

行业标准

钛及钛合金孔隙率的测定
X 射线 CT 检测方法

编制说明

(送审稿)

主编单位：集萃新材料研发有限公司

2024 年 8 月

钛及钛合金孔隙率的测定 X 射线 CT 检测方法

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 2022 年第三批行业标准制修订和外文版项目计划的通知（工信厅科函〔2022〕312 号）精神，由集萃新材料研发有限公司负责牵头制定行业标准《钛及钛合金孔隙率的测定 X 射线 CT 检测方法》，项目计划编号为：工信厅科函〔2022〕312 号 2022-1723T-YS。

1.2 项目概况

钛元素分布广泛，其含量超过地壳质量的 0.4%，全球探明储量约 34 亿吨，在所有元素中含量居第 10 位。海绵钛经过粉碎、放入真空电弧炉里熔炼，才能铸成钛锭，而后经加工制成各种钛材。钛及钛合金在力学性能方面较其他金属材料要具有非常明显的优势，其制品也经常用于航空航天、军工、汽车、骨外科和牙科植入物等领域。其中，孔隙率对钛合金性能影响具有非常重要的作用，所以，在钛及钛合金材料的制备过程中，对孔隙率准确而直观的特征就显得极为关键。

X 射线计算机断层扫描（CT），主要利用不同物质对 X 射线吸收能力的差异，获得二维投影，通过计算机算法，对二维投影进行重构，最终得到三维可视化的效果。该技术可用于钛及钛合金材料微观结构的表征，借助高衬度、高分辨率的优势，出色地对钛及钛合金材料中的孔隙结构进行成像。通过阈值分割的方式，对材料中的孔隙进行提取并统计，得到所制备材料的孔隙率，用来指导实验研究及实际应用。因此开发该检测方法标准有利于规范化该材料的评判方法。

1.3 承担单位情况

集萃新材料研发有限公司是由江苏省产业技术研究院、苏州市科技局和苏州市相城区政府合作共建，并于 2018 年 5 月经苏州市工商局登记注册成立。公司立足分析测试工作，为先进材料技术创新提供数据支撑。主要为高温合金、高端装备用特种合金、高性能轻合金、碳纤维及其复合材料、先进高分子材料、高性能土木工程材料等方向提供分析测试服务。公司检测设备先进、技术力量雄厚，能够从事各种冶金产品、高分子复合材料的化学组分分析、金相组织分析、微观结构分析、力学性能测试、热物理性能

测试、无损检测、残余应力检测、持久蠕变测试和疲劳及失效分析等。

1.4 参编单位及主要起草人工作情况

标准起草过程中集萃新材料研发有限公司、南京工业大学、哈尔滨工业大学、西北有色金属研究院、卡尔蔡司（上海）有限公司、微旷科技（苏州）有限公司、北京有色金属研究院六家单位提供了相关帮助。

测试试验所需的金属件由南京工业大学提供，测试数据汇总分析得到微旷科技（苏州）有限公司、哈尔滨工业大学、西北有色金属研究院、卡尔蔡司（上海）有限公司。其中，微旷科技（苏州）有限公司作为一验单位，主要负责对试验方案中的条件试验进行验证，提供精密度等测试数据，并对标准文本提出修改意见和建议；哈尔滨工业大学、西北有色金属研究院、卡尔蔡司（上海）有限公司、北京有色金属研究院做为二验单位，提供精密度等测试数据，并对标准文本提出修改意见和建议。

标准主要起草人以及分工见下表。

标准主要起草人及分工

姓名	单位	分工
	集萃新材料研发有限公司	负责标准编制、协调工作
	集萃新材料研发有限公司	负责标准审核、协调工作
	集萃新材料研发有限公司	负责调研、验证、标准起草
	微旷科技（苏州）有限公司	参与标准起草，资料收集，提供相关验证
	卡尔蔡司（上海）有限公司	参与标准起草，资料收集，提供相关验证

1.5 主要工作过程

1.5.1 预研阶段

2020 年 8 月-2021 年 9 月，由集萃新材料研发有限公司标准小组对钛及钛合金孔隙率测试方法相关标准进行了学习研究，并与行业相关单位进行了交流，发现行业里，用 X 射线 CT 方法进行钛及钛合金孔隙率测试的需求越来越多，但是并没有相关方法标准作为参考。根据上述情况，整理并编制形成了《钛及钛合金孔隙率的测定 X 射线 CT 检测方法》的标准项目建议书等相关材料。

1.5.2 立项阶段

2021 年 10 月集萃新材料研发有限公司确定向全国有色金属标准化委员会提交《钛及钛合金孔隙率的测定 X 射线 CT 检测方法》的标准项目建议书、标准草案及标准立项说明等材料，全体委员会论证结论为同意标准申报。

