



(10) 授权公告号 CN 114959707 B

(45) 授权公告日 2024.06.18

(21) 申请号 202210600311.6

(22) 申请日 2022.05.27

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 114959707 A

(43) 申请公布日 2022.08.30

(73) 专利权人 重庆赛宝工业技术研究院有限公司

地址 401332 重庆市沙坪坝区西永微电园
西园南街3号

专利权人 中国电子产品可靠性与环境试验
研究所(工业和信息化部电子第
五研究所)(中国赛宝实验室)

(72) 发明人 江平 李勇 郭小童 孙朝宁

(74) 专利代理机构 上海光华专利事务所(普通
合伙) 31219

专利代理师 石欢欢

(51) Int.Cl.

G23F 1/28 (2006.01)

G01N 1/32 (2006.01)

(56) 对比文件

JP 2010138451 A, 2010.06.24

CN 102215773 A, 2011.10.12

审查员 李杰

权利要求书1页 说明书4页 附图6页

(54) 发明名称

一种刻蚀液及其制备方法与应用

(57) 摘要

本发明涉及金相检验技术领域,特别是涉及一种刻蚀液及其制备方法与应用。所述刻蚀液,包括:三氯化铁、磷酸、浓硝酸和浓盐酸。本发明中,三氯化铁、磷酸、浓硝酸和浓盐酸复配成的刻蚀液能够均匀显示镍材的晶粒形貌,晶界清晰,不会造成过腐蚀现象。



1. 一种刻蚀液在镍材刻蚀中的应用,其特征在於,所述刻蚀液按照质量份计,包括三氯化铁1-3份、磷酸8-26份、浓硝酸6-30份和浓盐酸15-55份;所述镍材为纯镍材。

2. 权利要求1所述刻蚀液在镍材刻蚀中的应用,其特征在於,所述刻蚀液的制备方法包括以下步骤:

向三氯化铁中加入磷酸、浓硝酸和浓盐酸,混合均匀,即得所述刻蚀液。

3. 权利要求1所述刻蚀液在镍材刻蚀中的应用,其特征在於,所述应用还包括所述刻蚀液在镍材金相检验中的应用。

4. 一种镍材的刻蚀方法,其特征在於,包括以下步骤:

将待检测试样浸入权利要求1所述刻蚀液中,所述待检测试样为纯镍材。

5. 一种镍材的金相检验方法,其特征在於:包括以下步骤:

将待检测试样浸入权利要求1所述刻蚀液中,擦拭待检测试样抛光面,待试样抛光面呈浅灰色后取出试样,随后冲洗试样,向试样抛光面滴加溶剂,接着除去溶剂,再将试样置于光学显微镜下观察,所述待检测试样为纯镍材。

6. 根据权利要求5所述的金相检验方法,其特征在於:所述溶剂采用无水乙醇。

一种刻蚀液及其制备方法与应用

技术领域

[0001] 本发明涉及金相检验技术领域,特别是涉及一种刻蚀液及其制备方法与应用。

背景技术

[0002] 镍是一种过渡金属元素,其呈银白色,具有良好的机械强度和延展性,不溶于水,对酸碱、盐、氟等物质的抗腐蚀性强。镍材常用作催化剂,亦常用于合金(如镍钢、镍银),主要用于医药、电子、无线电设备零件、耐腐蚀结构件及设备等领域。

[0003] 金相是指金属或合金的内部相结构,即金属或合金的化学成分及各种成分在合金内部的物理状态和化学形态。金相组织是指两种或两种以上的物质在显微状态下的混合状态及相互作用关系。金相组织直接影响着机械零部件的性能和使用寿命。故在实际生产过程中,常采用金相学方法来检查金属或合金的宏观和显微组织形貌。金相学是研究成分、组织结构及其变化,以及加工和热处理工艺等因素对金属、合金性能的影响及其相互关系的学科。

[0004] 然而,镍的耐蚀性能极强。通常情况下,镍的含量越高,镍材的耐腐蚀性越强。特别是纯镍材,由于镍的含量 $\geq 99\%$,极难进行腐蚀。在对纯镍材进行金相检验时,采用现有的化学刻蚀液(如盐酸-硝酸、三氯化铁-盐酸水溶液等),难以获得清晰明辨的显微组织形貌,存在腐蚀不均匀的现象,部分晶粒的晶界不清晰(如图1A所示),或易出现过腐蚀现象(如图1B所示),为晶粒度的评定与检测带来困扰。

[0005] 有鉴于此,亟需一种能够均匀显示纯镍材的晶粒形貌,晶界清晰,不会造成过腐蚀现象的刻蚀液。

发明内容

[0006] 鉴于以上所述现有技术的缺点,本发明的目的在于提供一种刻蚀液及其制备方法与应用以解决现有的化学刻蚀液对纯镍材进行刻蚀,难以获得清晰明辨的显微组织形貌,存在腐蚀不均匀的现象,部分晶粒的晶界不清晰,或易出现过腐蚀现象的技术问题。

