



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113252411 A

(43) 申请公布日 2021.08.13

(21) 申请号 202110392195.9

(22) 申请日 2021.04.13

(71) 申请人 江阴佩尔科技有限公司

地址 214400 江苏省无锡市江阴市高新区  
经济技术开发区

(72) 发明人 张凯 黄陈兵 吴松柏 赵铮

(74) 专利代理机构 江阴市权益专利代理事务所  
(普通合伙) 32443

代理人 王凯

(51) Int. Cl.

G01N 1/28 (2006.01)

G01N 1/32 (2006.01)

G01N 1/34 (2006.01)

G01N 21/84 (2006.01)

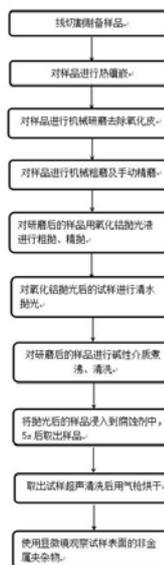
权利要求书1页 说明书3页 附图5页

(54) 发明名称

一种镍钛合金的非金属夹杂物的显示方法

(57) 摘要

本发明涉及一种镍钛合金的非金属夹杂物显示方法,腐蚀剂中的硝酸与氢氟酸被大量的去离子水稀释,减小了金相腐蚀剂的腐蚀性和氧化性,腐蚀效果良好,腐蚀5s后便能有效的显示出样品的非金属夹杂物,此外在常规机械研磨的基础上新增一步2500目手动研磨,研磨后的样品表面划痕更为细致均匀,经粗抛后即可消除划痕,本发明中采用氧化铝悬浮液作为抛光剂,样品经二次抛光后可获得完整的镜面,表面无划痕及拖尾等缺陷,再经清水抛光后可初步去除样品表面粘附的异物,碱性介质煮沸清洗后可进一步去除样品在研磨抛光过程中嵌入的氧化铝等杂质颗粒,腐蚀后的非金属夹杂物清晰明辨,有利于科研人员对于镍钛合金的夹杂物含量及种类进行测量、比对和深层次研究。



1. 一种镍钛合金的非金属夹杂物显示方法,其特征在于:该方法具体步骤如下:

1) 提供镍钛合金试样,用线切割设备切下一段5-10mm的试样;

2) 将线切割下来的试样放置于镶嵌机内进行热镶嵌;

3) 对镶嵌试样进行初步机械研磨,去除氧化皮;

4) 对试样使用进行粗磨,然后进行手动精磨;

5) 对精磨后的金相试样进行机械抛光,先采用0.5 $\mu\text{m}$ 的氧化铝抛光液进行10min的粗抛,直至肉眼观察试样表面无明显划痕,后续使用0.35 $\mu\text{m}$ 的氧化铝抛光液进行5min的精抛,直至在50X显微镜下观测试样表面无划痕及拖尾;

6) 将经过氧化铝抛光液抛光的试样放入清水中,再用清水抛光1min;

7) 将清水抛光后的试样放入10%的NaOH溶液中煮沸2min;

8) 将抛光后的金相试样浸入金相腐蚀剂5s,该金相腐蚀剂为氢氟酸、硝酸和去离子水的混合溶液,各组分含量的体积比为1:4:5,所使用硝酸的质量百分比为65%~68%,氢氟酸的质量百分比为38%~41%,氢氟酸、硝酸和去离子水依次倒入指定容器中,均匀搅拌后静置,得到该金相腐蚀剂;

9) 取出试样,超声清洗1分钟,然后用气枪吹干,超声清洗、气枪吹干重复两次;

10) 使用光学显微镜进行400X显微观察试样表面的非金属夹杂物,观察到试样表面的非金属夹杂物金相照片。

2. 根据权利要求1所述的一种镍钛合金的非金属夹杂物显示方法,其特征在于:步骤3)中初步机械研磨采用的是600目的砂纸。

3. 根据权利要求1所述的一种镍钛合金的非金属夹杂物显示方法,其特征在于:步骤4)中对试样使用800、1200目砂纸进行粗磨,然后在2500目的砂纸上进行手动精磨。

