

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX—20XX

铌及铌合金高低倍组织检验方法

Microstructure and macrostructure examination for niobium and niobium alloy

(讨论稿)

20XX-XX-XX发布

20XX-XX-XX实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

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：西安汉唐分析检测有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、西部超导材料科技股份有限公司、西安诺博尔稀贵金属材料股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、九江有色金属冶炼有限公司、辽宁中科力勒检测技术服务有限公司、昆明冶金研究院有限公司、浙江创新新型材料有限公司、稀美资源（广东）有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司。

本文件主要起草人：

铌及铌合金高低倍组织检验方法

1 范围

本文件规定了铌及铌合金高低倍样品的制备、浸蚀以及组织检验方法。
本文件适用于铌及铌合金高低倍组织的检验。

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 6394 金属平均晶粒度测定方法

GB/T 13298 金属显微组织检验方法

3 术语和定义

GB/T 6394 界定的术语和定义适用于本文件。

4 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

4.1 浸蚀剂 A: 60%体积分数的氢氟酸 ($\rho=1.14 \text{ g/mL}$)，20%体积分数的硝酸 ($\rho=1.42 \text{ g/mL}$)，20%体积分数的水。

4.2 抛光液 A: 金刚石抛光液，粒径 $1 \mu\text{m}$ 。

4.3 抛光液 B: (45%~55%)体积分数的氢氟酸 ($\rho=1.14 \text{ g/mL}$)，(25%~35%)体积分数的硝酸 ($\rho=1.42 \text{ g/mL}$)，其余为硫酸 ($\rho=1.83 \text{ g/mL}$)。

4.4 抛光液 C: (30%~40%)体积分数的氢氟酸 ($\rho=1.14 \text{ g/mL}$)，(60%~70%)体积分数的硫酸 ($\rho=1.83 \text{ g/mL}$)。

4.5 浸蚀剂 B: (25%~35%)体积分数的氢氟酸 ($\rho=1.14 \text{ g/mL}$)，(25%~35%)体积分数的硫酸 ($\rho=1.83 \text{ g/mL}$)，(25%~35%)体积分数的水，其余为过氧化氢 ($\rho=1.10 \text{ g/mL}$)。

4.6 浸蚀剂 C: (50%~70%)体积分数的氢氟酸 ($\rho=1.14 \text{ g/mL}$)，(10%~30%)体积分数的硝酸 ($\rho=1.42 \text{ g/mL}$)，其余为水。

5 设备与仪器

5.1 金相显微镜：具备明场观察及拍照功能，配备图像处理软件。

5.2 稳压直流电源：电压可调范围 $0 \text{ V} \sim 50 \text{ V}$ 。

5.3 预磨机。

5.4 磨抛机。

6 样品

6.1 低倍样品

应从产品的横向切取，然后沿纵向切取一半。以便检查横向及纵向组织。试样的横截面厚度不宜小于 10 mm，表面粗糙度 R_a 不应大于 $1.6 \mu\text{m}$ 。

6.2 高倍样品

6.2.1 试样取样部位和检验方向应根据产品标准、技术协议或低倍组织检验结果进行。推荐的试样尺寸如下：

- a) 板材试样尺寸宜为 δ (厚度) \times (10 mm~15 mm) \times (10 mm~15 mm)；
- b) 棒材试样尺寸宜为 10 mm \times (10 mm~15 mm) \times (10 mm~15 mm)；
- c) 管材试样尺寸宜为 d (壁厚) \times (10 mm~15 mm) \times (10 mm~15 mm)；
- d) 箔材试样尺寸宜为 δ (厚度) \times (10 mm~15 mm) \times (10 mm~15 mm)。

6.2.2 对于丝材、形状不规则或尺寸偏小的产品，宜采用镶样的方法制备样品。

7 试验步骤

7.1 低倍组织检验

7.1.1 样品预磨

按照 GB/T 13298 描述的方法研磨样品。

7.1.2 样品浸蚀

浸蚀前应对受检表明进行检查，可进行除油或光亮处理，确保表明无损伤或污染。宜采用浸蚀剂 A (4.1) 对样品进行浸蚀，保证检测面能显示出清晰的低倍组织。浸蚀过程中要水浴冷却。样品浸蚀后用干净的流水冲洗，除去浸蚀产物及污渍后，吹干。

