

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

(送审稿)

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、宝鸡钛业股份有限公司、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、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、稀美资源（贵阳）有限公司、西安理工大学、西安中钛华测检测技术有限公司、承德天大钒业有限责任公司、大连融德特种材料有限公司参加起草。

本文件主要起草人：王松茂、刘向宏、权伟、张仁惠、郝晓磊、许宁辉、刘伟、何磊、杨城、史文、聂腾飞、赵双双、黄双、梁伟华、王纪兴、兰玮锋、何伟、陈昊、王雨涵、马明庆、李尚霖、叶梦元。

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

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 原理

低倍组织检验是选用合适的浸蚀剂显现铌及铌合金样品宏观组织，通过目视、放大镜或者在放大倍数不高于20倍的条件下检查形貌特征。高倍组织检验是选用合适的浸蚀剂显现铌及铌合金样品显微组织，利用金相显微镜对铌及铌合金样品微观组织特征进行分析及鉴别。

5 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。

5.1 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。

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

5.3 抛光液 B：二氧化硅抛光液，粒径 $40\ \text{nm}$ 。

5.4 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（ $\rho=1.83\text{ g/mL}$ ）

5.5 抛光液 D：（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（ $\rho=1.83\text{ g/mL}$ ）。

5.6 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（ $\rho=1.10\text{ g/mL}$ ）。

5.7 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。

6 仪器设备

6.1 预磨机。

6.2 磨抛机。

6.3 稳压直流电源: 电压可调范围 0 V~50 V。

6.4 金相显微镜: 具备明场观察及拍照功能, 配备图像处理软件。

7 样品

7.1 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。样品的横截面厚度不宜小于 10 mm, 表面粗糙度 R_a 不应大于 $1.6\ \mu\text{m}$ 。

7.2 高倍样品

7.2.1 样品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。推荐的样品尺寸如下:

a) 板材: δ (厚度) \times (10 mm~15 mm) \times (10 mm~15 mm);

b) 棒材: 10 mm \times (10 mm~15 mm) \times (10 mm~15 mm);

c) 管材: d (壁厚) \times (10 mm~15 mm) \times (10 mm~15 mm);

d) 箔材: δ (厚度) \times (10 mm~15 mm) \times (10 mm~15 mm)。

7.2.2 对于形状不规则或尺寸偏小的检验样品, 宜采用镶样的方法制备样品。

8 试验步骤

8.1 低倍组织检验

8.1.1 样品浸蚀

浸蚀前应对受检面进行检查, 可进行除油或光亮处理, 确保表面无损伤或污染。宜采用浸蚀剂 A (5.1) 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。

8.1.2 组织检查

8.1.2.1 在足够光照条件下目视样品、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。

8.1.2.2 典型低倍组织图片见附录 A。

8.2 高倍组织检验

8.2.1 样品预磨

按照 GB/T 13298 描述的方法在预磨机上研磨样品。待检样品于不同型号砂纸上由粗到细依次打磨至 1000#砂纸以上。砂纸打磨时需要用水冷却。

8.2.2 样品抛光

制样时要保护好样品的边缘，且不能对样品进行加压处理。样品抛光有机械抛光、化学抛光或电解抛光三种抛光方式，通常选用机械抛光，若抛光效果不能达到要求时，可选择电解抛光或化学抛光，也可几种抛光方式组合使用。

a) 机械抛光：将研磨后的样品置于磨抛机上进行机械抛光。机械抛光推荐使用抛光液 A（5.2）或抛光液 B（5.3）。

b) 电解抛光：采用抛光液 C（5.4）对样品进行电解抛光。将样品置于电解装置的阳极，阴极为不锈钢板。抛光参数：稳压直流电源电压 10 V~30 V，时间 30 s~400 s。