4. 根据权利要求3所述的一种镍钛合金的非金属夹杂物显示方法,其特征在于:步骤4)中每次更换砂纸时将试样旋转90°,且每次研磨后用清水冲洗试样以去除表面残留杂质。

## 一种镍钛合金的非金属夹杂物的显示方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种镍钛合金的非金属夹杂物的显示方法,属于金相技术领域。

### 背景技术

[0002] 镍钛合金是目前形状记忆合金中研究最全面、记忆性能最好、实用性最强的合金材料,其自身耐蚀性突出,记忆效果显著、工作可靠性高及具有一定的生物活性,显示出了非常好的发展前景,尤其在医学领域内被广泛应用。

[0003] 由于现代医学发展对镍钛产品的强度、超弹性、加工性能等要求日趋严格,所以对镍钛原材料要求也越来越高,非金属夹杂物作为独立相存在于金属基体中,破坏了镍钛基本的连续性,使显微组织的不均匀性增大,制成的最终成品在使用过程中受力处会因夹杂物出现断裂破损等风险,参考GB24627,对于镍钛原料中非金属夹杂物的大小及含量都有明确规定,为了提高最终成品质量减少使用风险,控制非金属夹杂物性质和要求的形态,这是冶炼和铸锭过程中的一个艰巨任务,同时正确测量和分析非金属夹杂物,是十分重要的。

[0004] 然而镍钛合金金属基体较软,且极易腐蚀,用常规腐蚀剂腐蚀容易出现过腐蚀,直接暴露晶界,同时在磨抛过程中,残留异物受力容易被压入金属基底中,导致最终得到的试样残留异物可能以镶嵌异物或者嵌附异物的形式存在,对后续非金属夹杂物观测及判断造成干扰,因此选择合适的腐蚀剂及正确的磨抛光段是对后续镍钛金属夹杂物的研究是十分必要的。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的在于克服上述不足,提供了一种镍钛合金的非金属夹杂物显示方法,该方法腐蚀效果良好,能有效地显示出试样的非金属夹杂物,并且表面无划痕及拖尾等缺陷,腐蚀后的非金属夹杂物清晰明辨。

[0006] 本发明的目的是这样实现的:

一种镍钛合金的非金属夹杂物显示方法,该方法具体步骤如下:

- 1) 提供镍钛合金试样,用线切割设备切下一段5-10mm的试样;
- 2) 将线切割下来的试样放置于镶嵌机内进行热镶嵌;
- 3) 对镶嵌试样进行初步机械研磨,去除氧化皮;
- 4) 对试样使用进行粗磨,然后进行手动精磨;
- 5) 对精磨后的金相试样进行机械抛光,先采用0.5 $\mu$ m的氧化铝抛光液进行10min的粗抛,直至肉眼观察试样表面无明显划痕,后续使用0.35 $\mu$ m的氧化铝抛光液进行5min的精抛,直至在50X显微镜下观测试样表面无划痕及拖尾;
- 6) 将经过氧化铝抛光液抛光的试样放入清水中,再用清水抛光1min;
- 7) 将清水抛光后的试样放入10%的NaOH溶液中煮沸2min;
- 8) 将抛光后的金相试样浸入金相腐蚀剂5s,该金相腐蚀剂为氢氟酸、硝酸和去离子水的混合溶液,各组分含量的体积比为1:4:5,所使用硝酸的质量百分比为65%~68%,

