验，在进一步完善图谱的基础上向国内钼金属制品推广应用，从而有力的促进钼金属加工产品检测质量的提高。8月25日~28日，全国有色金属标准化技术委员会发函组织标准编制单位，奔赴西安煤矿机械有限公司、陕西重型汽车有限公司、西北有色金属研究院、西安航天化学动力厂等4家单位等相关企业进行第一次现场调研，具体内容：了解钼及钼合金的生产情况、收集、整理金相检测技术参数资料，确定试验样品、钼及钼合金在材料应用情况等。根据此次调研情况，由主编单位整理并完善形成标准草案稿。

3.1.1 第一次标准工作会

全国有色金属标准化技术委员会发文(2018)第27号文件，于2018年3月14日~16日在浙江杭州市召开第一次标准工作会议。为满足钼金属加工产品企业需要，会议决定增加钼靶材金相判断图谱等内容。会后由主编单位收集、整理相关文献资料，根据会议讨论内容进行修改，形成标准草案。

3.2 立项阶段

2018年4月，金堆城钼业股份有限公司向全体委员会议提交了国家标准《钼及钼合金金相检验方法》项目建议书，标准草案及标准立项说明等材料，全体委员会议讨论后一致同意以国家标准立项。

2019年3月25日，国标委下达了国家标准《钼及钼合金金相检验方法》制定任务，文件号为：国标委综合【2019】11号，计划编号：20190752-T-610，项目周期为24个月，完成年限为2020年12月，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

3.3 起草阶段

3.3.1 2019年5月新疆维吾尔自治区乌鲁木齐市召开任务落实会，确定项目参与起草单位为有色金属技术经济研究院、西北有色金属研究院等。成立编制组，确定了编制组各成员的工作任务与安排。

3.3.2 2019年6月，编制小组进行收集、整理资料，完成试验样品的收集工作。通过技术查询、市场调查等方式了解了钼金属材料产品的生产状况、技术指标要求、金相检测技术及应用发展趋势，在广泛沟通和深入讨论基础上，确定了标准编制原则。

3.3.3 2020年03月，由本标准的编制单位金堆城钼业股份有限公司与参编单位根据收集的资料、调研结果进行了建议汇总处理，对草案稿进行修改，形成了国家标准《钼及钼合金金相检验方法》（讨论稿）并撰写了编制说明。

3.3.4 由全国有色金属标准化技术委员会稀有分会组织召开钼及钼合金金相检验方法召开标准进度汇报及进度协调会。会议决定：金堆城钼业股份有限公司提供钼板坯、合金钼板坯、轧制钼板；厦门虹鹭钨钼工业有限公司提供Φ0.6、Φ1.5、Φ2.0钼丝。并由金堆城钼业股份有限公司、厦门虹鹭钨钼工业有限公司、自贡硬质合金有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、洛阳高科钨钼材料有限公司、西安汉唐分析检测有限公司六家单位对该方法进行验证，启动了试验方法验证工作。

3.3.5 标准编制组根据讨论结果，对讨论稿进行修改完善，形成了国家标准《钼及钼合金金相检验方法》征求意见稿及编制说明。

3.4 征求意见阶段

3.4.1 2020年10月在雅安市召开了标准工作会议，会上对国标《钼及钼合金金相检验方法》征求意见稿进行了讨论，来自中国有色金属工业计量质量研究所、金堆城钼业股份有限公司、宝钛集团有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、厦门虹鹭钨钼工业有限公司、自贡硬质合金有限公司等单位的专家代表对本标准文本、编制说明进行了认真、细致的讨论，形成有效的更改意见，会后由主编单位根据会议内容进行修改。会议要求各参编单位及时提供标准的验证报告，确定图谱和晶粒度评定要求。

3.4.2 编制组通过发函、中国有色金属标准质量信息网上公开，会议等形式对国家标准《钼及钼合金金相检验方法》广泛征询意见。发函及反馈情况如下：发送《征求意见稿》单位共计22个，收到回函的单位数18个，其中给予建议或意见的单位数13个，没有回函的单位数4个。针对各家反馈的意见情况，经编制组讨论研究，提出具体修改意见及采纳情况，编写了《标准征求意见稿的征求意见汇总表》。于2021年1月，形成了国家标准《钼及钼合金金相检验方法》送审稿。