[0007] 第一个方面,本发明提供一种刻蚀液,其包括:三氯化铁、磷酸、浓硝酸和浓盐酸。

[0008] 本发明中,术语“磷酸”是指浓度 $\geq 85\text{wt}\%$ 的磷酸水溶液。

[0009] 本发明中,术语“浓硝酸”是指浓度 $\geq 68\text{wt}\%$ 的硝酸水溶液。

[0010] 本发明中,术语“浓盐酸”是指浓度 $\geq 36\text{wt}\%$ 的盐酸水溶液。

[0011] 可选地,按照质量份计,所述刻蚀液,包括三氯化铁1-3份、磷酸6-30份、浓硝酸6-25份和浓盐酸15-55份,优选包括三氯化铁1-2.5份、磷酸8-26份、浓硝酸7-22份和浓盐酸17-54份。

[0012] 第二个方面,本发明提供如上所述刻蚀液的制备方法,包括以下步骤:

[0013] 向三氯化铁中加入磷酸、浓硝酸和浓盐酸,混合均匀,即得所述刻蚀液。

[0014] 第三个方面,本发明提供如上所述刻蚀液或根据如上所述制备方法制得的刻蚀液在镍材刻蚀中的应用。

[0015] 第四个方面,本发明提供如上所述刻蚀液或根据如上所述制备方法制得的刻蚀液在镍材金相检验中的应用。

[0016] 另一个方面,本发明还提供一种镍材的刻蚀方法,包括以下步骤:

[0017] 将待检测试样浸入如上所述浸蚀液或根据如上所述制备方法制得的刻蚀液中。

[0018] 再一个方面,本发明还提供一种镍材的金相检验方法,包括以下步骤:

[0019] 将待检测试样浸入如上所述浸蚀液或根据如上所述制备方法制得的刻蚀液中,擦拭待检测试样抛光面,待试样抛光面呈浅灰色后取出试样,随后冲洗试样,向试样抛光面滴加溶剂接着除去溶剂,再将试样置于光学显微镜下观察。

[0020] 可选地,所述溶剂采用无水乙醇。

[0021] 如上所述,本发明的刻蚀液及其制备方法与应用,具有以下有益效果:

[0022] (1) 本发明中,三氯化铁、磷酸、浓硝酸和浓盐酸复配成的刻蚀液能够均匀显示镍材的晶粒形貌,晶界清晰,不会造成过腐蚀现象。

[0023] (2) 本发明的制备方法简单,有利于实现工业化生产。

附图说明

[0024] 图1为采用现有刻蚀液进行刻蚀的镍材显微组织相貌,其中,A为晶界不清晰的情形,B为过腐蚀的情形;

[0025] 图2为采用实施例1制得的刻蚀液进行刻蚀的镍材显微组织相貌;

[0026] 图3为采用实施例2制得的刻蚀液进行刻蚀的镍材显微组织相貌;

[0027] 图4为采用实施例3制得的刻蚀液进行刻蚀的镍材显微组织相貌;

[0028] 图5为采用对比例1制得的刻蚀液进行刻蚀的镍材显微组织相貌;

[0029] 图6为采用对比例2制得的刻蚀液进行刻蚀的镍材显微组织相貌;

[0030] 图7为采用对比例3制得的刻蚀液进行刻蚀的镍材显微组织相貌;

[0031] 图8为采用对比例4制得的刻蚀液进行刻蚀的镍材显微组织相貌;

[0032] 图9为采用对比例5制得的刻蚀液进行刻蚀的镍材显微组织相貌;

[0033] 图10为采用对比例6制得的刻蚀液进行刻蚀的镍材显微组织相貌,由图10可知,镍材晶粒形貌显示不完整,局部晶界显示不清晰。

具体实施方式

[0034] 以下通过特定的具体实例说明本发明的实施方式,本领域技术人员可由本说明书所揭露的内容轻易地了解本发明的其他优点与功效。本发明还可以通过另外不同的具体实施方式加以实施或应用,本说明书中的各项细节也可以基于不同观点与应用,在没有背离本发明的精神下进行各种修饰或改变。除特别说明外,本发明所述份数指质量份。

[0035] 本发明提供一种刻蚀液,按照质量份计,包括三氯化铁1-3份、磷酸6-30份、浓硝酸6-30份和浓盐酸15-55份。

[0036] 本发明还提供如上所述刻蚀液的制备方法,包括以下步骤:

[0037] 向三氯化铁中加入磷酸、浓硝酸和浓盐酸,混合均匀,即得所述刻蚀液。

[0038] 本发明还提供一种镍材的刻蚀方法,包括以下步骤:

[0039] 将待检测试样浸入如上所述浸蚀液或根据如上所述制备方法制得的刻蚀液中。

[0040] 本发明还提供一种镍材的金相检验方法,包括以下步骤:

[0041] 将待检测试样浸入如上所述浸蚀液或根据如上所述制备方法制得的刻蚀液中,擦拭待检测试样抛光面,待试样抛光面呈浅灰色后取出试样,随后冲洗试样,向试样抛光面滴加无水乙醇,接着除去无水乙醇,再将试样置于光学显微镜下观察。

[0042] 下面通过具体的例举实施例以详细说明本发明。同样应理解,以下实施例只用于对本发明进行具体的说明,不能理解为对本发明保护范围的限制,本领域的技术人员根据本发明的上述内容作出的一些非本质的改进和调整均属于本发明的保护范围。下述示例具体的工艺参数等也仅是合适范围中的一个示例,即本领域技术人员可以通过本文的说明做合适的范围内选择,而并非要限定于下文示例的具体数值。

[0043] 实施例1

[0044] 一种刻蚀液,具体采用以下原料按照以下方法制备而得:

[0045] 称取1g三氯化铁(分析纯)置于烧杯中,依次向烧杯中加入5mL磷酸(分析纯,浓度 $\geq 85\text{wt}\%$)、10mL浓硝酸(优级纯,浓度 $\geq 68\text{wt}\%$)和30mL浓盐酸(优级纯,浓度 $\geq 36\text{wt}\%$),用玻璃棒搅拌10min,即得所述刻蚀液。

[0046] 实施例2

[0047] 一种刻蚀液,具体采用以下原料按照以下方法制备而得:

[0048] 称取2g三氯化铁(分析纯)置于烧杯中,依次向烧杯中加入15mL磷酸(分析纯,浓度 $\geq 85\text{wt}\%$)、5mL浓硝酸(优级纯,浓度 $\geq 68\text{wt}\%$)和15mL浓盐酸(优级纯,浓度 $\geq 36\text{wt}\%$),用玻璃棒搅拌10min,即得所述刻蚀液。

[0049] 实施例3

[0050] 一种刻蚀液,具体采用以下原料按照以下方法制备而得:

[0051] 称取2.5g三氯化铁(分析纯)置于烧杯中,依次向烧杯中加入10mL磷酸(分析纯,浓度 $\geq 85\text{wt}\%$)、15mL浓硝酸(优级纯,浓度 $\geq 68\text{wt}\%$)和45mL浓盐酸(优级纯,浓度 $\geq 36\text{wt}\%$),用玻璃棒搅拌10min,即得所述刻蚀液。

[0052] 对比例1

[0053] 一种刻蚀液,具体采用以下原料按照以下方法制备而得:

[0054] 向烧杯中依次加入15mL浓硝酸(优级纯,浓度 $\geq 68\text{wt}\%$)和45mL浓盐酸(优级纯,浓度 $\geq 36\text{wt}\%$),用玻璃棒搅拌10min,即得所述刻蚀液。

[0055] 对比例2

[0056] 一种刻蚀液,具体采用以下原料按照以下方法制备而得:

[0057] 向烧杯中加入15mL浓盐酸(优级纯,浓度 $\geq 36\text{wt}\%$)和2g三氯化铁,用玻璃棒搅拌10min,即得所述刻蚀液。

[0058] 对比例3

[0059] 一种刻蚀液,具体采用以下原料按照以下方法制备而得:

[0060] 称取1g三氯化铁(分析纯)置于烧杯中,依次向烧杯中加入5mL磷酸(分析纯,浓度 $\geq 85\text{wt}\%$)和25mL浓盐酸(优级纯,浓度 $\geq 36\text{wt}\%$),用玻璃棒搅拌10min,即得所述刻蚀液。

[0061] 对比例4

[0062] 一种刻蚀液,具体采用以下原料按照以下方法制备而得:

[0063] 称取1g三氯化铁(分析纯)和1g氯化钠置于烧杯中,向烧杯中加入10mL浓硝酸(优

级纯,浓度 $\geq 68\text{wt}\%$),用玻璃棒搅拌10min,即得所述刻蚀液。

[0064] 对比例5

[0065] 一种刻蚀液,具体采用以下原料按照以下方法制备而得:

[0066] 称取1g三氯化铁(分析纯)和1g氯化钠(分析纯)置于烧杯中,依次向烧杯中加入5mL磷酸(分析纯,浓度 $\geq 85\text{wt}\%$)和10mL浓硝酸(优级纯,浓度 $\geq 68\text{wt}\%$),用玻璃棒搅拌10min,即得所述刻蚀液。

[0067] 对比例6

[0068] 一种刻蚀液,由以下溶液体积比的原料制成:

[0069] 三氯化铁溶液15%、氯化铜溶液15%、磷酸溶液25%、硝酸-盐酸混合溶液25%和氢氟酸溶液20%;

