



金属平均晶粒度的测定（截点法）
能力验证结果报告
CNCA-23-06

北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司
瑞特认证检测集团有限公司
国家市场监督管理总局审核

编制
审核批准

2023 年 11 月

组织机构：国家市场监督管理总局

实施机构：北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司

瑞特认证检测集团有限公司

负责人：唐凌天

项目协调者：李钊

项目组成员：王明海、丁辰、李继康、刘明、胡亚芹、董根根、叶亚茹

统计专家：王明海、唐凌天

联络人：崔慧琴

联系地址：北京市海淀区学院南路 76 号钢研北院

E-mail: PT@analysis.org.cn

Web site: www.nil.org.cn

电话：010-62181165、010-62183851

传真：010-62181163

目 录

1、前言.....	1
2、项目概述.....	2
2.1 项目简介.....	2
2.2 参加机构概况.....	2
2.3 项目方案设计.....	4
2.3.1 检测方法和试验条件要求	4
2.3.2 样品的设计及制备	4
2.3.3 样品的均匀性和稳定性检验设计	4
2.3.4 被测物品的质量控制、存储、分发的要求	5
2.3.5 统计分析和判定原则	5
2.3.6 保密要求	5
2.3.7 日程安排	6
3. 样品均匀性评价结果	8
4. 结果统计和能力评价	12
4.1 各组结果的正态性检验	12
4.2 统计结果.....	13
4.3 结果评价汇总.....	14
5、技术分析和建议	15
5.1 统计结果分析.....	15

5.2 技术分析.....	15
5.3 技术建议.....	19
6、项目总结.....	20
6.1 项目贴近研究热点.....	20
6.2 实施方案设计合理.....	20
6.3 统计方法科学合理.....	20
6.4 组织工作大力支持.....	21
7、能力验证计划组织者和协调者	22
7.1 能力验证计划组织者.....	22
7.2 能力验证计划实施机构	22
7.3 专家顾问.....	22
7.4 能力验证计划项目组成员	22
8、依据文件及标准规范	23
附录 A 实验室的测定结果和统计处理.....	24
附录 B 作业文件.....	37
附录 B-1 能力验证计划指导书	38
附录 B-2 能力验证试验结果报告表	39
附录 C 能力验证通知.....	40

1、前言

为规范检验检测市场、提升检验检测机构技术能力，根据《检验检测机构资质认定管理办法》、《检验检测机构能力验证管理办法》等有关规定，市场监督管理总局决定在社会重点关注的部分检验检测领域组织开展 2023 年国家级检验检测机构能力验证工作（以下简称国家级能力验证）。

“金属平均晶粒度的测定（截点法）”（CNCA-23-06）是国家市场监督管理总局 2023 年组织开展的国家级能力验证项目之一，由北京中实国金国际实验室能力验证研究和瑞特认证检测集团有限公司共同负责项目的实施（以下简称实施机构）。具备金属平均晶粒度的测定（截点法）检测能力的国家级资质认定检验检测机构应当参加本次能力验证。

开展本次能力验证的主要目的是了解国家级资质认定检验检测机构在金属平均晶粒度的测定（截点法）方面的整体水平，识别并帮助结果不合格的机构查找原因并及时纠正，促进相关机构进一步提高技术能力和实验室管理水平，为国家市场监督管理总局等部门对检验检测机构的监管提供数据支持。

本报告是对“金属平均晶粒度的测定（截点法）”能力验证项目的总结，由实施机构共同编制，国家市场监督管理总局负责审核并批准发布。实施机构依据 GB/T 27043-2012《合格评定 能力验证的通用要求》和国家市场监督管理总局的相关工作要求实施本次能力验证项目。

2、项目概述

2.1 项目简介

晶粒度是表示晶粒大小的尺度，是金属材料加工特别是热加工工艺中需要严格控制的技术指标。金属材料的强度、韧性、塑性等力学性能与金属晶粒大小直接相关，金属晶粒越小，材料的屈服强度越高，而且其塑性、韧性也越好。但是在高温环境使用的金属材料，晶粒过大或过小都不好，只有在材料冶炼、热加工过程中严格控制工艺，获得适宜的晶粒大小，才能确保金属材料在不同服役条件下的性能。检测中通常用晶粒度级别数表示晶粒大小，通过金相检验对晶粒度进行测定和定级评价。测定金属晶粒度一般有比较法、面积法和截点法。其中截点法是仲裁方法，也是应用最普遍的一种测试方法，因此本次能力验证项目采用截点法作为测试方法，考察实验室金属平均晶粒度的评级能力。

鉴于本项目开展的意义和价值，实施机构依托自身专业经验和国家钢铁材料测试中心的技术支持，设计了本次金属平均晶粒度的测定（截点法）能力验证计划。项目组选择均匀性、稳定性符合要求的不同牌号的不锈钢原材料，加工成块状样品。

通过该能力验证项目的实施，可以了解各实验室对相关晶粒度标准的理解以及对晶粒度评级的准确度，服务于认证认可管理部门对该领域检测机构的有效监管，帮助检测机构发现日常检测存在的问题，提升晶粒度定级评价的水平，推动行业技术能力的不断提升。

2.2 参加机构概况

按照国家市场监督管理总局通知要求，具备相关项目（参数）检测能力的国家级资质认定检验检测机构必须参加，其他检验检测机构自愿参加。项目组通过国家市场监督管理总局网站查询资质认定获证机构，逐一进行电话沟通并发送邮件通知，核实机构的资质认定证书及试验设备条件，最终 181 家国家级资质认定检验检测机构参加本次能力验证，另有 11 家检验检测机构自愿参加。

