

# 铌及铌合金高低倍组织检验方法

编

制

说

明

(讨论稿)

西安汉唐分析检测有限公司

2024年2月

# 铌及铌合金高低倍组织检验方法

## 编制说明

### 一、 工作简况

#### 1.1 任务来源

根据《工业和信息化部办公厅关于印发 2023 年第一批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》（工信厅科函【2023】18 号），由西安汉唐分析检测有限公司负责起草《铌及铌合金高低倍组织检验方法》行业标准，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）测试评价有限公司参加起草。计划编号为 2023-0416T-YS，项目完成年限为 2024 年。

#### 1.2 主要参加单位和工作成员及其所作的工作

本文件起草单位：西安汉唐分析检测有限公司负责起草《铌及铌合金高低倍组织检验方法》行业标准，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：

西安汉唐分析检测有限公司作为标准起草负责单位，在工作前期，对铌及铌合金高低倍组织检验方法的测定需求和现阶段国内外检测方法现状进行了充分的调研和梳理，并制定了系统的研究方案。在标准制定过程中，完成了试验样品的搜集和分发；完成了分析方法的研究工作；撰写了标准文件、研究报告和编制说明；广泛征求了国内同行试验室及相关企业的意见。

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为第一验证单位，在标准制定过程中对标准文件和研究报告中的各项试验参数进行了验证。同时，提供了试验样品的测试数据，对标准文件、研究报告和编制说明提出了相应的修改建议。

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）测试评价有限公司均为第二验证单位，在标准制定过程中对试验样品进行了测试，提供了测定数据，并对标准文件提出了修改建议。

表 1 主要起草人工作职责

起草人	工作职责
王松茂	负责标准的编写，实验方案确定
朱静 张静 刘淑凤	负责标准开展现场试验验证和数据积累及部分标准内容编写
张浩 赵双双 冯中慧	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
黄双 袁慧 赵晖	配合标准编写提供标准验证试验

#### 1.3 主要工作过程

西安汉唐分析检测有限公司在接到标准制订任务后，成立了标准编制组，并召开了标准项目编制启动会议，对标准编写工作进行了部署和分工，主要工作过程经历了以下几个阶段。

### 1.3.1 起草阶段

(1) 2023年6月，接到有色标委会标准制定任务通知（工信厅科函【2023】18号）。

(2) 2023年6月，全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委对西安汉唐分析检测有限公司负责的《铌及铌合金高低倍组织检验方法》行业标准制定项目进行了任务落实，确定了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为第一验证单位，西安诺博尔稀贵金属股份有限公司、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)测试评价有限公司为第二验证单位。

(3) 2023年8月，组建《铌及铌合金高低倍组织检验方法》起草小组，撰写开题报告，落实课题组长及课题成员的任务，确定标准编审原则。

(4) 2024年1月，完成相应检验方法样品的收集和相关研究工作，形成讨论稿、研究报告、征求意见表等，交宁夏东方钽业股份有限公司和西部超导材料科技股份有限公司进行验证。根据一验的反馈意见和建议，优化实验方案，形成标准讨论稿1。将标准讨论稿1、研究报告和试验样品一起寄往西安诺博尔稀贵金属股份有限公司、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。

(5) 2024年2月陆续收到各编制组单位的验证报告及反馈意见。在对各参与起草单位验证意见和建议进行汇总处理的基础上，对讨论稿进行了修改，完善了实验报告，并撰写了编制说明。

## 二、 标准编制原则

2.1 符合性：该标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》、GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》。

2.2 合理性：反映当前国内各生产企业的技术水平，宜于应用，经济上合理，兼顾现有资源的合理配置。

2.3 先进性：本标准涉及的内容，技术水平不低于当前国内水平。

## 三、 标准主要内容的确定依据

本标准是首次制定，并且在充分调研了生产的实际水平后完成的。

### 3.1 低倍浸蚀剂的确定

在 ASTM E340-2015《金属和合金宏观腐蚀的检测方法》及其他国内外文献资料中，没有明确记载的低倍腐蚀溶液。将实验室常用的低倍腐蚀溶液命名为浸蚀剂 a、浸蚀剂 b。

表 1 实验室常用的低倍腐蚀溶液

名称	浸蚀剂配比	浸蚀效果
浸蚀剂 a	30 mL 氢氟酸+ 10 mL 硝酸+ 10 mL 水	低倍腐蚀效果好，腐蚀速度适中，便于控制
浸蚀剂 b	30 mL 氢氟酸+ 15 mL 硝酸+ 30 mL 盐酸	低倍腐蚀效果好，但腐蚀速度过慢