[0070] 其中,三氯化铁溶液由 FeCl_3 和水按照1:2的重量比配制而成;氯化铜溶液由 CuCl_2 和水按照1:2的重量比配制而成;磷酸溶液由浓度为 $85\text{wt}\%$ 的 H_3PO_4 溶液和水按照1:2的重量比配制而成;硝酸-盐酸混合溶液由硝酸溶液和盐酸溶液按照3:1的重量比配制而成,硝酸溶液由浓度为 $68\text{wt}\%$ 的 HNO_3 溶液和水按照2:1的重量比配制而成,盐酸溶液由浓度为 $31\text{wt}\%$ 的 HCl 溶液和水按照2:1的重量比配制而成;氢氟酸溶液由浓度为 $50\text{wt}\%$ 的氢氟酸和水按照1:1的重量比配制而成。

[0071] 镍材金相检验

[0072] 将实施例1-3及对比例1-6制得的刻蚀液分别静置10min,备用;

[0073] 将N4镍材和N5镍材分别浸入静置后的实施例1-2制得的刻蚀液中;取6个来源相同的N6镍材,分别浸入静置后的实施例3及对比例1-6制得的刻蚀液中;

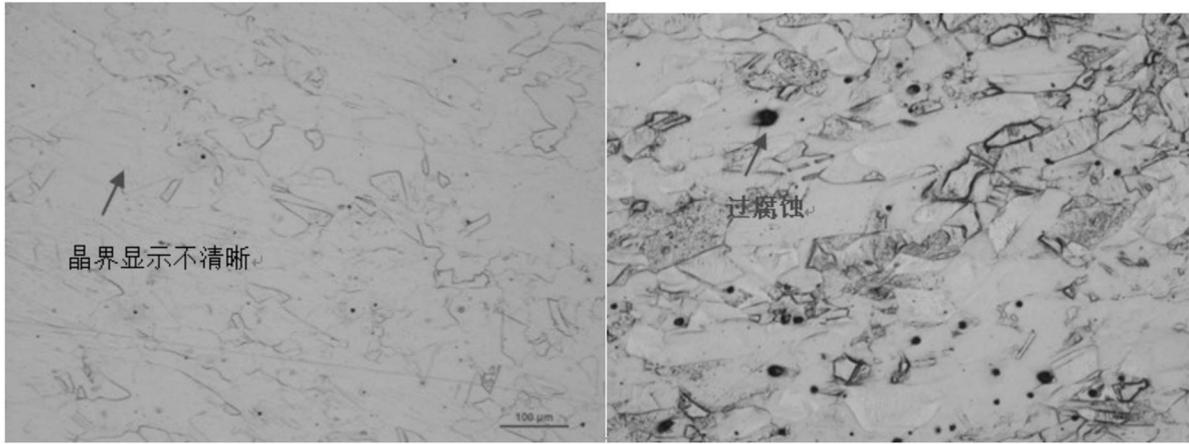
[0074] 期间用棉花擦拭待检测试样抛光面20s,待试样抛光面呈浅灰色后取出试样,随后用清水冲洗试样,向试样抛光面滴加无水乙醇,接着用热风吹干,将试样置于光学显微镜下观察晶粒形貌,结果图2-10所示。

[0075] 由图2-10可知,采用对比例1-6制得的刻蚀液对镍材进行刻蚀,局部晶界不清晰或出现过腐蚀、腐蚀不均匀现象;采用实施例1-3制得的刻蚀液对镍材进行刻蚀,能够在显微镜下呈现清晰完整的晶粒形貌。

[0076] 由此表明,采用本发明的刻蚀液对镍材进行刻蚀,能够均匀显示镍材的晶粒形貌,晶界清晰,不会造成过腐蚀现象。

[0077] 上述实施例仅例示性说明本发明的原理及其功效,而非用于限制本发明。任何熟悉此技术的人士皆可在不违背本发明的精神及范畴下,对上述实施例进行修饰或改变。因此,举凡所属技术领域中具有通常知识者在未脱离本发明所揭示的精神与技术思想下所完成的一切等效修饰或改变,仍应由本发明的权利要求所涵盖。