参加本次能力验证的检验检测机构，分别来自于国家级、行业级的检验检测

中心、各地海关技术中心、高等院校、科研院所、第三方检验检测机构等，详见表 1。试验室各地区分布情况详见表 2 和图 1。

表 1 检验检测机构分类

分类	机构数量	占比
国家级检验检测中心	102	53.13%
第三方检测机构	41	21.35%
行业级、地方级检验检测中心	31	16.15%
研究院、高校	12	6.25%
海关	6	3.14%

表 2 检验检测机构省份/直辖市分布

省份/直辖市	机构数量	省份/直辖市	机构数量
江苏省	23	湖北省	6
广东省	19	黑龙江省	5
山东省	16	河北省	4
上海市	16	天津市	4
北京市	15	甘肃省	3
浙江省	12	山西省	3
陕西省	11	吉林省	2
河南省	9	内蒙古自治区	2
辽宁省	8	新疆维吾尔自治区	2
重庆市	8	福建省	1
湖南省	7	广西壮族自治区	1
四川省	7	江西省	1
安徽省	6	云南省	1

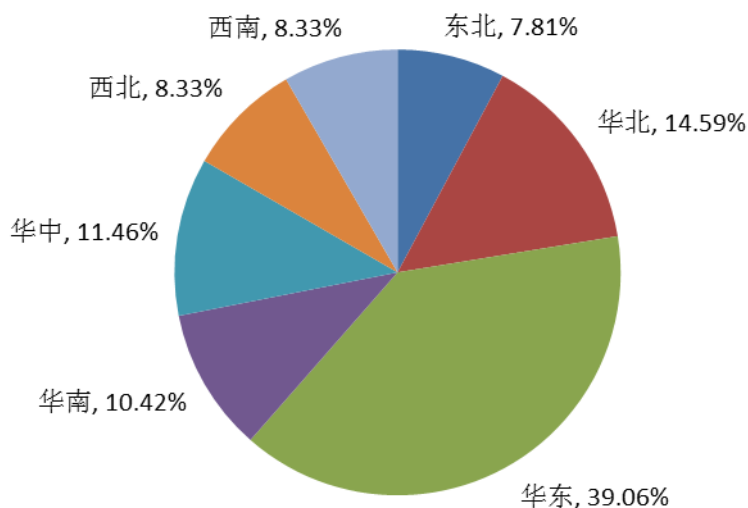


图 1 检验检测机构区域分布情况

2.3 项目方案设计

2.3.1 检测方法和试验条件要求

本次能力验证的测试参数为晶粒度级别数。推荐采用 GB/T 6394-2017《金属平均晶粒度测定方法》中截点法测试。参加机构须具备满足测试金相试样要求的金相显微镜，以及金相测试的辅助设备，如金相磨样机、抛光设备、腐蚀剂、通风橱等。

2.3.2 样品的设计及制备

选取不同批次的不锈钢棒材，采用线切割和外圆磨的加工方式，分批次加工成规格为： $\phi 16\text{mm} \times 15\text{mm}$ ，每批次样品单独用自封袋分装，1 块/袋，每批次不少于 80 块，每块样品赋予一个唯一性编号，如图 2 所示。



图 2 样品及包装

2.3.3 样品的均匀性和稳定性检验设计

1) 均匀性检验

每批次样品等间距选取 10 块样品进行均匀性检验。依照 GB/T 6394-2017 中截点法进行试验，每块样品均匀选取 5 个视场进行测量计算平均截距，并依据 GB/T 6394-2017 附录 B 中 B1.4 计算测量结果的相对误差%RA，%RA 不大于 10% 时，测量结果有效，计算晶粒度级别数。若%RA>10%则该批次样品不采用，重新制备样品。对于%RA≤10%的样品，采用 $S_s \leq 0.3 \sigma$ 准则进行样品均匀性评价，验证是否对评定有影响。

2) 稳定性

不锈钢是一种稳定的冶金材料，晶粒大小常温下不发生变化，样品的稳定性能够满足能力验证的要求。

2.3.4 被测物品的质量控制、存储、分发的要求

1) 样品应保存在室温和干燥环境中。

2) 参加机构分别随机分成 3 组，每组机构不少于 60 家。同一机构多地点的，需分在不同组内。

3) 每个机构发放一个样品；样品通过快递分发给各参加机构，各机构在收到样品后需妥善保存样品。试验结束后，将样品按照原包装寄回，并提交试验原始记录和金相照片，由项目组进行核查，确保各机构填报结果与原始记录一致。对于结果不合格的检测机构，在核实原始记录同时，对返回样品进行复验。

2.3.5 统计分析和判定原则

本次能力验证使用的三组样品均可获得 60 个以上的有效数据，在三组数据均服从近似正态分布或单峰且对称分布的基础上，统计分析采用稳健算法 A 统计，以稳健平均值作为指定值，稳健标准差为能力评定标准差，给出稳健平均值的标准不确定度。稳健平均值和稳健标准差的计算及意义参见 GB/T 28043-2019 《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》。

按下式计算各参加者结果的 z 比分数：

$$z = (x - X) / \sigma$$

式中： x -参加者结果；

X -指定值；

σ -能力评定标准差。

根据国家级检验检测机构能力验证的结果要求，只分为合格和不合格。 z 值的判定原则如下：

$|z| < 3.0$ 为合格结果；

$|z| \geq 3.0$ 为不合格结果。

本次能力验证计划涉及的其它统计量，如：结果数、最小值、最大值和极差等，其意义及相关计算方法参见 CNAS-GL002:2018 《能力验证结果的统计处理和能力评价指南》。