3.5 审查阶段

3.5.1 标准技术专家审查会议

2021年3月16日~18日，在江苏省苏州市召开了国家标准《钼及钼合金金相检验方法》的审定会，根据与会专家及企业代表认真研究和讨论，形成审定会议纪要，并在会议上经过专家审议通过，根据审定会议纪要，修订了标准送审稿，编制《钼及钼合金金相检验方法》的报批稿。

3.5.2 委员审查会议

2021年 月 日~ 日，全国有色金属标准化技术委员会在 召开全体委员大会，全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分技术委员会（SAC/TC243/SC3）全体委员大会应到委员共计 名，实际到会委员 名。

会议经过认真热烈的讨论，对标准制修订程序、征求意见的过程、以及技术内容的确定等多方面进行了仔细审查和表决投票，形成委员审查会议纪要，审查结论为通过。

3.6 报批阶段

2021年 月，标准起草工作组根据审查会提出的修改意见和建议对标准进行了进一步的修改整理，形成了本标准的报批稿。报标准委秘书处。

二、标准编制原则

2.1 以满足我国钼及钼合金的实际生产和使用的需要为原则，提高标准的适用性：

- 以与实际相结合为原则，提高标准的可操作性。
- 优化试验参数，提高检测效率，获取更加清晰金相图片。
- 增加烧态晶粒度标准图谱，快速进行晶粒度评级，确定晶粒数范围。
- 在 DB 61/T 1077-2017《钼及钼合金金相检验方法》的基础上，选取更有代表性的图片，对常见组织类型进行完善。

2.2 主要技术路线：

- 样品制备：样品切取（不宜握持的样品需要镶嵌）、磨制、抛光、浸蚀。
- 样品观察、拍照、评级。
- 常见的钼及钼合金金相组织。
- 评级方法与标准图谱。

三、标准主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析

3.1 样品的制备

3.1.1 样品的切取

钼及钼合金样品的切取：在切割机上切取待测面约为 300mm^2 的样品，以容易握持为宜。

3.1.2 样品的磨制

样品用砂轮进行粗磨，用金相水砂纸（ $180^\# \sim 1200^\#$ 由粗到细）进行细磨，磨制要求每进行下一步磨制，需将磨制方向转动 90° ，直到上步的磨痕全部去除为止。

3.1.3 样品的抛光

3.1.3.1 机械抛光

水磨后进行抛光，使用不同粒度的抛光剂在帆布上进行粗抛光（金刚砂抛光剂，粒度为 $9\mu\text{m}$ ），在呢子上进行精抛光（金刚砂抛光剂，粒度为 $3\mu\text{m}$ ），直至抛光成镜面。

3.1.3.2 电解抛光

样品经 3.1.2 磨制后进行电解抛光。电解抛光使用两种方法进行试验，其参数：

第一种电解液成分：10%草酸水溶液；电解温度： 20°C ；电解电压：25V；抛光时间：8s。

第二种电解液成分：4%氢氧化钠水溶液；电解温度： 18°C ；电解电压：10V；抛光时间：10s。

3.1.4 样品的浸蚀

抛光好的样品采用化学浸蚀，分别用两种不同比例进行浸蚀。

第一种：15%铁氰化钾和 15%氢氧化钠溶液按照 2:1 的比例混合，擦拭 7s。

第二种：10%铁氰化钾和 10%氢氧化钠溶液按照 1:1 的比例混合，擦拭 50s。

浸蚀后用水冲洗干净样品，再用无水乙醇洗净并吹干样品，使表面无水迹或污物残留。

3.2 样品的观察、拍照

将浸蚀好的样品置于倒置式金相显微镜载物台上，选择 10 倍物镜镜头，使其需测试平面与显微镜光轴垂直，然后移动载物台，选择样品上合适的组织部位并调整显微镜焦距，使图像清晰，观察样品全貌；然后选择 20 倍物镜镜头，调整显微镜焦距，使图像清晰，选择有代表性的组织部位进行拍照。