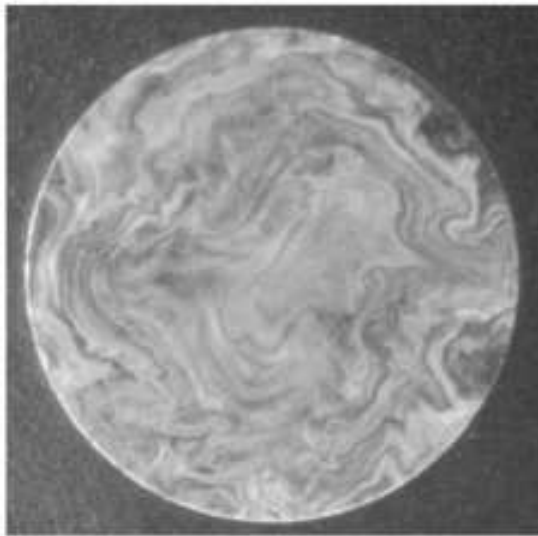


图1 浸蚀剂 a 浸蚀后低倍组织

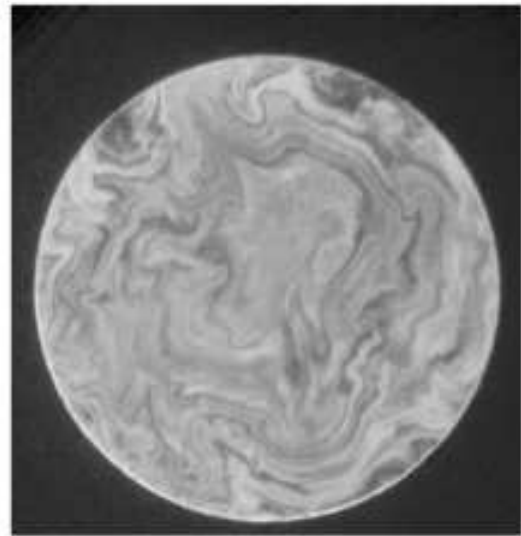


图2 浸蚀剂 b 浸蚀后低倍组织

试验发现，低倍组织检验选择两种浸蚀剂均可达到良好的腐蚀效果，但浸蚀剂 b 腐蚀速度过慢，需要较长时间。故选择浸蚀剂 a 作为低倍浸蚀剂。

### 3.2 高倍试样磨光方法

将待检试样在不同型号金相水砂纸上由粗到细依次打磨。在打磨过程中，后一道砂纸打磨需要将前一道砂纸在试样表面产生的磨痕消除，每次须用水洗净吹干后再进入下一道制样程序，避免前一道砂纸沙粒遗留到后一道砂纸上。打磨时需要加水避免试样过热。

### 3.3 高倍试样抛光方法

参照 GB/T 13298-2015《金属显微组织检验方法》的要求，推荐了三种样品抛光方法：机械抛光法、化学抛光法与电解抛光法。

#### 3.3.1 机械抛光

由于铌及铌合金软而粘的性质，采用机械抛光的方法，抛光液为金刚石抛光液，粗磨的试样必须打磨到 1000#砂纸以上，这样抛光才能提高效率。

#### 3.3.2 化学抛光

关于铌及铌合金的化学抛光方法，将文献中记载的化学抛光浸蚀剂命名为抛光液 a。抛光液 a 酸液配比过于单一，试验发现调整酸液体积分数同样能够达到良好的腐蚀效果。擦拭与浸蚀均可以达到相同的腐蚀目的。化学抛光过程中，局部晶界出现。在浸蚀时需对试样进行降温处理，否则试样表面会由于过热而不均匀，如图 3 所示。