2.3.6 保密要求

出于保密的需要，本次能力验证对每个参加机构随机赋予一个机构代码。在本报告中，凡说明参加机构的检测结果和能力评价时，均以代码表示。

各参加机构须独立完成试验，严禁串通试验结果，一经发现任何违规行为，项目组将上报国家市场监督管理总局。

本次能力验证的结果由国家市场监督管理总局向社会公布。

2.3.7 日程安排

本次能力验证项目的工作周期自 2023 年 04 月 10 日至 2023 年 11 月 10 日。

04 月 10 日至 04 月 30 日	编制并提交能力验证设计方案；
05 月 01 日至 05 月 15 日	能力验证设计方案论证，提交正式版设计方案；
05 月 01 日至 05 月 31 日	通知符合资质的检验检测机构完成报名，向国家市场监督管理总局呈报参加机构清单；
05 月 01 日至 07 月 15 日	原材料调研、样品制备及均匀性检验，向国家市场监督管理总局呈报均匀性检验数据；
07 月 15 日至 07 月 31 日	向参加机构统一分发能力验证样品；
08 月 01 日至 08 月 20 日	线上填报数据、回收并核查试验原始记录；

08月21日至09月10日	数据统计分析；
09月11日至09月20日	向国家市场监督管理总局呈报统计分析汇总结果，呈报合格结果、不合格结果、应参加未参加的机构清单，拟制能力验证总结报告；
09月21日至10月15日	编制能力验证总结报告，呈报专家组审阅，根据专家反馈意见进行修改及完善。
10月16日至11月10日	组织邀请专家组进行项目验收。

3. 样品均匀性评价结果

每个批次的晶粒度样品分别等间距选取 10 块进行均匀性检验。依据 GB/T 6394-2017《金属平均晶粒度测定方法》进行测定，试样磨制、抛光并浸蚀后，采用直线截点法进行试验，每块样品均匀选取 5 个视场进行测量，如图 3 所示。

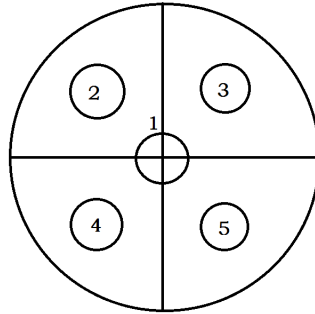


图 3 视场选取示意图

测量结果有效性评价：依据 GB/T 6394-2017 附录 B 中 B1.4 计算测量结果的相对误差%RA，首先计算平均截点计数： $\bar{P} = \sum_{i=1}^n P_i / n$ （其中 n 为视场数， P_i 为每个视场获得的截点数），截点计数的标准差：

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (P_i - \bar{P})^2}{n-1}}$$

95%置信区间： $95\%CI = t \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$ ($t_5=2.776$)

测量计数的相对误差： $\%RA = \frac{95\%CI}{\bar{P}} \times 100\%$

测量计数的相对误差%RA≤10%，测量结果视为有效。

样品均匀性检验评价采用 $S_s \leq 0.3\sigma$ 准则对样品的均匀性进行评价（其中 σ 为以往轮次能力验证能力评定标准差）。经过多轮测试评价，最终确定了 3 个批次试样作为本次能力验证样品，测定和统计结果见表 3-表 5。

表 3 晶粒度 1#均匀性检验测定结果

样品序号	截距 (μm)						相对误差%RA (%)	晶粒度 (级)
	1	2	3	4	5	平均		
1	24.7	24.8	24.6	25.5	25.2	25.0	1.84	7.36
9	26.5	26.6	25.8	26.3	27.1	26.5	2.18	7.19
18	25.4	25.5	25.2	25.8	25.8	25.5	1.24	7.29
27	26.2	27.0	27.2	27.3	26.6	26.9	2.19	7.15
36	26.2	26.8	26.9	27.3	26.6	26.8	1.94	7.16
45	27.1	28.2	27.1	27.4	26.0	27.2	3.57	7.12
54	24.6	25.2	25.8	25.3	25.8	25.4	2.51	7.31
63	25.2	26.0	25.4	25.8	26.5	25.8	2.40	7.27
72	27.7	26.7	28.2	26.1	27.2	27.2	3.75	7.11
80	27.5	26.8	27.2	27.8	27.1	27.3	1.65	7.10
平均值								7.21
标准偏差 (S _s)								0.094
能力评价标准偏差目标值(σ)								0.58
0.3 σ								0.174

注：σ为本次计划能力评价标准偏差目标值，其值源于2018年“NIL PT-1685-2 金属平均晶粒度的测定(国际比对)与NIL PT-1425/1738 ASTM标准-金属平均晶粒度的测定(国际比对)能力验证计划”的能力评价标准偏差。

表 4 晶粒度 2#均匀性检验测定结果

样品序号	截距 (μm)						相对误差%RA (%)	晶粒度 (级)
	1	2	3	4	5	平均		
1	8.8	9.3	8.8	9.1	8.9	9.0	2.96	10.31
9	9.5	9.3	9.2	9.4	9.3	9.3	1.51	10.20