氢氟酸的质量百分比为38%~41%，氢氟酸、硝酸和去离子水依次倒入指定容器中，均匀搅拌后静置，得到该金相腐蚀剂；

9)取出试样，超声清洗1分钟，然后用气枪吹干，超声清洗、气枪吹干重复两次；

10)使用光学显微镜进行400X显微观察试样表面的非金属夹杂物，观察到试样表面的非金属夹杂物金相照片。

[0007] 进一步的，步骤3)中初步机械研磨采用的是600目的砂纸。

[0008] 进一步的，步骤4)中对试样使用800、1200目砂纸进行粗磨，然后在2500目的砂纸上进行手动精磨。

[0009] 进一步的，步骤4)中每次更换砂纸时将试样旋转90°，且每次研磨后用清水冲洗试样以去除表面残留杂质。

[0010] 与现有技术相比，本发明具有如下效果：

这种镍钛合金的非金属夹杂物显示方法相比于常规腐蚀剂，本发明的腐蚀剂中的硝酸与氢氟酸被大量的去离子水稀释，减小了金相腐蚀剂的腐蚀性和氧化性，不易出现过腐蚀现象，对操作人员的健康危害和环境污染等安全隐患降到最低，腐蚀剂配置简单，成本也比较低廉，关键在于腐蚀效果良好，腐蚀5s后便能有效的显示出样品的非金属夹杂物，本发明在常规机械研磨的基础上，新增一步2500目手动精磨，研磨后的样品表面划痕更为细致均匀，可有效节省后续的抛光时间，此外本发明中采用氧化铝悬浮液作为抛光剂，相较于常用的金刚石抛光粉，成本低廉，制备简单，保存时间长，样品经二次抛光后可获得完整的镜面，表面无划痕及拖尾等缺陷，再经清水抛光后可初步去除样品表面粘附的异物，碱性介质煮沸清洗后可进一步去除样品在抛光过程中嵌入的氧化铝等杂质颗粒，腐蚀后的非金属夹杂物清晰明辨，有利于科研人员对于镍钛合金的夹杂物含量及种类进行测量和比对。此外该方法简单方便，可清晰观测到非金属夹杂物，有利于科研人员进行后续的深层次研究。

## 附图说明

[0011] 图1为本发明一种镍钛合金的夹杂物显示方法的流程示意图。

[0012] 图2为本发明中试样表面的非金属夹杂物金相图。

[0013] 图3用常规腐蚀剂(浓盐酸+三氧化铬)处理所得的镍钛合金金相图。

[0014] 图4为常规机械研磨后外加金刚石抛光粉所制得的镍钛合金金相图。

[0015] 图5为常规机械研磨后但未经清水抛光及碱性介质煮沸清洗后的镍钛合金金相图。

## 具体实施方式

[0016] 参见图1，本发明涉及一种镍钛合金的非金属夹杂物显示方法，其具体步骤如下：

1)提供镍钛金试样，用线切割设备切下一段5-10mm的小样。

[0017] 2)将线切割下来的试样放置于镶嵌机内进行热镶嵌。

[0018] 3)对镶嵌试样使用600目砂纸进行初步机械研磨，去除氧化皮。

[0019] 4)对试样使用800、1200目砂纸进行粗磨，然后在2500目的砂纸上进行手动精磨，每次换砂纸时需要将试样旋转90°，且每次研磨后需要用清水冲洗试样以去除表面残留杂质。

[0020] 5)对精磨后的金相试样进行机械抛光。采用0.5 $\mu\text{m}$ 的氧化铝抛光液(50g/L)进行10min的粗抛,直至肉眼观察试样表面无明显划痕,后续使用0.35 $\mu\text{m}$ 的氧化铝抛光液进行5min的精抛,直至在50X显微镜下观测试样表面无划痕及拖尾等缺陷,

6)将经过氧化铝抛光液抛光的试样放入清水中,再用清水抛光1min。

[0021] 7)将清水抛光后的试样放入10%的NaOH溶液中煮沸2min。

[0022] 8)将抛光后的金相试样浸入金相腐蚀剂5s,该金相腐蚀剂为氢氟酸、硝酸和去离子水的混合溶液,各组分含量的体积比为1:4:5,所使用硝酸的质量百分比为65%~68%,氢氟酸的质量百分比为38%~41%,氢氟酸、硝酸和去离子水依次倒入指定容器中,均匀搅拌后静置,得到该金相腐蚀剂。