[0078] 由本发明的权利要求所涵盖。



A

B

图1



图2

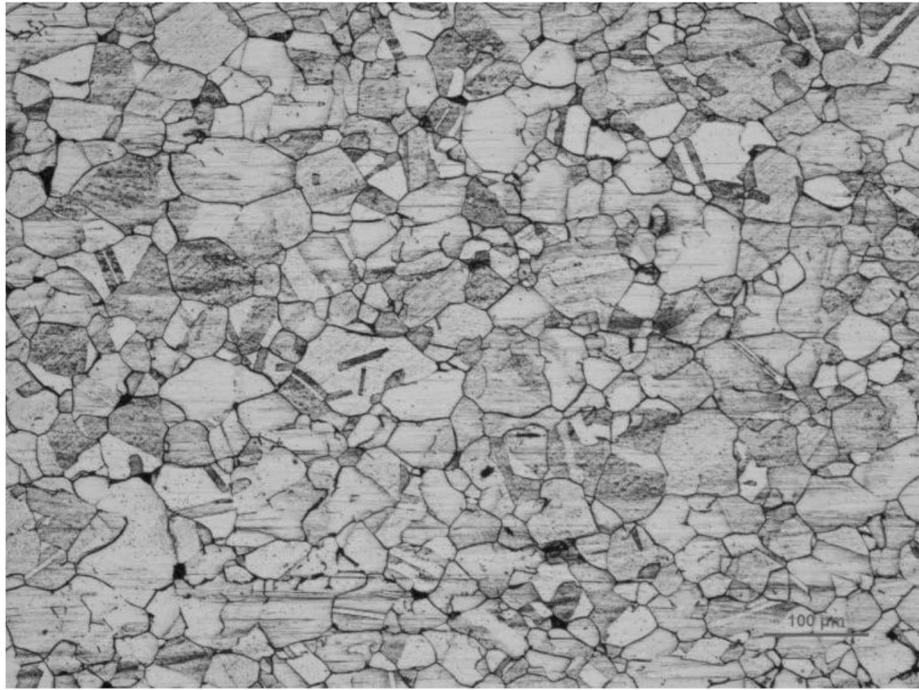


图3