18	8.8	9.6	9.4	8.9	9.1	9.2	4.52	10.25
27	9.4	9.2	9.5	9.4	8.9	9.3	3.26	10.22
36	9.5	9.5	9.6	9.6	9.1	9.5	2.79	10.16
45	9.5	9.4	9.1	8.9	9.4	9.3	3.41	10.22
54	9.6	9.2	9.7	9.8	9.4	9.5	3.16	10.14
63	9.1	9.1	9.4	9.8	9.7	9.4	4.30	10.17
72	9.3	9.7	9.5	9.3	9.5	9.5	2.18	10.16
80	8.8	9.1	9.1	9.4	9.2	9.1	2.97	10.27
平均值								10.21
标准偏差 S_s								0.055
能力评价标准偏差目标值(σ)								0.58
0.3σ								0.174

注： σ 为本次计划能力评价标准偏差目标值，其值源于2018年“NIL PT-1685-2 金属平均晶粒度的测定(国际比对)与NIL PT-1425/1738 ASTM标准-金属平均晶粒度的测定(国际比对)能力验证计划”的能力评价标准偏差。

表5 晶粒度 3#均匀性检验测定结果

样品序号	截距 (μm)						相对误差 %RA (%)	晶粒度 (级)
	1	2	3	4	5	平均		
1	32.3	31.3	31.8	33.2	31.3	32.0	3.04	6.65
9	28.5	31.9	29.7	28.6	28.7	29.5	5.85	6.88
18	32.2	33.1	33.9	31.1	33.2	32.7	4.19	6.58
27	29.5	29.6	30.4	29.7	31.1	30.0	2.75	6.83
36	29.5	30.9	29.4	28.2	29.5	29.5	4.11	6.88
45	33.2	31.9	30.9	33.2	32.2	32.3	3.63	6.62
54	29.8	30.9	29.4	29.6	32.2	30.4	4.65	6.79
63	30.9	31.7	29.4	32.4	33.4	31.6	6.06	6.68

72	29.7	30.6	29.6	29.5	31.1	30.1	2.89	6.82
80	31.8	34.2	30.4	29.5	33.9	32.0	8.10	6.65
平均值								6.74
标准偏差 S_s								0.113
能力评价标准偏差目标值(σ)								0.58
0.3σ								0.174

注： σ 为本次计划能力评价标准偏差目标值，其值源于2018年“NIL PT-1685-2 金属平均晶粒度的测定(国际比对)与NIL PT-1425/1738 ASTM标准-金属平均晶粒度的测定(国际比对)能力验证计划”的能力评价标准偏差。

表3-表5统计结果表明：三个批次晶粒度样品，依据GB/T 6394-2017附录B中B1.4测量结果的相对误差%RA不大于10%时，测量结果有效。根据CNAS-GL003-2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》中 $S_s \leq 0.3\sigma$ 准则，本次能力验证计划样品均匀性均能够满足能力验证要求。

数据回收、统计分析后，对本次能力验证样品利用 $S_s \leq 0.3s^*$ ，验证其充分均匀性。

表6 样本间标准差与能力评定标准差核验表

	样品分组	标准偏差(S_s)	稳健标准差(s^*)	$0.3s^*$
晶粒度级别数	晶粒度 1#	0.094	0.46	0.138
	晶粒度 2#	0.055	0.66	0.198
	晶粒度 3#	0.113	0.38	0.114

由表6可知，本次能力验证三组样品 $S_s < 0.3s^*$ ，说明样品满足本次能力验证的充分均匀性要求，能力评定时不必考虑样品不均匀性带来的影响。

4. 结果统计和能力评价

4.1 各组结果的正态性检验

本次能力验证将参加机构分成了三组，三组机构所提供的晶粒度数据的频数直方图见图 4-图 6。从频数直方图可以看出，三组晶粒度测试结果均呈单峰近似对称分布。

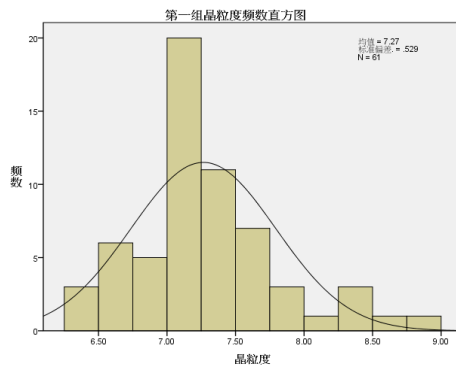


图 4 第一组测试结果的频数直方图

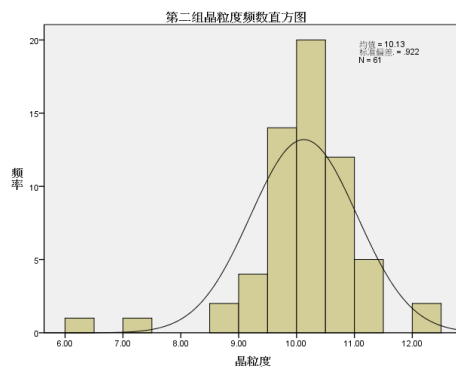


图 5 第二组测试结果的频数直方图

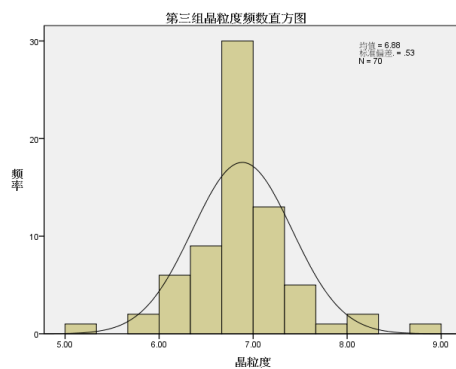


图 6 第三组测试结果的频数直方图

4.2 统计结果

统计分析采用稳健算法 A 统计，以稳健平均值作为指定值，稳健标准差为能力评定标准差，计算各机构的 z 比分数并对测试结果进行了评定。各实验室测定结果及统计处理详见附录 A，各项目的统计量及相关信息见表 7。