[0023] 由于该金相腐蚀剂中的硝酸与氢氟酸被大量的去离子水稀释,大大减小了金相腐蚀剂中硝酸和氢氟酸的浓度,同时减小了金相腐蚀剂的腐蚀性和氧化性,对操作人员的健康危害和环境污染等安全隐患降到最低,腐蚀剂配置简单,成本也比较低廉,关键在于腐蚀效果良好,腐蚀5s后便能有效地显示出试样的非金属夹杂物可提高腐蚀效率和腐蚀显示效果,该金相腐蚀剂在低温保存状态下稳定性高,有效期限可达2年左右,而且所用试剂均为常规试剂,可以使本发明的使用推广更加便捷。

[0024] 9)取出试样,超声清洗1分钟,然后用气枪吹干,重复两次。

[0025] 10)使用光学显微镜进行400X显微观察试样表面的非金属夹杂物,可以观察到图2的试样表面的非金属夹杂物金相照片。

[0026] 其中步骤4)、步骤5)若采用常规机械研磨后外加金刚石抛光粉所制得的镍钛合金进行金相腐蚀后,会得到如图4所示的金相图,可看出试样未经手动精磨及精抛后,表面依然存在大量划痕和拖尾,同时也有部分晶界显露,无法进行后续夹杂物判断。

[0027] 其中步骤6)、步骤7)若为常规机械研磨后但未经清水抛光及碱性介质煮沸清洗后的镍钛合金金相,会得到如图5所示的镍钛合金金相图,将试样重新抛光处理,调整腐蚀时间,可看出试样表面粘附较多杂质、外来物,对后续夹杂物判断造成很大干扰。

[0028] 其中步骤8)如果利用常规的浓盐酸+三氧化铬作为腐蚀剂的腐蚀方法,将试样重新抛光处理,调整腐蚀时间,会得到如图3所示的金相光镜图片。可看出晶界明显已明显暴露,晶界的出现对后续夹杂物的判定会有干扰,影响软件分析结果。

[0029] 因此采用本发明的手动精磨及精抛,再经清水抛光后可初步去除样品表面粘附的异物,碱性介质煮沸清洗后可进一步去除样品在抛光过程中嵌入的氧化铝等杂质颗粒,表面无划痕及拖尾等缺陷,腐蚀后的非金属夹杂物清晰明辨,有利于科研人员对于镍钛合金的夹杂物含量及种类进行测量和比对。

[0030] 另外,采用本发明镍钛合金金相的腐蚀剂,不会出现过度腐蚀,晶界暴露等问题,能够快速、高效的腐蚀出试样的非金属夹杂物,可清晰地观察到镍钛的非金属夹杂物,并通过软件测量可判断夹杂物的种类及大小,以便可以进行后续研究。

[0031] 以上所述仅为本发明的部分实施方式,不是全部的实施方式,本领域普通技术人员通过阅读本发明说明书而对本发明技术方法采取的任何等效的变化,均为本发明的权利要求所涵盖。