因此，确定的化学抛光液见表 3，将其命名为抛光液 b。

表 2 文献记载的化学抛光溶液

名称	化学抛光液配比	抛光效果
抛光液 a	50 mL 硫酸+ 20 mL 硝酸+ 20 mL 氢氟酸	浸泡与擦拭，达到抛光效果，表面浮凸感较强，局部出现晶界

表 3 试验确定的化学抛光液

名称	化学抛光液配比（体积比）	侵蚀方式
抛光液 b	(45%~55%) 氢氟酸+(25%~35%) 硝酸+硫酸（余量）	浸泡或擦拭，降温

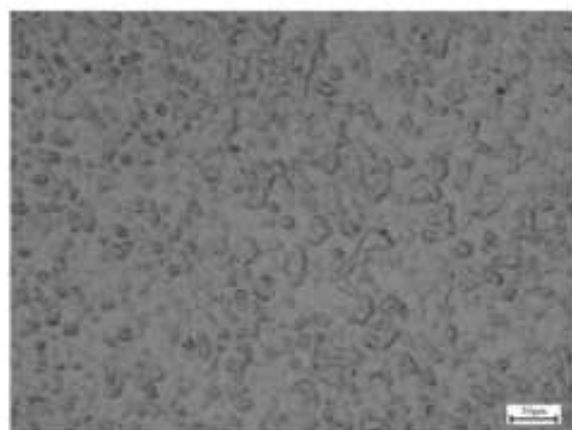


图 3 抛光液 a 抛光后高倍组织

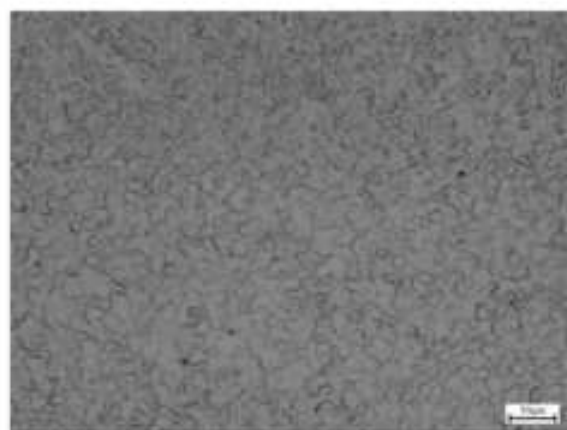


图 4 抛光液 b 抛光后高倍组织

### 3.3.3 电解抛光

ASTME407-07 (2015) e1《金属和合金显微腐蚀的检测方法》中没有包含铌及铌合金的电解抛光方法，文献中记载电解抛光方法见表 4 所示，该电解抛光液粘稠度较高，试样在电解抛光液中移动缓慢，危险系数较高，不建议使用。本标准推荐的电解抛光方法是文献记载的方法进行改进并在生产实践中总结出来的，抛光效果好且用时短，效率高。具体见表 5。

表 4 试验确定的电解抛光溶液

电解抛光液（体积比）	参数
10%氢氟酸+90%硫酸	电压：10V~30V，不锈钢板作为阴极，电解时间 5min~10 min

表 5 试验确定的电解抛光溶液

名称	电解抛光液（体积比）	参数
抛光液 c	(30%~40%) 氢氟酸+(60%~70%) 硫酸	电压：10V~30V，不锈钢板作为阴极，电解时间 2min~8 min

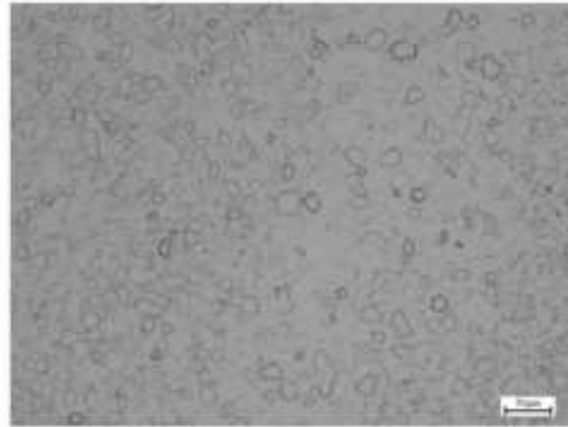


图5 抛光液c电解抛光后高倍组织

### 3.4 高倍浸蚀剂的确定

根据文献资料记载和 ASTM E407-07 (2015) e1 《金属和合金显微腐蚀的检测方法》确定高倍浸蚀剂，将查阅到的浸蚀剂命名为浸蚀剂c~浸蚀剂l，见表6。