3.3 试验分析与结论

3.3.1 机械抛光和电解抛光的金相组织比对

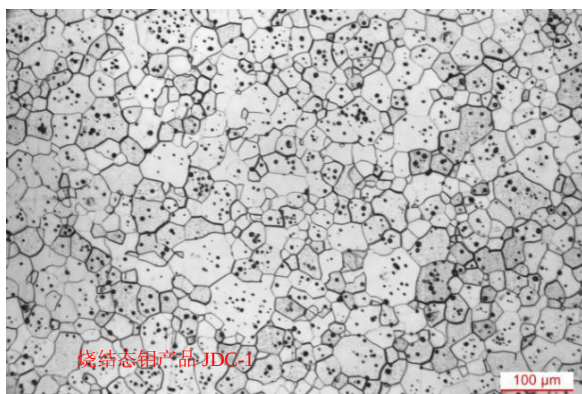


图1 机械抛光 200x

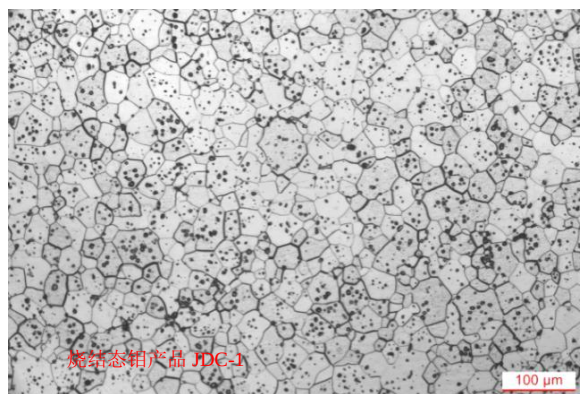


图2 电解抛光 200x

编号JDC-1为烧结态钼产品，是钼板坯经过 1100°C 的马弗炉预烧和 1800°C 的中频炉烧结的产品，图1为机械抛光后的金相组织图，图2为电解抛光后的金相组织图，两种方法得到的金相图比较相似。这种烧结态产品组织比较均匀，为晶粒之间排列紧凑的等轴晶，具有良好的加工性能。每平方毫米晶粒数约2000个。

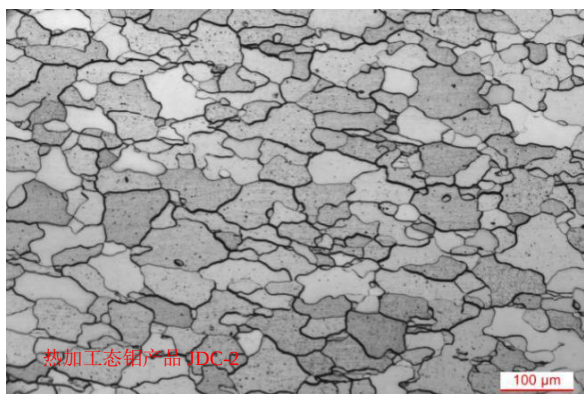


图 3 机械抛光 200x

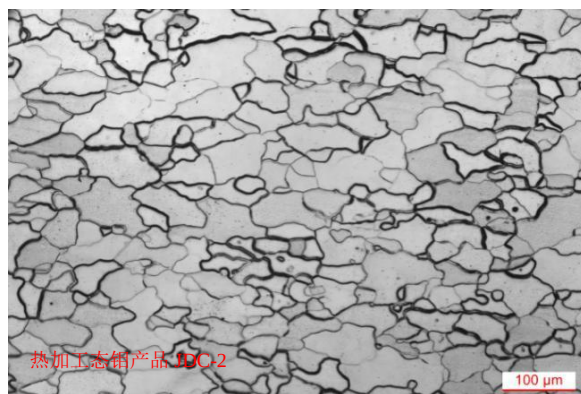


图 4 电解抛光 200x

编号JDC-2为热轧钼靶材再结晶退火的产品，图3为经过机械抛光的金相组织图，图4为经过电解抛光的金相组织图，而机械抛光和电解抛光得到的金相图，比较相似。从图中可以看出组织均匀，晶粒之间排列紧凑，晶界线平直。