c) 化学抛光：采用抛光液 D（5.5）对样品进行化学抛光。可采用浸蚀或擦蚀的方式，擦拭时每次 2 s~3 s，反复多次。抛光过程中需要用水冷却。

检查抛光后的样品，确保表面均匀，无影响检查评定的变形、划痕等。

8.2.3 样品浸蚀

推荐采用浸蚀剂 B（5.6）或浸蚀剂 C（5.7）对样品进行浸蚀，保证检测面能显示出清晰的高倍组织。

8.2.4 组织检查

8.2.4.1 用金相显微镜观察样品高倍组织，应重点观察低倍组织检验中的疑问区域。

8.2.4.2 典型高倍组织图片见附录 B。

9 试验数据处理

9.1 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。

9.2 按照 GB/T 6394 的规定评定晶粒度。

10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 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.5 为铌及铌合金的典型低倍组织图片。



图 A. 1 Nb1 棒材横向低倍组织

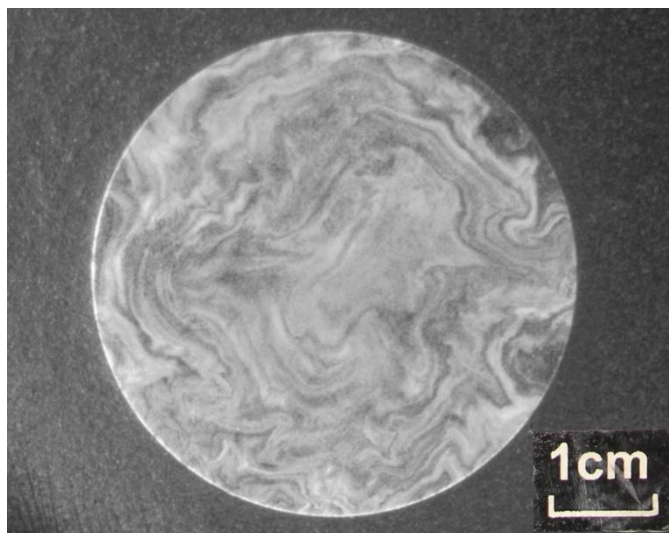


图 A. 2 Nb1 丝材横向低倍组织

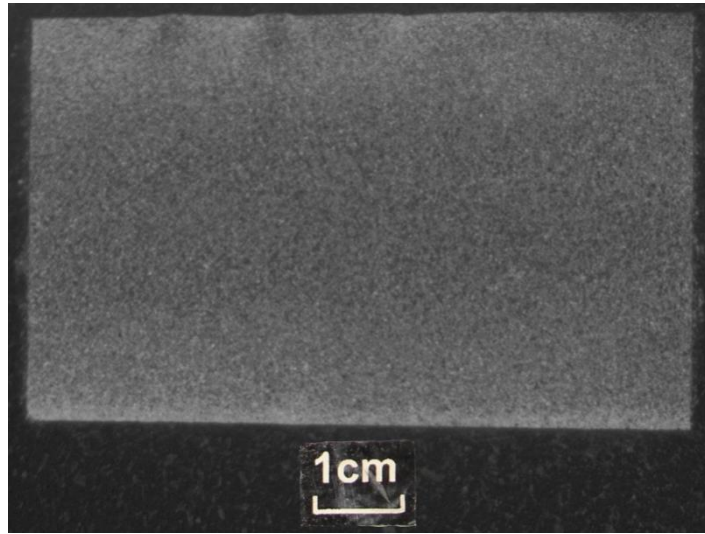