7.1.3 检验

7.1.3.1 在足够光照条件下目视试样、利用放大镜或者在放大倍数小于 20 倍的条件下观察，以检查低倍组织及缺陷，例如裂纹、折叠、气孔、缩尾、夹杂等。必要时，对低倍组织进行照相。

7.1.3.2 典型低倍组织图片见附录 A。

7.2 高倍组织检验

7.2.1 样品预磨

按照 GB/T 13298 描述的方法研磨样品。将待检样品在不同型号水砂纸上由粗到细依次打磨。砂纸打磨时需要用水冷却。

7.2.2 样品抛光

7.2.2.1 机械抛光

将研磨后的试样置于抛光机上进行机械抛光。机械抛光推荐使用抛光液 A (4.2)。

7.2.2.2 化学抛光

宜采用抛光液 B (4.3) 对试样进行化学抛光。

7.2.2.3 电解抛光

宜采用抛光液 C (4.4) 对试样进行电解抛光。将试样置于电解装置的阳极，阴极为不锈钢板。采用抛光液 A 的电解抛光参数：电压 10 V~30 V，时间 30 s~300 s。

7.2.4 样品浸蚀

推荐采用浸蚀剂 B (4.5) 或浸蚀剂 C (4.6) 对样品进行浸蚀，保证检测面能显示出清晰的高倍组织。浸蚀过程中要水浴冷却。

7.2.5 高倍组织检验

7.2.5.1 观察试样高倍组织，应重点观察低倍组织检验中的疑问区域。

7.2.5.2 典型高倍组织图片见附录 B。

8 试验数据处理

8.1 高低倍检验结果应依据产品标准或者技术协议相关要求表述。

8.2 按照 GB/T 6394 的规定评定晶粒度。

9 试验报告

试验报告宜包括下列内容：

- 试验对象（试样名称、牌号、规格、批号、热处理状态）；
- 本文件编号；
- 浸蚀剂和浸蚀时间；
- 放大倍数；
- 结果；
- 试验日期。

附录 A
(资料性)
典型低倍组织图片

图 A.1~图 A.4 为铌及铌合金的典型低倍组织图片。



图 A.1 Nb 棒材横向低倍组织