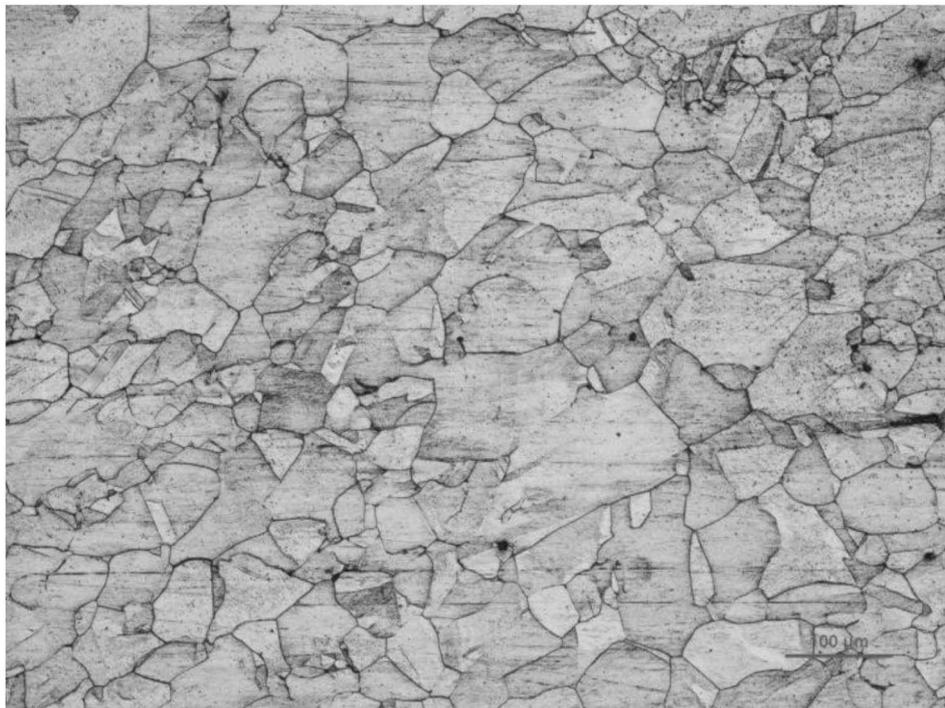


图4

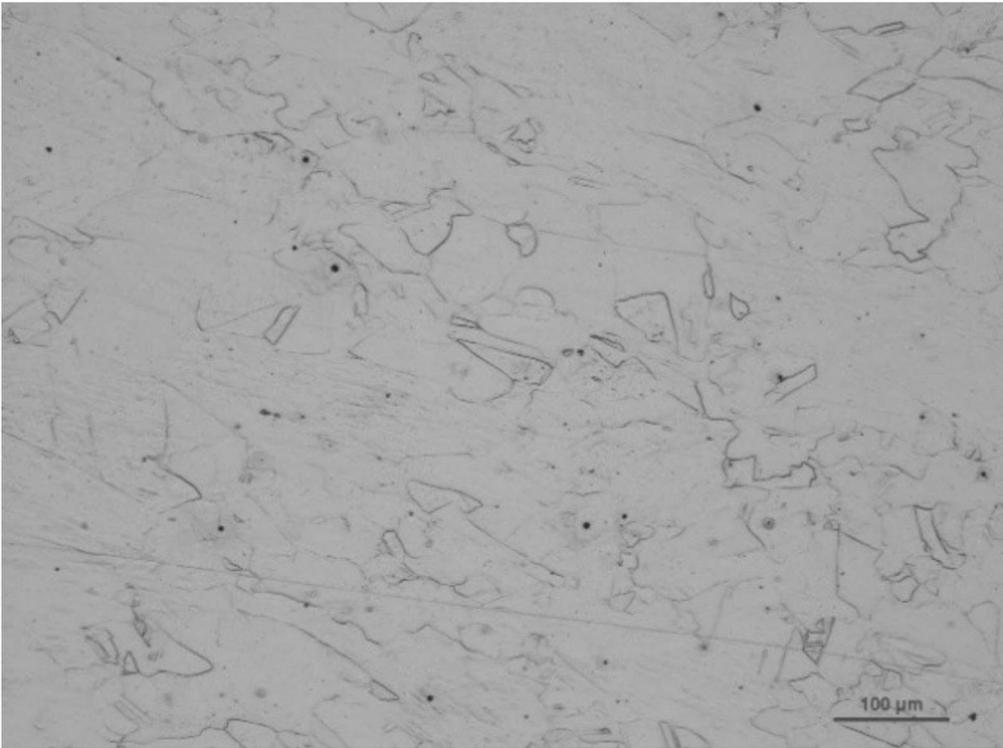


图5

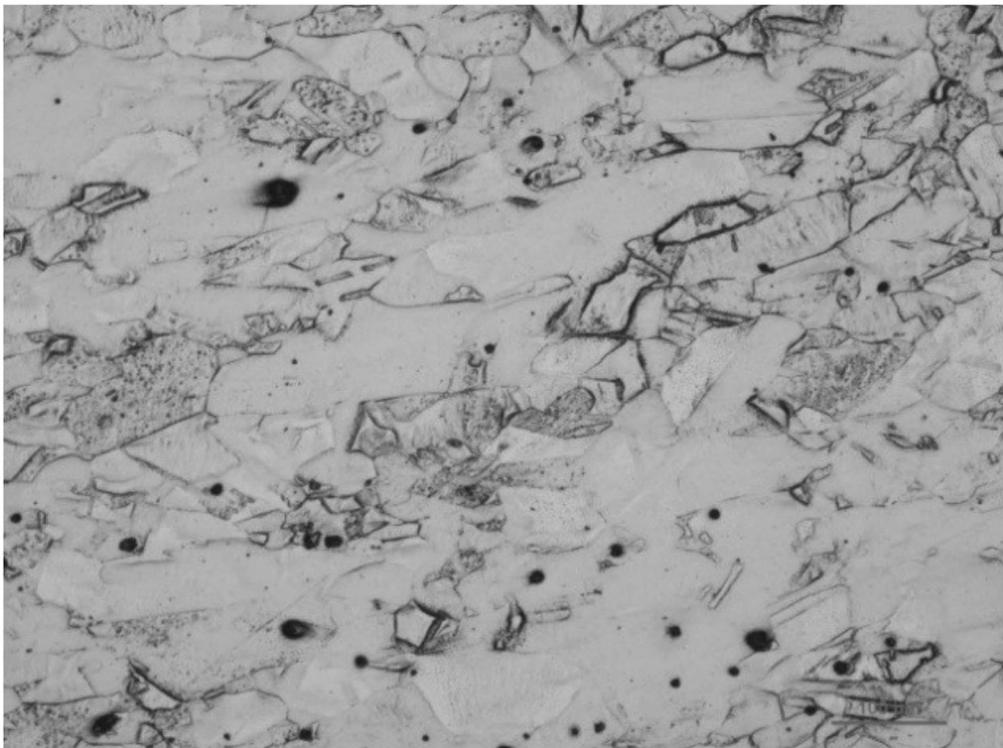