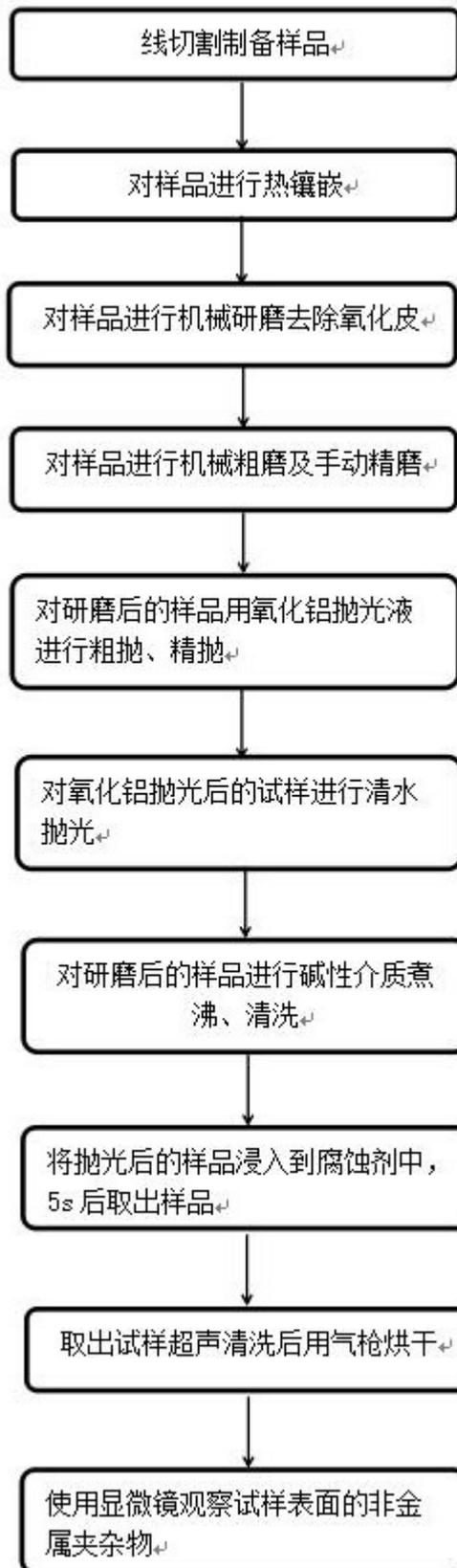


图1

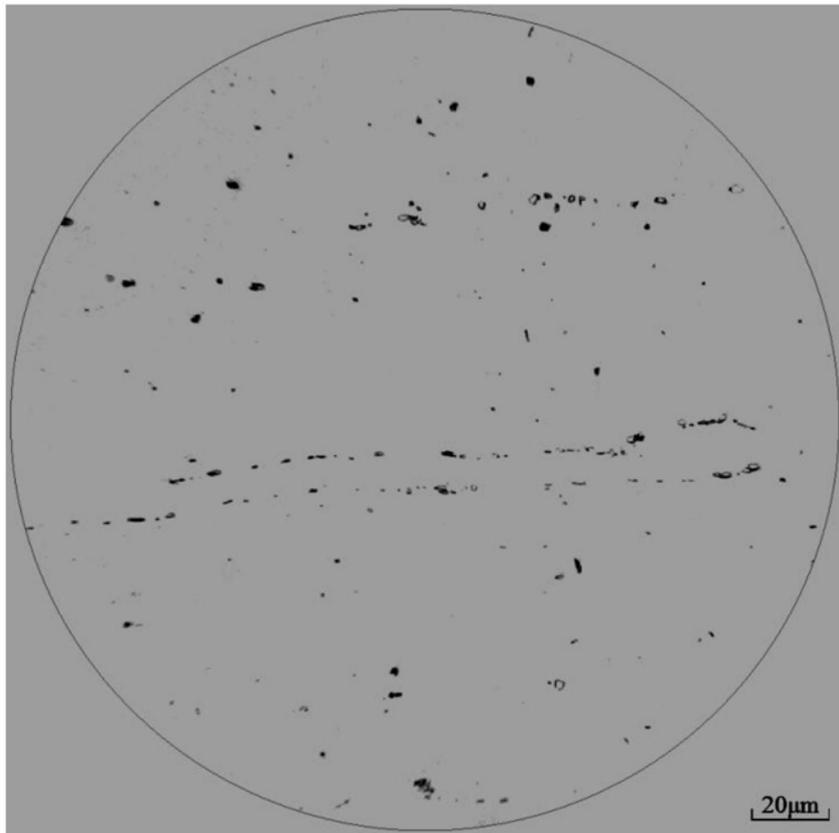