机械抛光和电解抛光得到的金相组织图比较相似，区别在于机械抛光粗抛和精抛需要长时间手工磨抛，费事费力；电解抛光省时省力，大大提高了检测效率。

3.3.2两种电解抛光方法金相组织比对

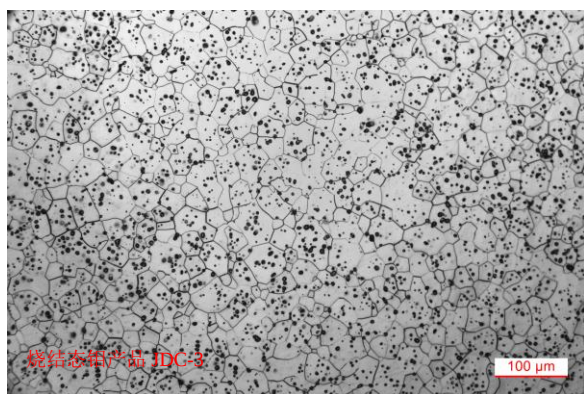


图 5 第一种电解抛光方法的金相组织

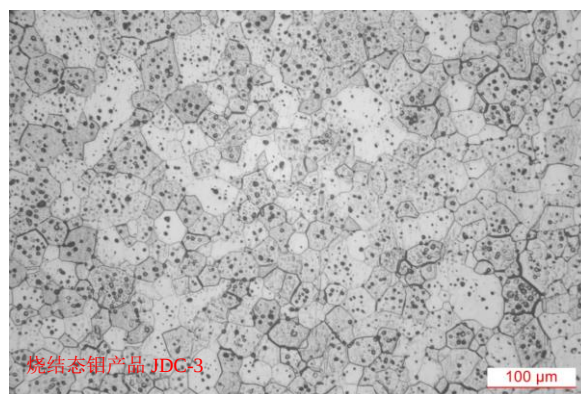


图 6 第二种电解抛光方法的金相组织

编号 JDC-3 烧结态钼板采用两种不同电解液进行电解抛光，组织为较均匀的等轴晶粒。4%氢氧化钠水溶液作为电解液抛光效果虽没有 10%草酸水溶液抛光效果好，也可作为钼电解抛光的一种备选方法使用。