图6

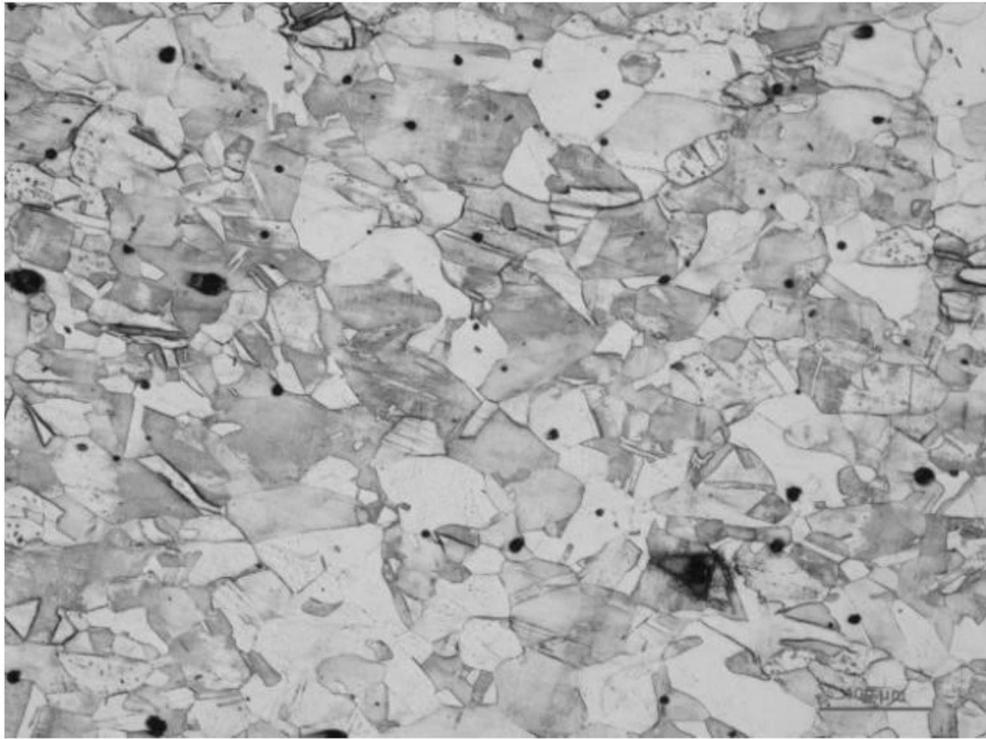


图7

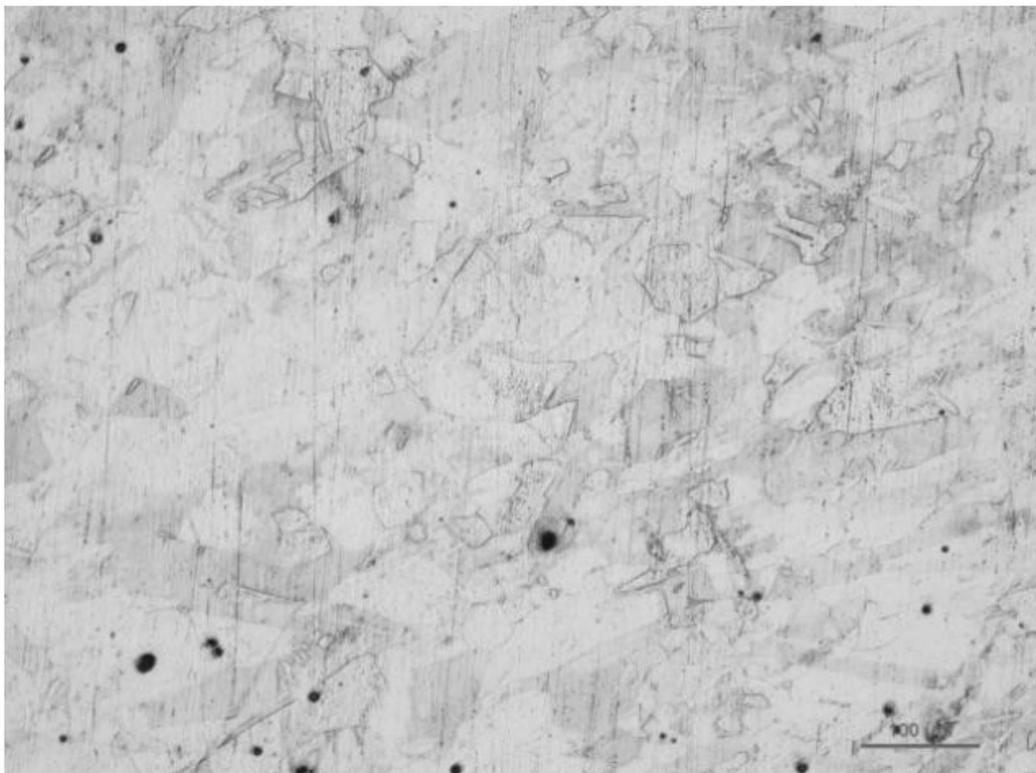