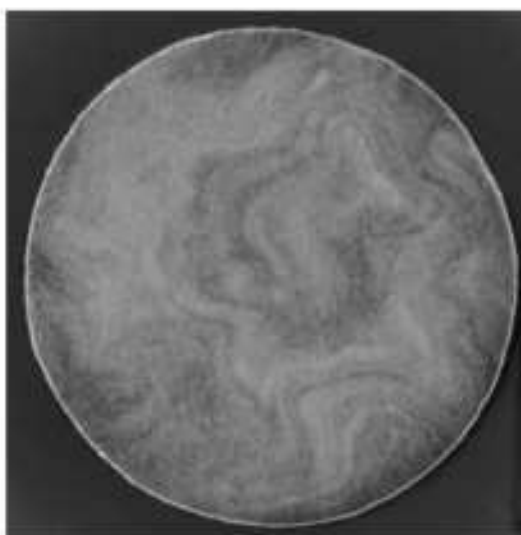


图 A.2 Nb 丝材横向低倍组织

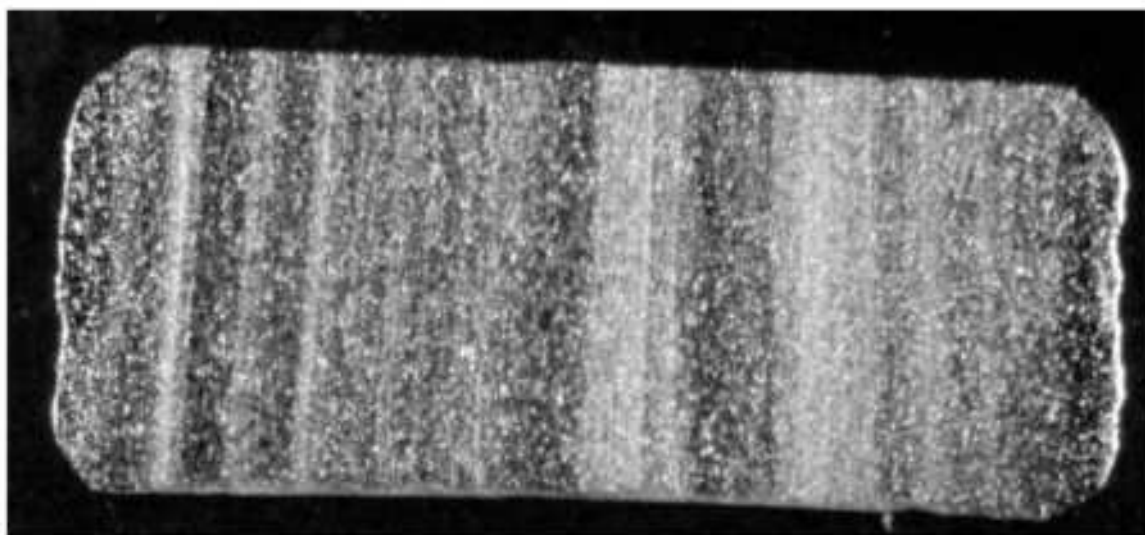


图 A.3 Nb 丝材纵向低倍组织



图 A.4 Nb 棒材横向低倍缩孔

附录 B
(资料性)
典型高倍组织图片

图 B.1~图 B.4 为铌及铌合金的典型高倍组织图片。

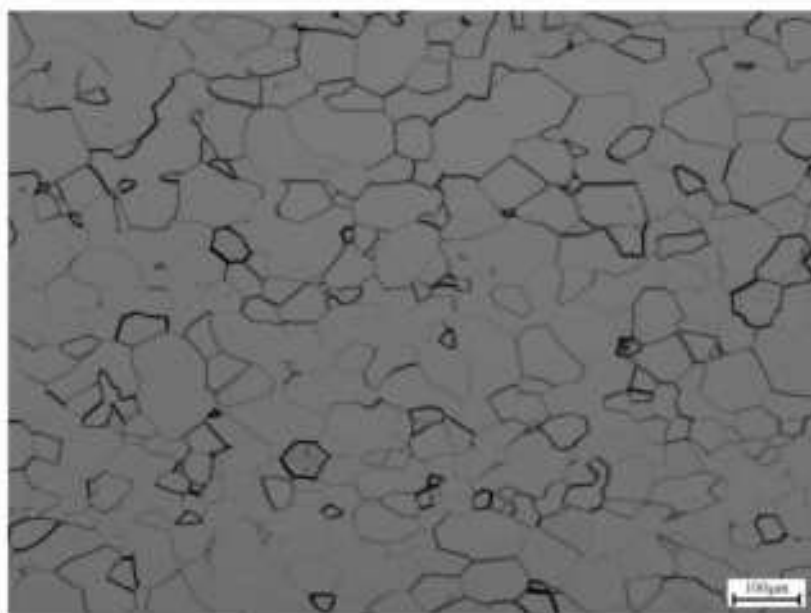


图 B.1 Nb 显微组织 1

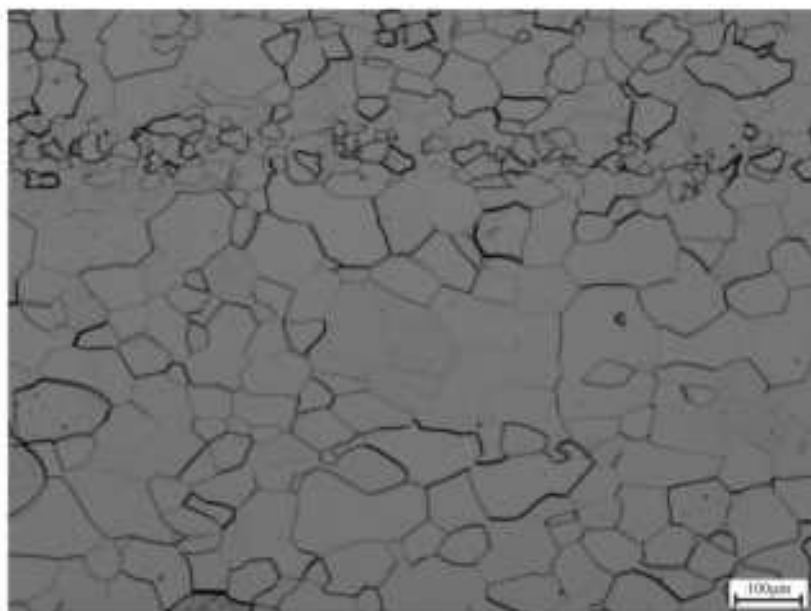


图 B.2 Nb 显微组织 2

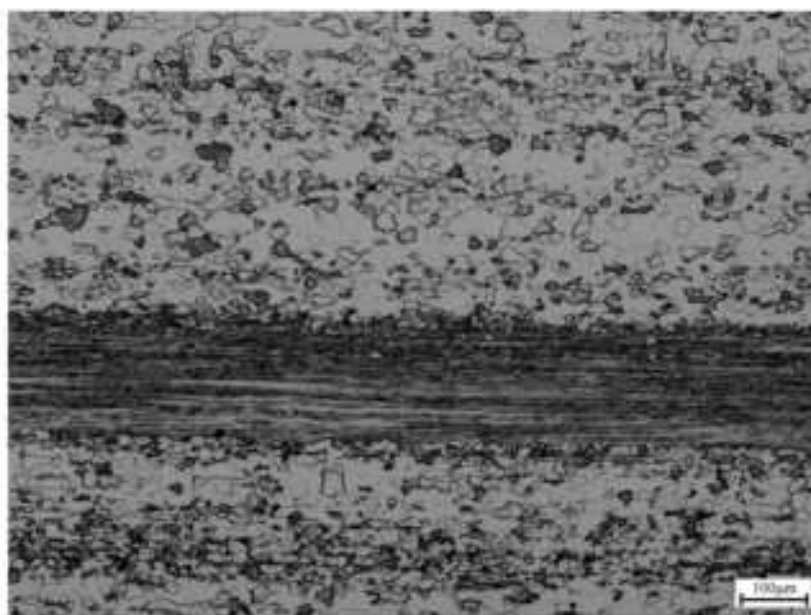


图 B.3 Nb 显微组织

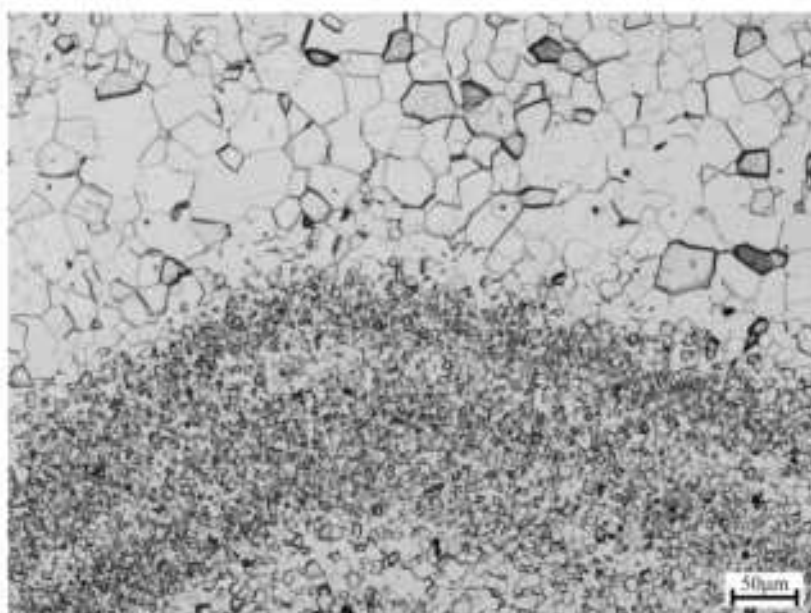


图 B.4 Nb 显微组织