3.3.3 两种浸蚀液比例的金相组织

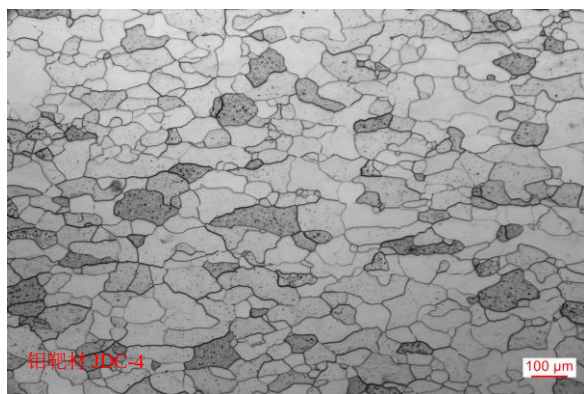


图 7 第一种浸蚀液配比的金相组织

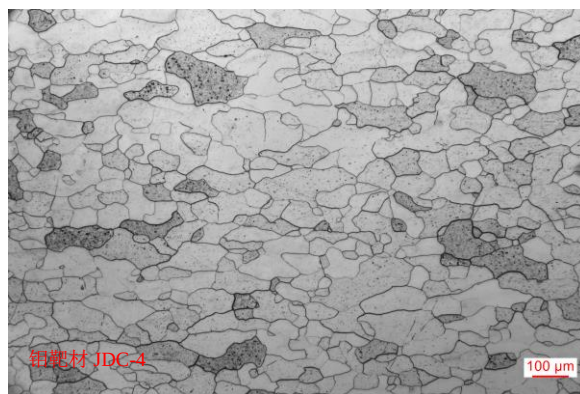


图 8 第二种浸蚀液配比的金相组织

编号 JDC-4 钼靶材退火的产品，选用两种配比的浸蚀液浸蚀后的金相组织，晶粒晶界线都很清晰。第一种配比可以节约浸蚀时间。

3.3.4 结论

- (1)机械抛光和电解抛光都能得到样品的真实金相组织，但是使用电解抛光花费时间少，提高了检测效率。
- (2) 电解液可以选择10%草酸水溶液或4%氢氧化钠水溶液。
- (3) 浸蚀液选择 15%铁氰化钾和 15%氢氧化钠溶液按照 2:1 的比例混合。

3.4方法验证

3.4.1钼及钼合金样品检测结果

根据项目需要，选取了三种加工形态的钼产品：烧结态钼产品、热加工态钼产品、冷加工态钼产品进行金相检测。通过验证单位检测分析，结果见表1。

表1 钼及钼合金样品检测结果

检验单位	钼板坯晶粒度等级/晶粒数（个/mm ² ）	轧制钼板坯平均截距 μm		
		N 面	R 面	T 面
自贡硬质合金有限责任公司	5 级/3000	61	66	63
金堆城钼业股份有限公司	4 级/2000	67	70	63
厦门虹鹭钨钼工业有限公司	5 级/3000	73	74	68
广东省科学院工业分析检测中心	4 级/2000	95	86	89
西安汉唐分析测试有限公司	4 级/2000	57	66	58

下图为部分验证单位的金相图片，图片编号见表 2。

表 2 验证单位的金相图片编号

检验单位	钼板坯图片编号	轧制钼板坯图片编号	钼丝图片编号
西安汉唐分析测试有限公司	图 9a	图 10a	/
广东省科学院工业分析检测中心	图 9b	图 10b	图 11b
厦门虹鹭钨钼工业有限公司	图 9c	图 10c	图 11c
金堆城钼业股份有限公司	图 9d	图 10d	图 11d