图 A. 3 Nb1 丝材纵向低倍组织

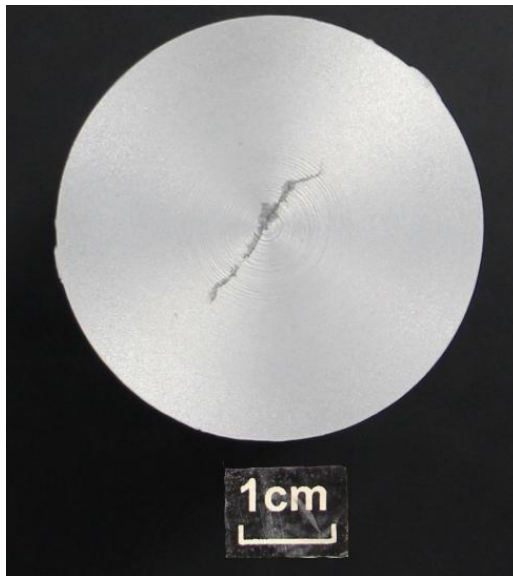


图 A. 4 Nb1 棒材横向低倍组织-缩孔

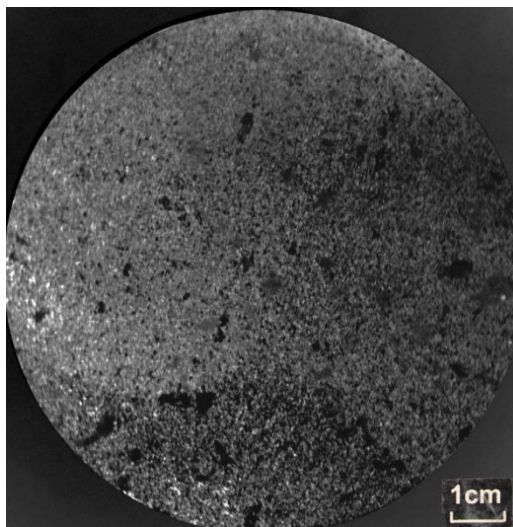


图 A. 5 Nb1 棒材低倍组织-心部未完全再结晶

附录 B
(资料性)
典型高倍组织图片

图 B.1~图 B.7 为铌及铌合金的典型高倍组织图片。

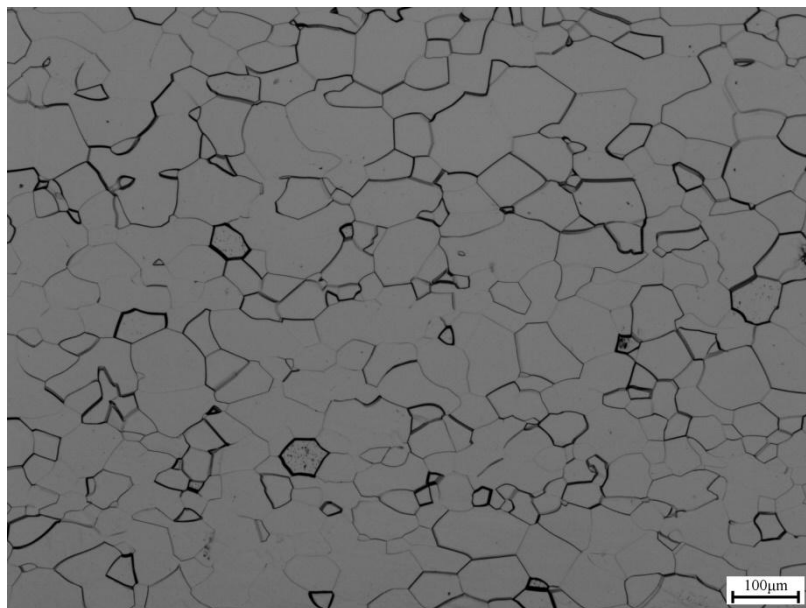


图 B. 1 Nb1 高倍组织

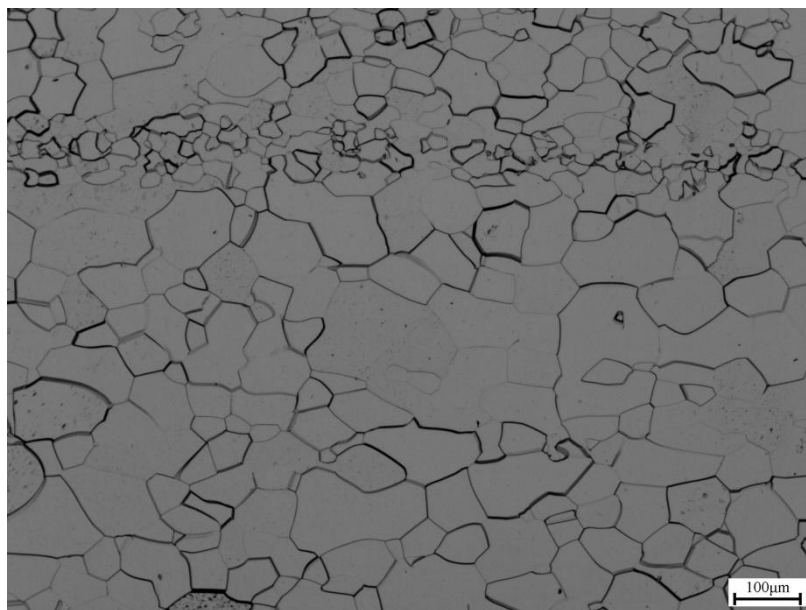