表 7 各组样品的统计量及相关信息

测试参数	晶粒度级别数		
	第一组	第二组	第三组
稳健平均值(级)	7.22	10.19	6.89
稳健标准差(级)	0.46	0.66	0.38
稳健 CV(%)	6.4	6.5	5.5
稳健平均值的标准 不确定度(级)	0.07	0.11	0.06
最小值(级)	6.29	6.18	5.15
最大值(级)	8.81	12.16	8.78
极差(级)	2.52	5.98	3.63
结果数	61	61	70
不合格实验室数	1	3	4

4.3 结果评价汇总

本次能力验证共有 192 家机构参加，其中 184 个机构获得合格结果，不合格机构有 8 家，合格率为 95.8%，其机构代码见表 8。

表 8 结果评价汇总

结果	实验室代码	共计	比例
$ z < 3.0$ 合格结果	01、02、03、04、06、07、08、09、10、11、12、13、14、 15、16、17、18、19、20、21、22、23、24、25、26、27、 28、29、30、31、32、33、34、35、36、37、38、39、40、 41、42、43、44、45、46、47、48、49、50、51、52、53、 54、55、56、57、58、59、60、61、62、63、64、65、66、 67、68、69、71、72、73、74、75、76、77、78、79、80、 81、82、83、84、85、86、87、88、89、91、92、93、94、 95、96、97、98、99、100、101、102、103、104、105、 106、107、108、109、110、111、112、113、115、116、117、 118、119、120、121、122、123、124、125、126、127、 128、129、130、131、132、133、134、135、136、137、 138、139、140、141、142、143、144、145、146、147、 148、149、150、151、153、154、155、156、157、158、 159、160、161、162、163、164、165、166、167、168、 169、170、171、172、173、174、175、176、177、178、 179、180、181、182、183、184、186、188、189、190、 191	184	95.8%
$ z \geq 3.0$ 不合格结果	05、70、90、114、152、185、187、192	8	4.2%

注：代码为 02、16、184、185、186、187、188、189、190、191、192 的机构属于自愿参加。

5、技术分析和建议

5.1 统计结果分析

本次能力验证从统计结果来看，参加者中强制性参加机构为 181 个，其中 176 个机构获得合格结果，合格率 97.2%，出现不合格结果的机构代码为 05、70、90、114、152。参加者中有 11 家为自愿参加的机构，其中 8 家机构结果为合格结果，合格率为 72.7%，代码为 185、187、192 号的机构出现不合格结果。参加机构情况见表 9。

表 9 参加机构合格率统计

类型	数量	合格结果	合格率	不合格结果	不合格率
强制性参加机构	181	176	97.2%	5	2.8%
自愿参加机构	11	8	72.7%	3	27.3%

5.2 技术分析

本次能力验证采用实物样品对实验室进行考核，对金相试验的制样进行了考核，如样品的制备、显微镜的操作、视场的选择以及测量等。同时对于平均晶粒度的测定，对视场进行正确的测量、计算和级别评定，应该说是该项检验技术的关键部分，因此采用实物样品，可以针对该项技术关键点进行考核，所得到的结果可以真实的反映出各检测机构进行该项目检验的能力和水平。本次能力验证的不满意结果的主要原因为浸蚀效果差导致晶界未能完全被识别，以及晶界显示较好但评级结果与实际结果相差较大等原因，不合格实验室结果汇总详见表 10。

表 10 不合格实验室结果汇总

组别	实验室代码	实验室结果 (级)	稳健平均值 (级)	稳健标准差 (级)	Z 比分数
第一组	05	8.81	7.22	0.46	3.5§
第二组	70	7.33	10.19	0.66	-4.3§
	90	12.16			3.0§
	114	6.18			-6.1§
第三组	152	8.21	6.89	0.38	3.5§
	185	8.78			5.0§
	187	5.15			-4.6§
	192	8.03			3.0§

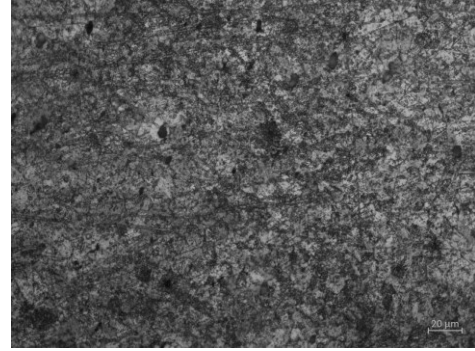
(1) 浸蚀问题

采用实物样品进行测试，样品的磨制、抛光与浸蚀对检测结果也十分重要，其中浸蚀是金相样品制备中的一道重要工序，主要分为化学浸蚀法和电解浸蚀法。化学浸蚀是将抛光好的样品检验面在化学试剂中浸蚀一定时间，从而显示其组织形貌。电解浸蚀是利用材料中各相之间和晶粒与晶界之间电位差异，在微弱电流作用下各相腐蚀程度不同，因而显示出组织，主要适于抗腐蚀性强、难于用化学腐蚀法腐蚀的材料。表 11 为参加本次能力验证的实验室所用的浸蚀方法统计表，从表中可以看出，主要选用的腐蚀方法有：硝酸电解浸蚀、王水浸蚀、草酸电解浸蚀、氯化铁盐酸溶液浸蚀、硫酸铜盐酸溶液浸蚀、硫酸高锰酸钾水溶液浸蚀等。