表6 标准与文献记载的高倍浸蚀剂

名称	来源	高倍浸蚀剂	浸蚀效果
浸蚀剂c	ASTM E407-07 (2015) e1	30 mL 氢氟酸+ 15 mL 硝酸+ 30 mL 盐酸	腐蚀时间 240 s，显微组织较清晰， 局部晶界不清楚
浸蚀剂d	ASTM E407-07 (2015) e1	20 mL 氢氟酸+15 mL 硫酸+5 mL 硝酸+50 mL 水	腐蚀时间 80 s，显微组织较清晰， 局部晶界不清楚
浸蚀剂e	ASTM E407-07 (2015) e1	5 mL 氢氟酸+ 25 mL 硝酸	腐蚀时间 30 s，显微组织清晰，晶 界宽化
浸蚀剂f	ASTM E407-07 (2015) e1	50 mL 硝酸+ 30g 氟化氢铵+ 20 mL 氢氟酸	腐蚀时间 200 s，显微组织清晰，晶 界宽化
浸蚀剂g	ASTM E407-07 (2015) e1	10 mL 氢氟酸+ 10 mL 硝酸+ 30 mL 乳酸	腐蚀时间 90 s，显微组织较清晰， 局部晶界不清楚
浸蚀剂h	ASTM E407-07 (2015) e1	30 mL 氢氟酸+30 mL 硫酸+ 5 mL 双氧水+ 30 mL 水	腐蚀时间 90 s，显微组织较清晰
浸蚀剂i	ASTM E407-07 (2015) e1	5 mL 氢氟酸+20 mL 硝酸+ 50 mL 醋酸	腐蚀时间 200 s，显微组织较清晰
浸蚀剂j	ASTM E407-07 (2015) e1	10 mL 氢氟酸+ 30 mL 硝酸+ 60 mL 乳酸	腐蚀时间 90 s，显微组织较清晰， 局部晶界不清楚
浸蚀剂k	文献记载	20 mL 氢氟酸+15 mL 硫酸+10 mL 硝酸+50 mL 水	腐蚀时间 80 s，显微组织较清晰， 局部晶界不清楚
浸蚀剂l	文献记载	5 mL 氢氟酸+20 mL 硝酸+ 50 mL 醋酸	腐蚀时间 200 s，显微组织较清晰