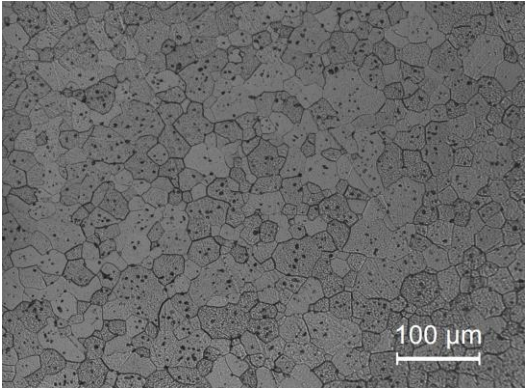


图9a

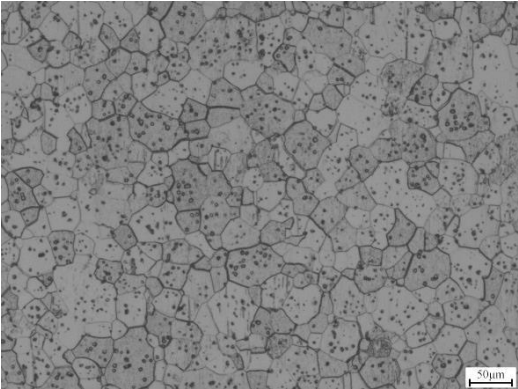


图9b

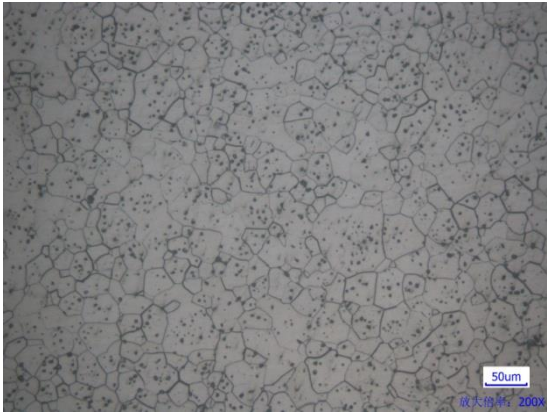


图9c

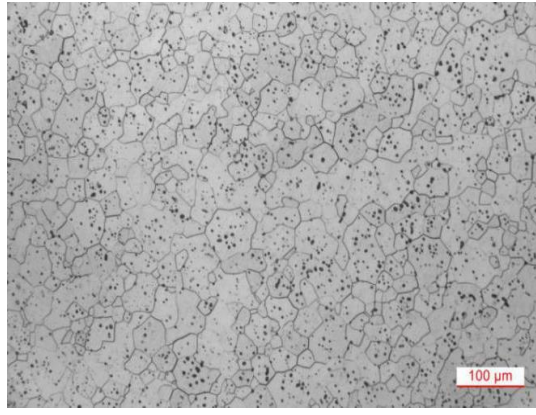


图9d

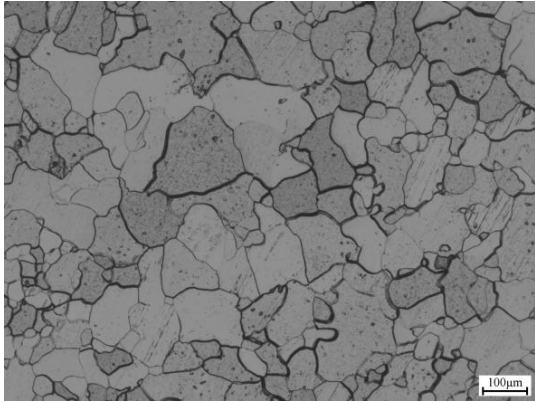


图10a

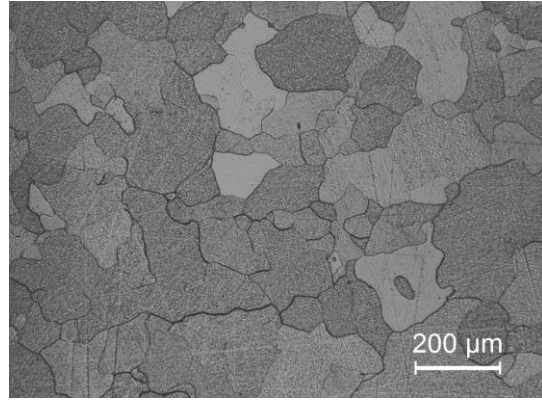


图10b

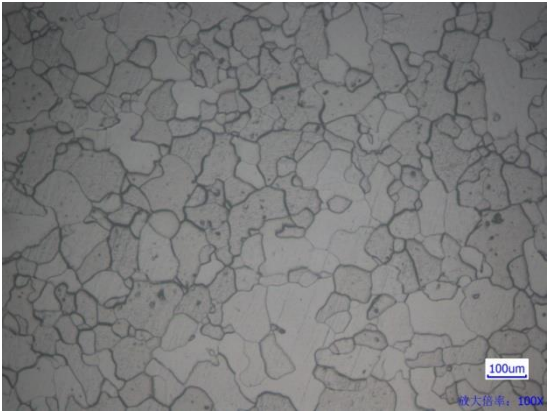


图10c

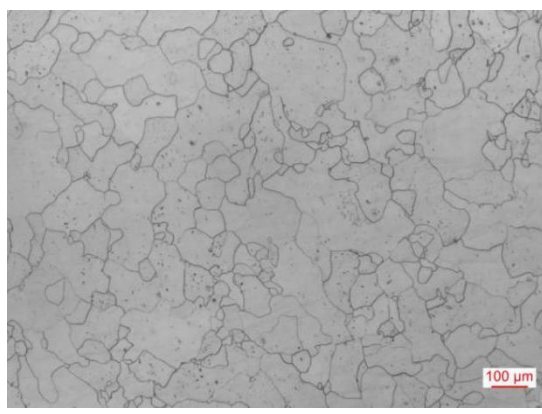


图10d

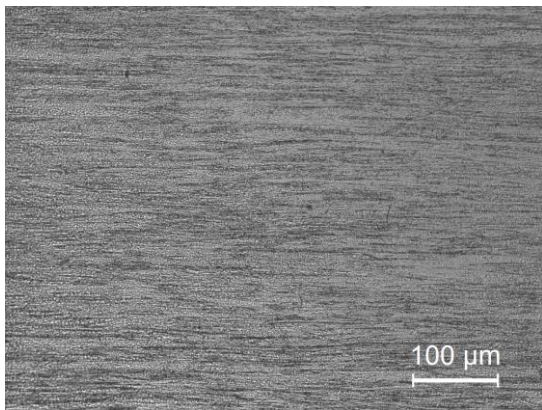


图11b



图11c

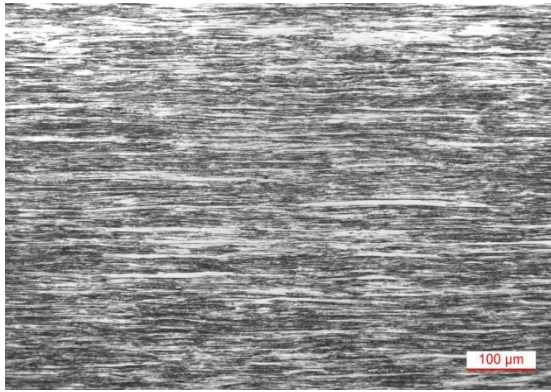


图11d

各家验证单位在钼板坯晶粒度等级评定上产生的差异，一是由于钼粉末冶金烧结工艺自身存在晶粒的不均匀性，二是由于与钼晶粒度评级图进行比较存在一定的偏差；轧制钼板坯平均截距的差异在于烧结过程中晶粒的不均匀性造成。从检测结果来看，钼板坯和轧制钼板坯的金相图片晶界清楚，晶粒明显，组织一致；钼丝样品检测的纵向金相组织呈现纤维状，各验证单位检测的样品金相一致。

各单位验证报告详见附件。

3.4.2 试验结论

钼烧结态、热加工态、冷加工态的板材和丝材样品进行金相检测方法验证，都能得到样品的真实金相组织，该方法适用于钼及钼合金产品的金相检测。