从表 11 可以看出不同浸蚀方法对检测结果的影响不大，其中采用硝酸电解浸蚀的实验室最多并且未出现不满意结果，主要是由于硝酸电解腐蚀时间短、可操作性强、不显示孪晶、检验面干净、晶界易识别等，因此使用范围最广，但需要实验室有相应的电解设备。采用王水浸蚀虽然不需要电解设备，但是不容易把握浸蚀时间，易出现欠腐蚀或过腐蚀等现象，浸蚀后会出现孪晶，对后续检测会出现一定干扰。氯化铁盐酸溶液浸蚀、硫酸铜盐酸溶液浸蚀等浸蚀方法也都有很好的浸蚀效果。实验室具体采用何种浸蚀方法，主要看实验室日常使用哪种浸蚀方法更熟练，腐蚀剂更易获得，这也是本次能力验证未指定腐蚀方法的主要原因。其中 05 号和 187 号不满意实验室整体浸蚀效果并不理想，晶界模糊且未能全部显示，从而导致在后期的级别评定中无法准确评级，如图 7 所示。



(a) 05 号 (500X)



(b) 187 号 (500X)

图 7 05 号和 187 号不满意实验室提供的金相照片

表 11 不同浸蚀剂及浸蚀方法汇总结果

序号	浸蚀剂及浸蚀方法	实验室数量	使用该腐蚀方法比例 (%)	不满意实验室数量
1	硝酸-电解浸蚀	51	26.56	0
2	王水-浸蚀	44	22.92	2
3	草酸-电解浸蚀	30	15.63	1
4	氯化铁盐酸溶液-浸蚀	28	14.58	1
5	硫酸铜盐酸溶液-浸蚀	12	6.25	1
6	高锰酸钾硫酸水溶液-浸蚀	11	5.73	0
7	氯化铁盐酸硝酸溶液-浸蚀	3	1.56	0
8	盐酸硝酸溶液-浸蚀	3	1.56	1
9	50%盐酸双氧水溶液浸蚀	2	1.04	0
10	氯化铁饱和苦味酸甘油溶液-浸蚀	2	1.04	0
11	氢氟酸硝酸溶液-浸蚀	2	1.04	2
12	苦味酸-浸蚀	1	0.52	0
13	硫酸铜水溶液-浸蚀	1	0.52	0
14	氯化铜盐酸溶液-浸蚀	1	0.52	0
15	硝酸+氢氟酸+硼酸水溶液-浸蚀	1	0.52	0

(2) 测试评级问题

参加本次能力验证的实验室均采用金相分析软件进行晶粒度测定。使用金相分析软件进行晶粒度测量具有统计量大、计算速度快、方便快捷的优势，但要注意放大倍数和标尺相对应及人工修正。通过能力验证反映出部分检测人员在使用金相软件时错误使用标尺，过分依赖软件的判定等不足，需要引起相关实验室的注意。尤其是对腐蚀效果不太好的样品，更应该对自动识别的截点进行人工校对。

其中 90 号实验室虽然腐蚀效果较好，晶界较清晰，但报出结果与实际结果相差较大，从实验室提供照片检测晶粒度级别数，该实验室评级为 12.16 级是没有问题的，但根据返回样品重新拍照评级，样品不存在问题。不满意原因有可能是实验室拍摄的是 400X 照片但加载标尺时误选择 500X 造成，如图 8 所示。

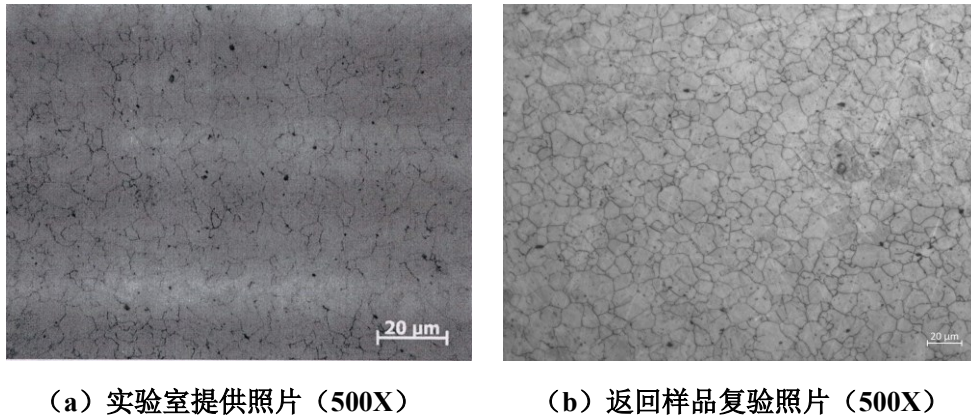


图 8 90 号不满意实验室提供金相照片与返回后复验照片

另外 114 号实验室在金相照片中采用金相分析软件标出了部分截点，但截线穿过的部分已显示的晶界和腐蚀不清晰的晶界未能全部标出，导致测试结果比实际结果的晶粒度级别数值偏小，如图 9 所示。