2023 年 4 月，工业和信息化部办公厅关于印发 2022 年第三批行业标准制修订和外文版项目计划的通知（工信厅科函〔2022〕312 号）精神，由集萃新材料研发有限公司

负责牵头制定行业标准《钛及钛合金孔隙率的测定 X 射线 CT 检测方法》项目计划编号为：工信厅科函〔2022〕312号 2022-1723T-YS。

1.5.3 起草阶段

(1) 任务落实

集萃新材料研发有限公司接到《钛及钛合金孔隙率的测定 X 射线 CT 检测方法》的起草任务后，立即组织相关工程技术人员成立了标准编制组，进行相关资料的查询与收集工作，制订工作计划和进度安排。编制组对相关标准重点内容进行了熟悉，同时收集、分析、研究了国内外相关技术资料 and 标准资料，与参编单位一起开展与标准制定相关的测试工作。在全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委（SAC/TC 243/SC3）的指导下，确定由集萃新材料研发有限公司负责牵头起草标准工作，由哈尔滨工业大学、西北有色金属研究院协助起草相关工作，确定了样品制备来源及相关进度安排。

(2) 样品收集及试验研究

2023 年 5 月到 7 月，主起草单位集萃新材料研发有限公司联合项目合作单位南京工业大学讨论了相关钛合金材料的制备及后续加工工作。共制备了 2 种不同孔隙率的钛合金样品，相关信息见表 1。2023 年 8 月-9 月，主起草单位完成主要试验工作，对试验数据进行统计和分析，形成了方法研究报告及标准文本和编制说明的讨论稿。

(3) 实验验证

2023 年 10 月-2023 年 12 月，集萃新材料研发有限公司将试验样品及优化的文本提供给第一验证单位微矿科技（苏州）有限公司，由一验单位对条件试验、精密度等进行验证。主起草单位根据一验单位反馈的意见修改试验方案。

2024 年 1 月-4 月，集萃新材料研发有限公司将试验样品及优化的文本提供给第二验证单位卡尔蔡司（上海）有限公司，由二验单位对精密度等进行验证。

1.5.4 征求意见阶段

2023 年 9 月 25 日~28 日，全国有色金属标准化技术委员会组织在重庆召开标准讨论会，参编单位及参会单位对标准的征求意见稿和编制说明进行了充分、细致地讨论。并提出了修改意见和建议，如下：

- (1) 范围：删除“该测试方法得到的孔隙率的准确性与扫描精度、样品尺寸有关，详细说明见下文”。
- (2) 术语和定义：分项前增加小序号。
- (3) 将“方法概述”替换成“原理”。

- (4) 将“设备、器材和测试条件”替换成“仪器设备”。
- (5) 增加“样品”相关要求。
- (6) 试验步骤：补充校准等相关内容。
- (7) 公式：格式居中，补充体积单位。
- (8) 修改试验报告内容。
- (9) 按照 GB/T 1.1-2020 准则修改标准模版

1.5.5 预审阶段

2024 年 4 月 24~26 日，全国有色金属标准化技术委员会在长沙召开标准讨论会，参编单位及参会单位对标准的预审稿和编制说明进行了细致、全面的讨论，并提出了如下修改意见：

- (1) 对测试方法适用的样品范围进行约定。
- (2) 修改“GB/T 14264”为“GB/T 12604”，并在“规范性引用文件”里补充引用的标准。
- (3) 9.2.1 补充小标题“预设置”。
- (4) 9.2.6 补充小标题“测试次数要求”。
- (5) 修改体积表示方式，“： ”修改成“为”，立方毫米后增加斜体英文符号。

二、标准的起草原则、主要内容与先进性

2.1 起草原则

该标准按照 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》 GB/T 1.2-2020《标准化工作导则 第 2 部分：以 ISO/IEC 标准化文件为基础的标准化文件起草规则》 GB/T20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》 GB/T6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》的要求编写。

2.2 标准的主要内容

本文件适用于钛及钛合金材料孔隙率的测定，钛及钛合金孔隙率 CT 检测技术利用 X 射线管发射的 X 射线，穿透样品，通过数据探测传输系统采集样品吸收后的 X 光信号，对试样进行 360° 或 180° 扫描，以特定算法，利用重构软件，求解出每个空间位置点的 X 光吸收系数，并以灰度显示试样中不同组分，获得试样孔隙结构及相关数据。

2.3 先进性

本文件涉及的内容，技术处于国内外先进水平。通过本标准的制定，可以帮助国内外相关生产制造企业更全面的了解、提升工艺及产品质量。

三、文件主要内容的确定依据及主要试验验证情况

3.1 测定方法的确定

钛及钛合金孔隙率测试方法有质量法、显微镜法等，此类方法不够直观，样本内部结构信息不清晰。而 X 射线 CT 成像法，具有精度高、非破坏的优势，可以在获得孔隙率的同时，得到样本内部结构信息的优势。