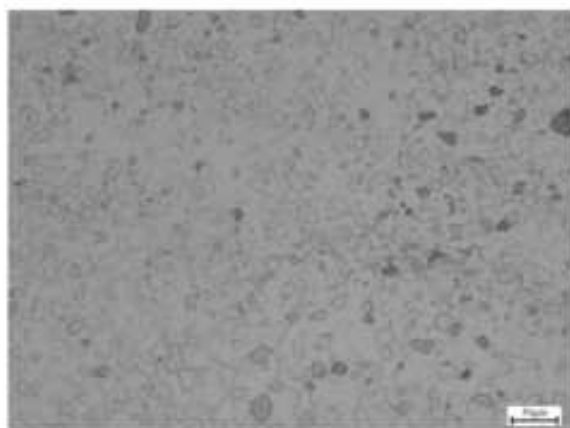


图 6 浸蚀剂 c 浸蚀后高倍组织



图 7 浸蚀剂 d 和 k 浸蚀后高倍组织



图 8 浸蚀剂 e 浸蚀后高倍组织

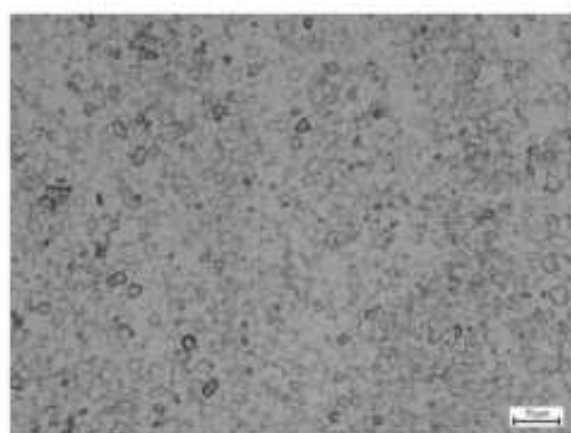


图 9 浸蚀剂 f 浸蚀后高倍组织



图 10 浸蚀剂 g 和 j 浸蚀后高倍组织

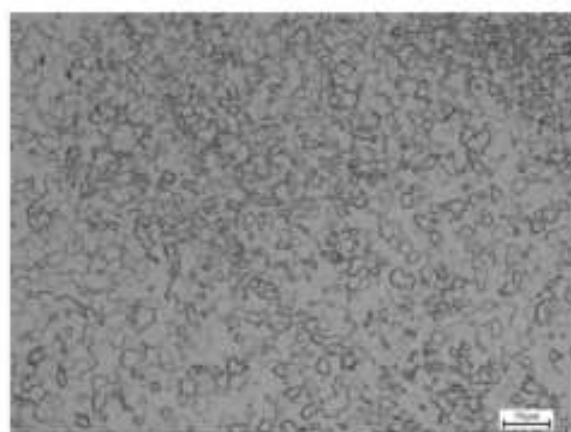


图 11 浸蚀剂 h 和 n 浸蚀后高倍组织



图 12 浸蚀剂 i 和 l 浸蚀后高倍组织

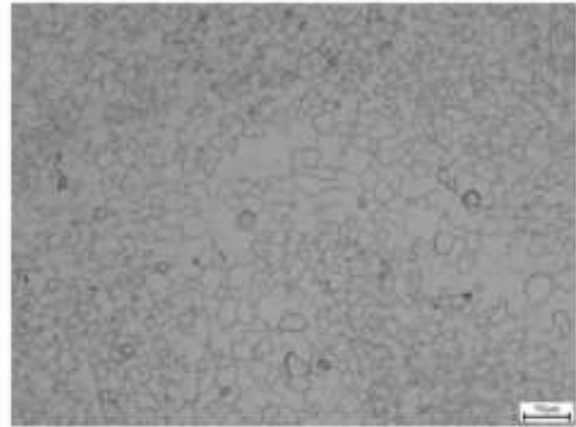


图 13 浸蚀剂 m 浸蚀后高倍组织

试验发现，多种浸蚀剂浸蚀效果良好，见图 6~图 12。考虑到腐蚀时间、境界清晰程度等因素，推荐使用以下两种抛光液，见表 7。

表 7 试验确定的高倍腐蚀溶液

名称	高倍腐蚀溶液（体积比）	浸蚀效果
浸蚀剂 m	(25%~35%) 氢氟酸+ (25%~35%) 硫酸+ (25%~35%) 水+双氧水（余量）	显微组织较清晰
浸蚀剂 n	(50%~70%) 氢氟酸+ (10%~30%) 硝酸+ 水（余量）	显微组织较清晰

### 3.6 主要实验（或验证）的分析、综述报告

宁夏东方钨业股份有限公司、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）测试评价有限公司对同一组样品按本方法进行了方法验证，典型照片见下图。

## 四、标准中涉及专利的情况

本文件不涉及专利问题。

## 五、预期达到的社会效益等情况

### 5.1 文件的必要性

钕及钕合金的高低倍组织检验是其产品检验中重要的部分，低倍组织检验能从宏观上反映出材料的冶金与加工水平，而显微组织检验能反映出材质的均匀性和热变形工艺的合理性，晶粒度测定能反映出材料的晶粒尺寸大小，冶金与加工水平、均匀性与工艺、晶粒尺寸大小会最终影响材料的拉伸性能、高温性能、冲击性能、硬度、持久性能和蠕变性能。因此，高低倍组织的检验是其中性能测试的关键。

由于高低倍组织检验受试样取样位置、试样加工水平、检测设备、腐蚀方法、组织检查等因素的影响，而目前该类材料在检测过程中标准的不确定与不统一，已经影响到材料检测的准确性，这很不利于产品的质量控制和性能提升，更会影响到钕及钕合金未来的应用与发展。所以本项目针对钕及钕合金的高低倍组织检验方法，重点解决检测标准不统一，检测方法不一致、检测结果不准确等技术缺陷，从而提高检测结



果的准确性。为铌及铌合金的应用和发展提供质量保障和技术支持。

## 5.2 文件的预期作用

本文件的完成将填补国内铌及铌合金高低倍组织检验方法的技术空白，对铌及铌合金材料的使用提供强有力的支持，具有较大的社会效益。

## 六、 采用国际标准和国外先进标准的情况

### 6.1 采用国际标准和国外先进标准的程度

经查，国外无相同类型的国际标准。

### 6.2 国际、国外同类标准水平的对比分析

经查，国外无相同类型的国际标准。

### 6.3 与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

与国外同材料同试验条件测试结果基本一致。

## 七、 与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本文件与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

本文件与现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

## 八、 重大分歧意见的处理经过和依据

编制组严格按既定编制原则进行编写，本文件起草过程中未发生重大的分歧意见。

## 九、 标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议该标准为行业标准，供相关组织参考采用。

## 十、 贯彻标准的要求和措施建议

本文件规范了铌及铌合金高低倍组织的检验方法，有利用整个行业分析水平的提升。本文件发布执行后，建议标准主管单位积极向生产厂家及国内外用户推广。

## 十一、 废止现行有关标准的建议

本文件为新制定文件，无废止其它标准的建议。

## 十二、 其他应予说明的事项

无。