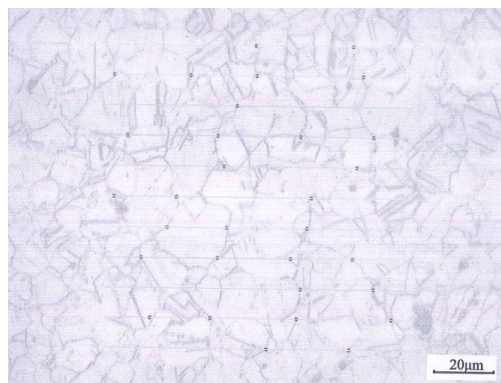


图 9 114 号不满意实验室提供的金相照片 (500X)

5.3 技术建议

(1) 金相样品制备：样品的制备以及浸蚀的深浅均会影响到晶粒度的评定。若晶界不清晰，在晶粒度的评定时容易导致晶粒度级别偏小，截距偏大，应当引起实验室注意。

(2) 截点法直线截取技巧：直线截点法截取的点数标准要求至少在 50 个以上，在画直线时横截线与纵截线最好都要有，这样可以尽量规避在非等轴晶时的晶粒取向问题。

(3) 显微镜取图与软件测试注意倍数一致，注意标尺使用的正确性：金相软件可以较为快速的对晶粒进行统计和计算，给检验人员带来了较大的便利，但也要求测试人员注意显微镜拍照倍数与金相软件测试倍数是否一致。同时随着金相显微分析自动化技术的发展，越来越多的金相检测人员使用计算机软件进行晶粒度评级等显微测定，但能否正确理解和使用软件直接决定了测试结果是否正确，进行晶粒度评级的时候采集的图像必须带有标尺，当拍摄显微镜与测试软件不是同一组设备或软件与显微镜不匹配时，需要根据图像上原有的标尺，重新调节系统放大倍数、使用系统标尺，否则计算机系统不能自动识别。

(4) 注意人工修正：使用金相图像分析软件评定晶粒度时应注意，二值分割增减边界后，图像分析软件自动生成截点进行计算，若样品存在孪晶，软件不能区别孪晶界和晶界，而实际晶粒度评定时孪晶界是不计算在内的，因此如果只是依赖软件自动生成报告而不进行人工修正，就容易出现错把孪晶界计算在内，造成晶粒度评定级数偏大，平均截距偏小的错误。

6、项目总结

能力验证作为一种有效的实验室技术能力评价活动,可为实验室从事特定的检测、校准和检验活动的 ability 提供客观证据,有助于识别实验室管理和技术能力可能存在的问题和风险。“金属平均晶粒度的测定(截点法)”作为国家市场监督管理总局在 2023 年度组织开展的国家级检验检测机构能力验证项目之一,主要目的是了解国家级资质认定检验检测机构对相关晶粒度标准的理解以及对晶粒度评级的准确度整体测试水平。

本次能力验证具有以下特点:

6.1 项目贴近研究热点

晶粒度是金属材料加工特别是热加工工艺中需要严格控制的技术指标。金属材料的强度、韧性、塑性等力学性能与金属晶粒大小直接相关,金属晶粒越小,材料的屈服强度越高,而且其塑性、韧性也越好。通过金相检验对晶粒度进行测定和定级评价,可以了解各实验室对相关晶粒度标准的理解以及对晶粒度评级的准确度,提升晶粒度定级评价的水平,推动行业技术能力的不断提升。因此,国家市场监督管理总局组织的本次能力验证,贴近研究热点,具有很强的针对性。

从能力验证的统计结果来看,部分检验检测机构虽然获得该项目的资质认定,但并非经常性开展相关测试工作,检验人员缺乏样品处理和测试经验,对标准的理解也有待提高。通过本次能力验证,可以督促和提醒参加机构保持和提高测试能力、人员培训和定期核查的重要性,提高检测数据的可靠性,增加客户和相关方对检验检测机构的信任。

6.2 实施方案设计合理

本次能力验证参加机构较多,项目组根据机构选用的样品类型不同对机构进行分组:(1)选用不同牌号或同牌号不同批次的样品将测试机构分成三组,每组选用一种样品作为测试样品;(2)保证每组机构数不少于 60 家。

6.3 统计方法科学合理

项目组依据 GB/T 27043-2012《合格评定 能力验证的通用要求》和 CNAS GL002:2018《能力验证结果的统计处理和评价指南》及 GB/T 28043-2019

《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》的相关要求，对各参加机构提交的测试记录进行核查，在试验数据服从单峰且对称分布的基础上，进行稳健统计分析，并根据稳健统计结果验证样品的不均匀性标准偏差 $S_s < 0.3s^*$ ，能力评定时不需要考虑样品不均匀性的影响，最终对每个参加机构的测试结果用 z 比分数进行评价。

6.4 组织工作大力支持

国家市场监督管理总局高度重视本次能力验证工作，在立项前组织专家召开方案论证会，在实施过程中定期把关样品制备、均匀性检验、稳定性检验、发样、统计等关键节点进度，在方案设计、过程管理等方面提出诸多专业建议，并提供一系列规范化的文件、表单和工作要求，督促项目规范运作。