3.2 孔隙率范围的确定

在制定本标准中孔隙率测定范围时，参考了产品标准 GB/T13810-2007《外科植入物用钛及钛合金加工材》。在此基础上结合日常检测样品的实际情况和仪器精密度，最终确定本标准中孔隙率测定范围：0.01%~1%。

3.3 样本形状的确定

在制定本标准的样品加工要求时，考虑到 X 射线锥束伪影对数据处理的影响及后续数据处理的难易程度，确定本标准对样本加工的要求：需加工成圆棒或长方体等规则形状。

3.4 样本尺寸的确定

探测器像素数量至少为 1024×1024 ，如果确定目标分辨率为 $1\mu\text{m}$ ，那么实际扫描范围是直径 $1024\mu\text{m}$ ，高度为 $1024\mu\text{m}$ 。如果在样品加工中增大了样本直径，则容易产生伪影，并影响测试效率。确定本标准对样品尺寸的基本要求：样本直径不超过像素尺寸的 1000 倍。

3.5 测试参数的选择

测试过程根据样品尺寸厚度等信息对电压电流进行选择。电压电流过高，图像衬度差，不利于后续的图像处理；电压电流过低，X 射线穿透效果差，同样对成像质量有影响。考虑成像信噪比，本标准要求：通过调整曝光时间，保证总的 X 射线光子的计数强度大于等于 5000，透过率大于 25%。

3.6 图像预处理

后续图像处理过程中，需对图像进行预处理，如图像伪影区裁剪、滤波降噪、位移校正等，这对后续孔隙结构提取具有非常重要的影响。其中位移校正不准确，将导致图像发生严重失真产生偏差，具体如下图所示：

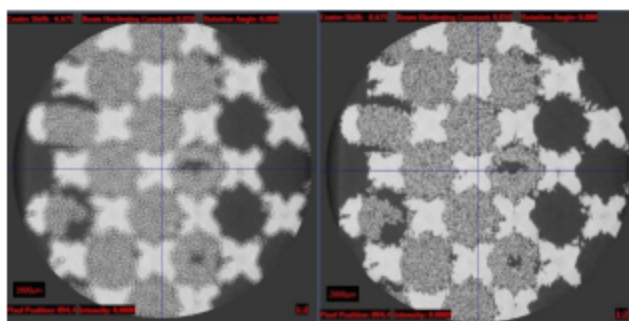


图 1 位移校正结果举例

左（未选定合适位移中心）右（已选定合适位移中心）

一验单位对以上试验条件进行了验证，与起草单位结论一致。证明上述测试条件可行。

3.7 精密度实验

3.7.1 起草单位的精密度试验

将 Ti-1 和 Ti-2 样品按照试验方法对孔隙率分别独立的进行了 8 次测定，测定结果见表 1

表 1 集萃新材料研发有限公司精密度试验结果

测定次数 \ 样品编号	Ti-1	Ti-2
1	0.45	0.084
2	0.43	0.084
3	0.43	0.083
4	0.45	0.084
5	0.45	0.082
6	0.47	0.084
7	0.45	0.083
8	0.45	0.083
平均值 (%)	0.448	0.083
s (%)	0.0120	0.0007
RSD (%)	2.68%	0.83%
G_n	1.877	0.898
G_1	1.460	1.976
$\lambda (0.05, 8)$	2.032	2.032
$\lambda (0.01, 8)$	2.22	2.22
判定结果	无离群值	无离群值

由表 1 结果可知，起草单位的精密度试验 RSD%在 0.83%-2.68%之间，方法精密度良好。

采用格拉布斯(Grubbs)法对上述精密度数据进行离群值检验，按照下式计算该组数

据中最大值和最小值的 Grubbs 统计量：

$$G_n = \frac{x_{max} - \bar{x}}{s}$$

$$G_1 = \frac{\bar{x} - x_{min}}{s}$$

当统计量 G_n 或 G_1 小于显著性水平 $\alpha=0.05$ 下的临界值时，则判定为正确值；当 G_n 或 G_1 大于显著性水平 $\alpha=0.05$ 下的临界值，且小于显著性水平 0.01 下的临界值时，则判定为歧离值，此时该测量值若非技术错误导致，则仍可计入后续统计；当 G_n 或 G_1 大于显著性水平 $\alpha=0.01$ 下的临界值时，则判定为离群值，应当剔除或结合分析方法的精密度做进一步技术分析。