图2

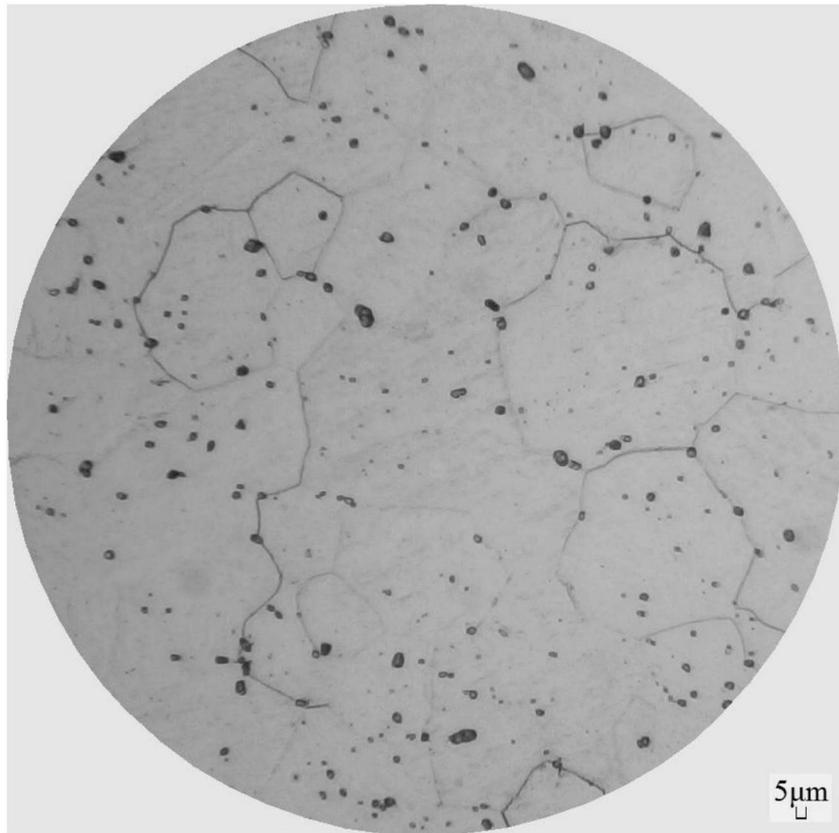


图3