四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。标准的制定将会规范我国钼制品的生产分析检验方法，有利于有色金属分析检测技术与国际接轨；在促进公平贸易方面都产生极其重要的影响。

五、预期达到的社会效益等情况

（一）项目的必要性简述

钼具有高温强度好、硬度高、密度大、抗腐蚀能力强、热胀系数小、蠕变强度高、良好的导电和导热性等重要特性，是用途广泛的金属。近几年中国的钼工业快速发展，被广泛用作涡轮叶片、机械密封件、火箭发动机部件、加热元件和电子器件等高负载零件。

金属材料的显微组织直接影响到产品的性能和使用寿命，金相分析是控制产品内在质量的重要手段。在新材料，新工艺，新产品的研究开发中，在提高金属制品内在质量的科研中，都离不开金相技术分析。所谓“相”就是合金中具有同一化学成分、同一结构和同一原子聚集状态的均匀部分。金相实验是指用金相方法观察金属材料的组织结构。主要分析金属组织来控制质量、研发产品、失效分析等，也进行加工结构件及成品的组织评定，工艺剖析，缺陷研判等的相关分析。因此对分析检测提出了更高的标准。目前我国现有的钼产品标准中，对金相有具体指标要求的有《钼条和钼板坯》（GB/T3462-2007，Mo-1、Mo-2 要求加工材用产品的断面晶粒度提供实测值）、《钼及钼合金棒》（GB/T 17792-1999，断面晶粒数应为 1000 个/mm²-3500 个/mm²）、其他标准如，《钼箔》GB/T 3877-2006，GB/T 17792-1999，《钼丝》GB/T 4182-2003，《钼圆片》GB/T14592-1993，《钼杆》GB/T 4188-1984 及《掺杂钼条》GB/T 4190-1984 等，均对金相不要求。现行国家标准金属平均晶粒度测定方法，只是对金属产品晶粒度的基本测量方法，没有具体对钼产品的试验进行说明。有必要对钼金属金相进行补充完善。因此，有必要起草该分析方法。