从上表 Grubbs 检验结果可以看出，2 个样品水平的测定结果中均无离群值。

3.7.2 各验证单位的精密度试验

为了考察本方法的重复性及再现性，选择 2 家实验室按照起草单位制定的试验方案进行了协同试验，所以验证单位对每种样品在重复性条件下独立测定 8 次，结果详见表 2、表 3 所示。

表 2 微旷科技（苏州）有限公司精密度试验结果

测定次数 \ 样品编号	Ti-1	Ti-2
1	0.45	0.084
2	0.43	0.083
3	0.43	0.083
4	0.46	0.083
5	0.45	0.083
6	0.46	0.084
7	0.44	0.083
8	0.45	0.083
平均值 (%)	0.446	0.083
s (%)	0.0111	0.0004
RSD (%)	2.49%	0.52%
G_n	1.238	1.732
G_1	1.463	0.577
$\lambda (0.05, 8)$	2.032	2.032
$\lambda (0.01, 8)$	2.22	2.22
判定结果	无离群值	无离群值

表 3 卡尔蔡司（上海）有限公司精密度试验结果

测定次数 \ 样品编号	Ti-1	Ti-2
1	0.44	0.084

2	0.43	0.084
3	0.43	0.084
4	0.43	0.084
5	0.44	0.082
6	0.43	0.085
7	0.44	0.083
8	0.43	0.083
平均值 (%)	0.434	0.084
s (%)	0.0048	0.0009
RSD (%)	1.12%	1.02%
G _n	1.291	1.605
G ₁	0.775	1.896
$\lambda(0.05, 8)$	2.032	2.032
$\lambda(0.01, 8)$	2.22	2.22
判定结果	无离群值	无离群值

从以上表中 Grubbs 检验结果可知, 各验证单位 2 个样品水平的精密度试验数据已无离群值。

3.8 方法的重复性限及再现性限

对于经过实验间协同试验的方法, 应指明其精密度, 按 GB/T6379 的有关部分计算。重复性限(r)为 $2.8 \times S_r$, S_r 为重复性标准差, 再现性限(R)为 $2.8 \times S_R$, S_R 为再现性标准差, 具体见表 4。

表 4 重复性限和再现性限计算

测定单位 \ 样品编号	Ti-1			Ti-2		
	平均值	s	s ²	平均值	s	s ²
集萃新材料研发有限公司	0.448	0.0120	0.0001438	0.083	0.0007	0.0000005
微旷科技(苏州)有限公司	0.446	0.0111	0.0001234	0.083	0.0004	0.0000002
卡尔蔡司(上海)有限公司	0.434	0.0048	0.0000234	0.084	0.0009	0.0000007
总平均值	0.443			0.083		
重复性标准偏差 S_r	0.0111			0.0007		
重复性限 r	0.0311			0.0019		
再现性标准偏差 S_R	0.0116			0.0007		
再现性限 R	0.0326			0.0020		

本方法 2 个样本的水平精密度测试结果的平均值及对应的重复性限和再现性限进行汇总, 结果如表 5。

表 5 各样品水平平均值、重复性限(r)和再现性限(R)

P/%	0.443	0.083
r	0.0311	0.0019
R	0.0326	0.0020

四、标准水平

4.1 采用国际标准及国外先进标准的程度

无

4.2 与国际标准及国外同类标准水平的对比

本标准达到国际先进水平。

4.3 与现有标准及制定中的标准协调配套情况

本标准与现有标准及制定中的标准协调配套。

4.4 涉及国内外专利及处置情况

经查，本标准没有涉及国内外专利。

五、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本标准与有关现行法律、法规和强制性国家标准具有一致性，无冲突之处。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

七、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

本标准建议作为推荐性行业标准。

八、贯彻标准的要求和措施建议

本标准建议发布后 6 个月实施。

九、废止现行有关标准的建议

无。

十、其他应予以说明的事项

无。

十一、预期效果

目前国内外测量多孔材料孔隙率的方法主要有相对密度法、压汞法、体视法等，而在钛及钛合金材料孔隙率的测定中，主要以相对密度法为主。将试样按 GB/T1966-1996 测定表观密度，孔隙率通过公式计算： $P = (1 - \rho/\rho_0) \times 100\%$ ，式中 P 为样品孔隙率； ρ 为样品的表观密度，由样品质量和体积所决定； ρ_0 为样品的理论密度。

而计算机断层成像技术以无损的优势在物质微观结构表征方向已成为重要的表征手段，相对质量法更为直观，能直接看到孔隙分布情况，其统计的微观孔隙结构与定量结果已成为多孔钛及钛合金微观性能评价的重要参数。本标准的修订有利于提高钛及钛合金行业从业人员的检测能力和检测水平，有助于行业产品质量和制造水平的提高，促进行业持续发展。

《钛及钛合金孔隙率的测定 X 射线 CT 检测方法》

标准编制组/2024年8月22日