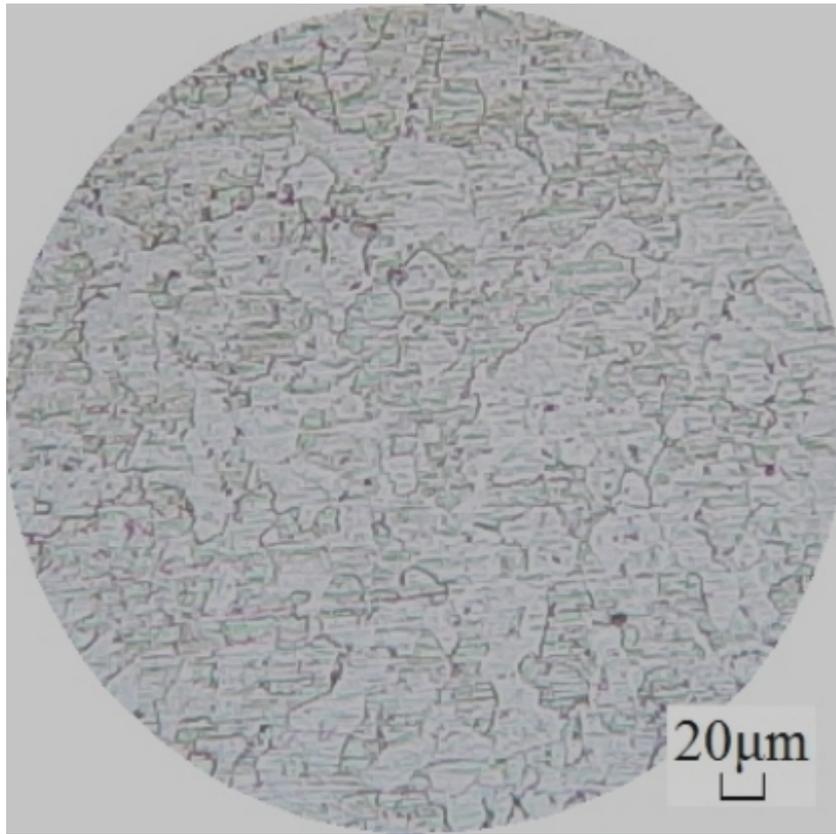


图4

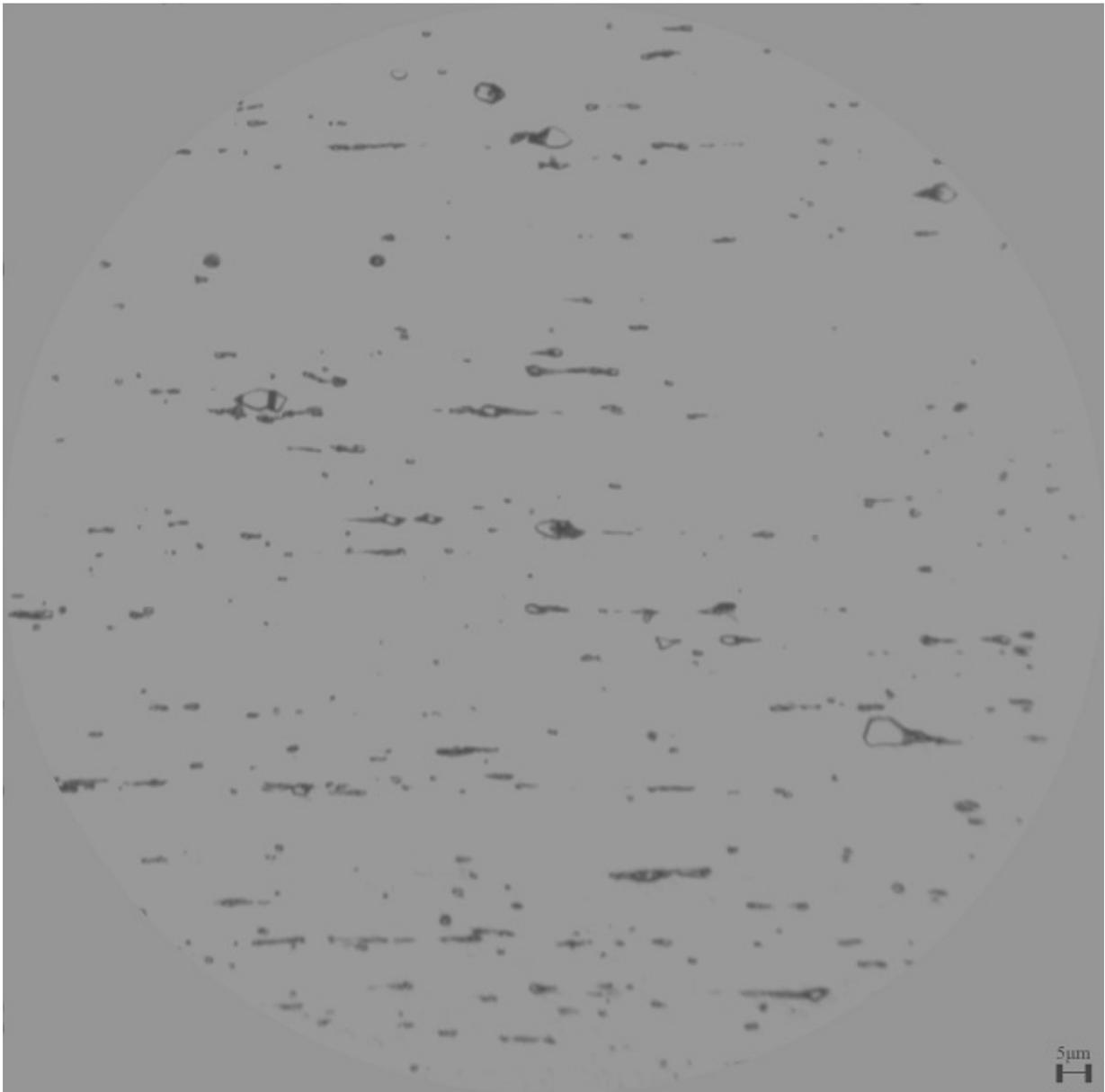


图5