图 B. 2 Nb1 高倍组织-局部细晶

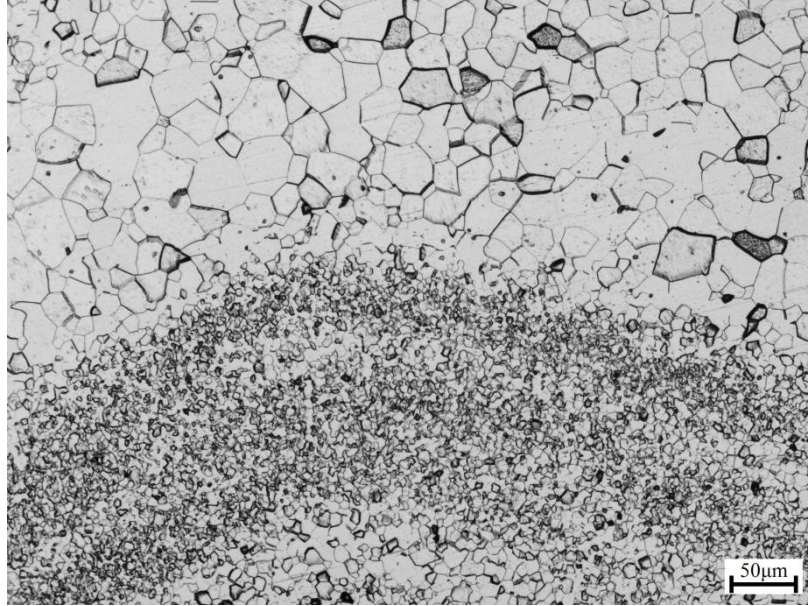


图 B. 3 Nb1 高倍组织-局部细晶

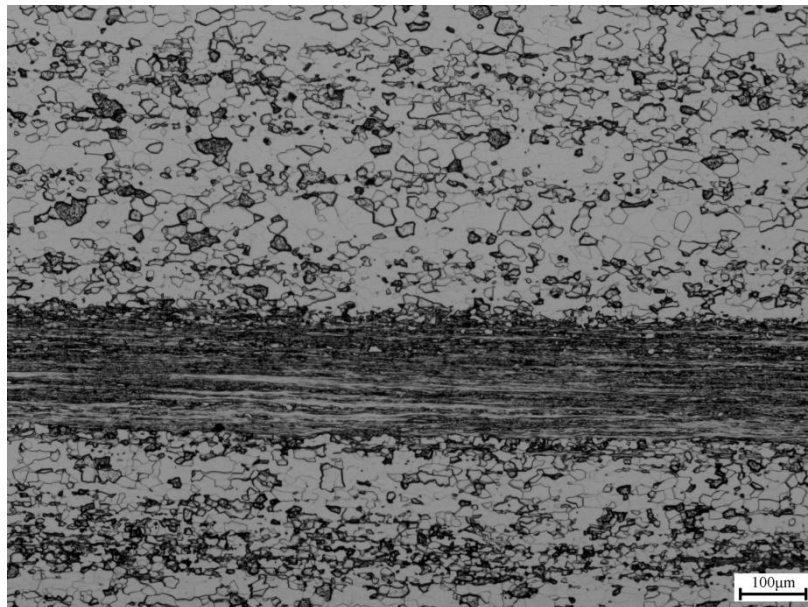


图 B. 4 Nb1 高倍组织-局部未完全再结晶



图 B. 5 NbZr1 高倍组织

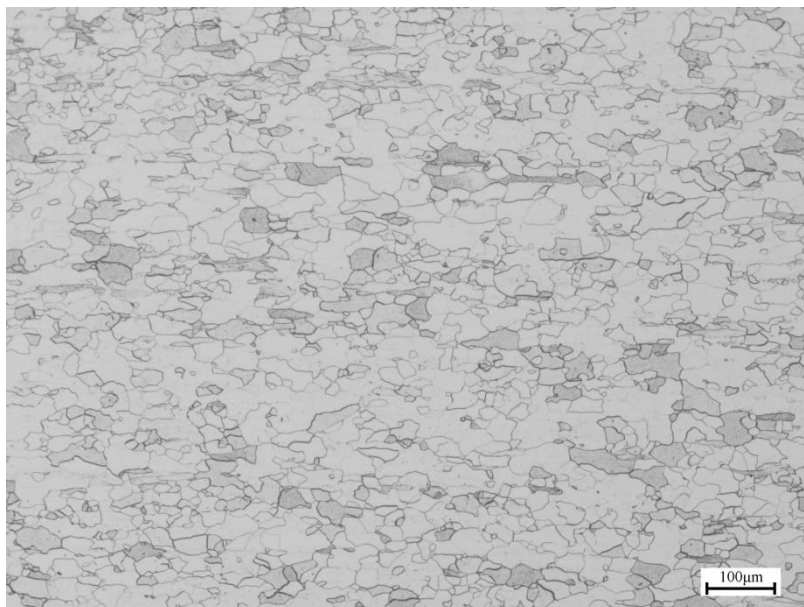


图 B. 6 NbW5-2 高倍组织

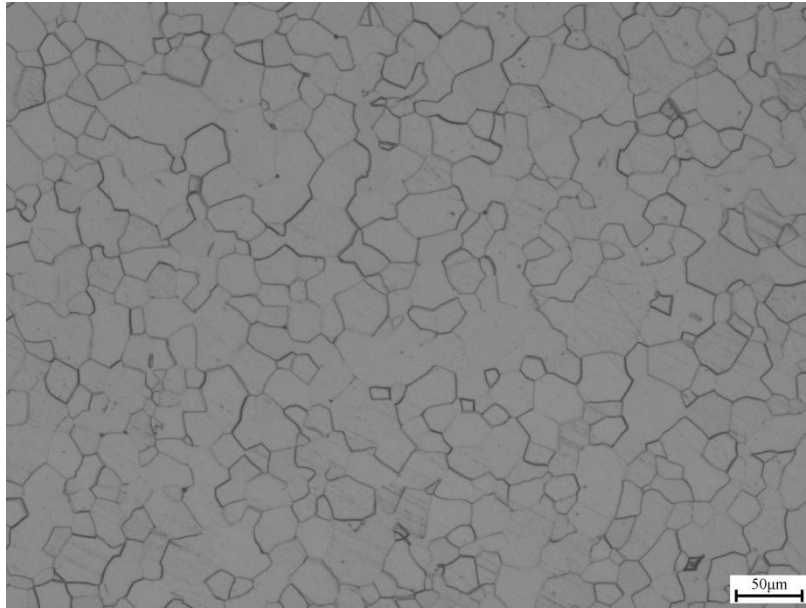


图 B. 7 NbHf10-1 高倍组织