图8

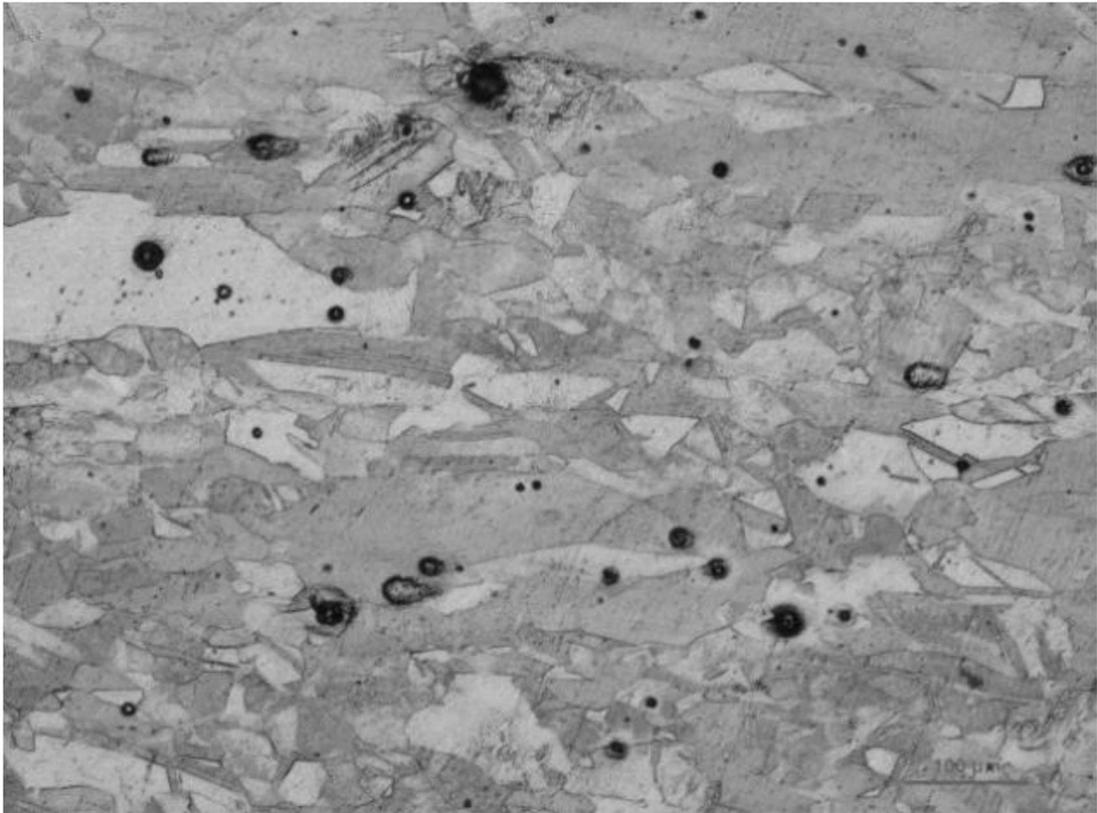


图9

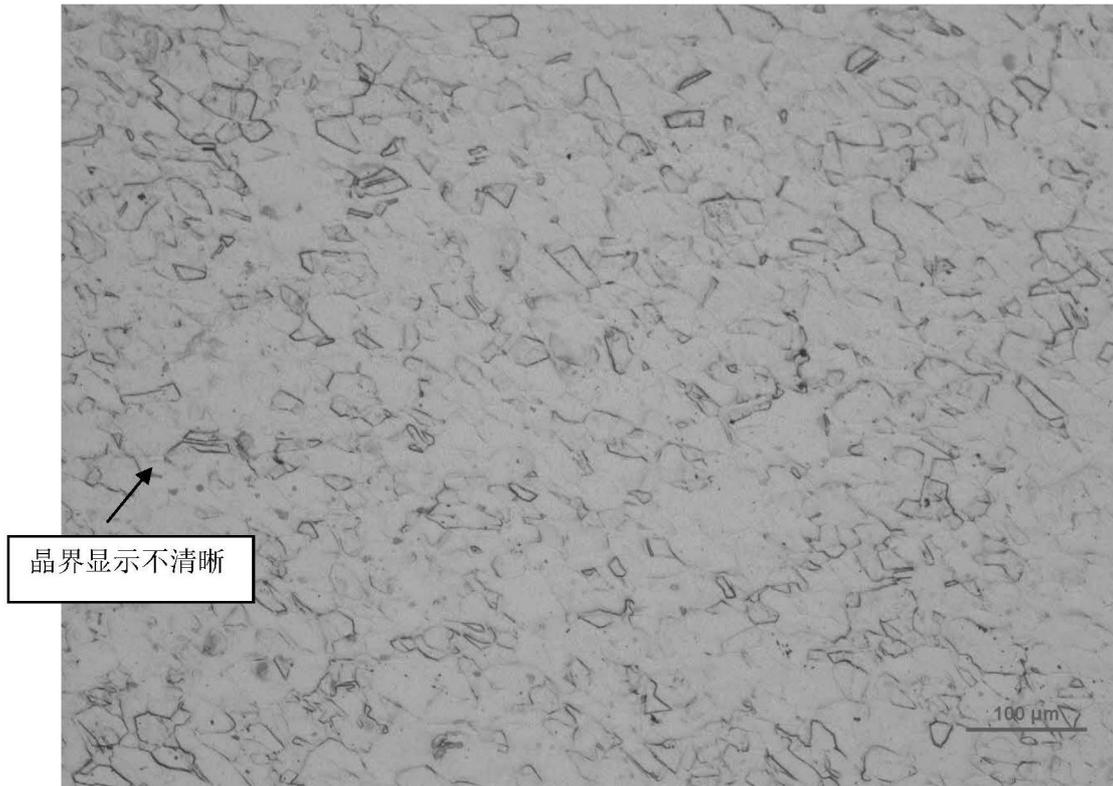


图10