（二）项目的可行性简述

金属材料的显微组织直接影响到产品的性能和使用寿命，金相分析是控制产品内在质量的核心。对企

业的长远利益及发展起到至关重要的作用。金相分析在材料分析中有以下的作用：质量控制；质量分析；质量追溯和新品研发。金相分析作为内在质量的重要检测方法和手段之一，可以进行加工结构件及成品的组织评定，工艺剖析，缺陷研判等的相关分析。目前，国内外没有完整的关于钼金属产品的金相检测方法和标准，该方法是将金相检测结合计算机图像处理，具有精度高、速度快等优点，可以大大提高工作效率，因此，制定该国家标准有利于规范钼金属产品的金相检测方法和评级标准。

（三）标准的先进性、创新性、标准实施后预期产生的经济效益和社会效益

近年来国内做钼靶材的客户也不断对金相提出要求。原采用 GB/T 4197-1984 钨钼及其合金的烧结坯条、棒材晶粒度测试方法现在已作废。现行采用国家标准金属平均晶粒度测定方法，只是对金属产品晶粒度的基本测量方法，没有具体对钼产品的试验进行说明。钼产品的金相检测判定一直是个空白，没有一套钼产品金相的标准图谱。目前国内新兴的钼金属企业层出不穷，为了给各企业提供更有效的支持。结合我们公司实力和经验，想通过一些研究工作力求找到一个检测判定钼产品金相的最适合的检测方法，同时系统性地同生产相结合制定出一套科学合理的金钼标准图谱。从而有力的促进钼金属加工产品检测质量的提高。因此，很有必要起草钼及钼合金金相检测方法。由于在 GB/T6394 金属平均晶粒度测定方法中金相标准评级图谱是在 100X 显微镜下评级，而钼制品的晶粒普遍偏小，在用比较法时很不方便对照图谱，对工作带来不便。因此，结合几十年的实际生产经验，特制定钼烧结制品金相标准评级图（在 200X 显微镜下评级）。对于等轴晶粒的样品使用比较法评定晶粒度，既方便又实用，对评价批量生产的钼制品具有重要意义。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

钼产品的金相检测判定一直是个空白，现有的检测方法是参照 GB/T 13298 金属显微组织检验方法、GB/T6394 金属平均晶粒度测定方法、GBN255 金相检测方法制订的，同时现有的检测仪器也有局限性，超低倍的镜头也不很适应所有的钼产品，没有一套金相的标准图谱。鉴于上述情况，作为检测部门，也想通过一些研究工作力求找到一个检测判定钼产品金相的最适合检测方法。从而有力的促进钼金属加工产品检测质量的提高。

七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性国家标准的协调配套情况

本标准属于有色金属标准体系“稀有金属”类，“金属理化性能试验方法”系列。

本标准制定时，在规范性引用文件上按照我国标准体系做了调整和编辑。标准的格式和表达方式等方面完全执行了现行的国家标准和有关法规，符合 GB/T 1.1 的有关要求。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无

九、标准性质的建议说明

本标准规定了钼金属材料及制品的金相样品的制备和腐蚀及金相分析方法。本标准属于基础性标准，建议本标准的性质为推荐性国家标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

1.首先应在实施前保证标准文本的充足供应，使每个生产单位、用户，特别是检测机构等能及时获得本标准文本，这是保证新标准贯彻实施的基础。

2.新制定的《钼及钼合金金相检验方法》，不仅与生产企业有关，而且与用户、检测机构等相关。对于标准使用过程中容易出现疑问，起草单位有义务进行必要的解释。

3.可以针对标准使用的不同对象，如检测机构、质量监管（督）等相关部门，有侧重点地进行标准的培训和宣贯，以保证标准的贯彻实施。

4.建议本标准批准发布 6 个月后实施。

十一、废止现行相关标准的建议

无

十二、其他应予说明的事项

无