7、能力验证计划组织者和协调者

7.1 能力验证计划组织者

国家市场监督管理总局

7.2 能力验证计划实施机构

实施机构：北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司

瑞特认证检测集团有限公司

地址：北京市海淀区学院南路 76 号钢研北院

项目负责人：唐凌天

项目协调者：李钊

联系电话：010-62183851

邮箱：lizhao@analysis.org.cn

7.3 专家顾问

王海舟 北京中实国金国际实验室能力验证研究中心

郭 栋 国家市场监督管理总局认可检测司

佟艳春 CSTM 试验技术能力评价部

7.4 能力验证计划项目组成员

唐凌天 北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司（项目负责人）

李 钊 北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司（项目协调者）

王明海 北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司

丁 辰 北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司

李继康 钢铁研究总院

刘 明 钢研纳克检测技术股份有限公司

胡亚芹 瑞特认证检测集团有限公司

董根根 瑞特认证检测集团有限公司

叶亚茹 瑞特认证检测集团有限公司

8、依据文件及标准规范

- 1、《市场监管总局办公厅关于开展 2023 年国家级检验检测机构能力验证工作的通知》（市监检测发〔2023〕27 号）
- 2、GB/T 27043-2012 《合格评定 能力验证的通用要求》（ISO/IEC 17043: 2010）
- 3、GB/T 28043-2019 《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》
- 4、CNAS-RL02: 2023 《能力验证规则》
- 5、CNAS-GL002: 2018 《能力验证结果的统计处理和能力评价指南》
- 6、CNAS-GL003: 2018 《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》

附录 A 实验室的测定结果和统计处理

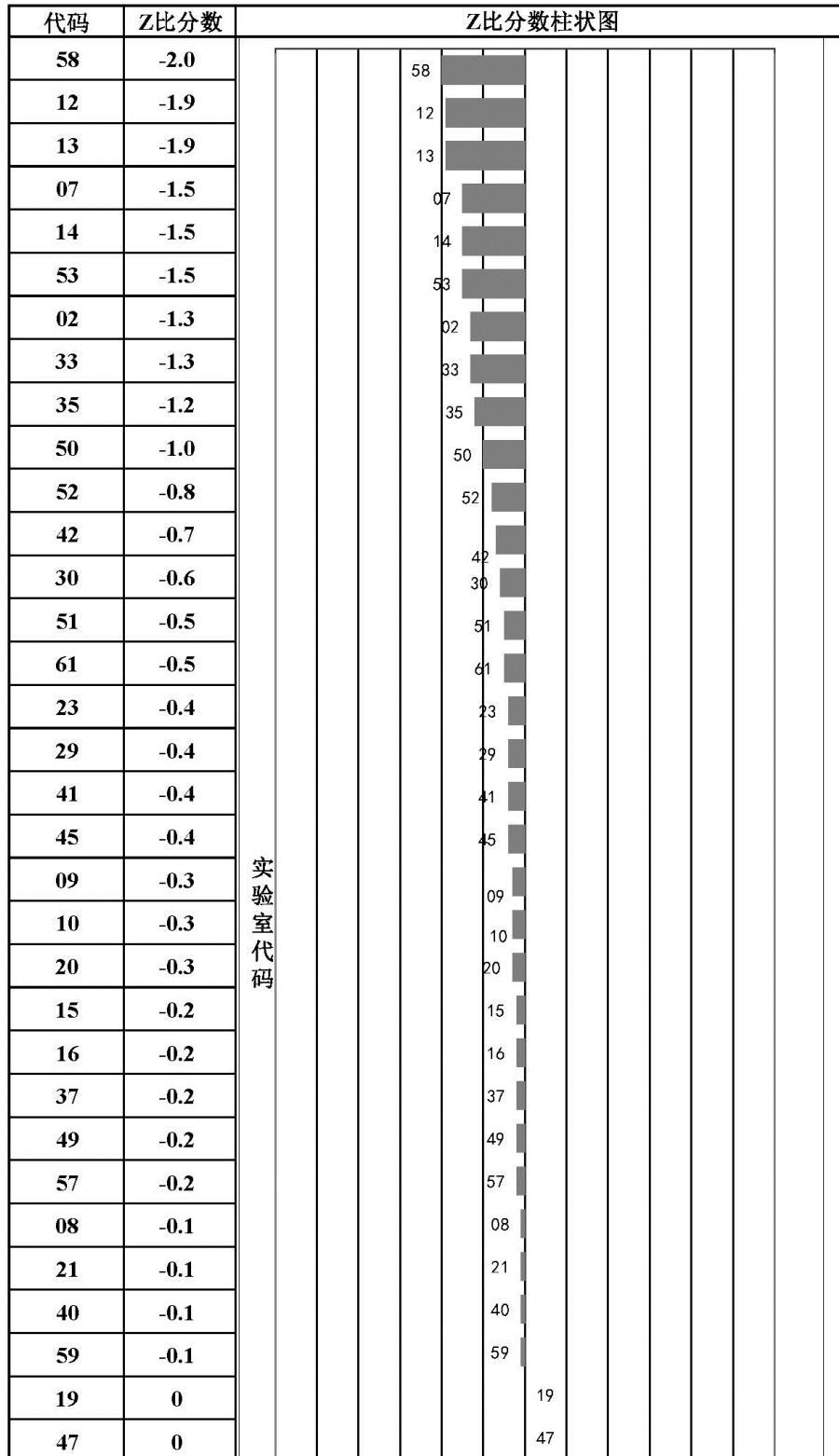
A1 第一组测试结果和统计处理

实验室代码	晶粒度级别数	
	实验室结果 (级)	Z 比分数
01	7.53	0.7
02	6.60	-1.3
03	7.56	0.7
04	7.37	0.3
05	8.81	3.5§
06	7.34	0.3
07	6.53	-1.5
08	7.18	-0.1
09	7.07	-0.3
10	7.06	-0.3
11	8.15	2.0
12	6.36	-1.9
13	6.36	-1.9
14	6.54	-1.5
15	7.11	-0.2
16	7.11	-0.2
17	8.45	2.7
18	7.36	0.3
19	7.21	0
20	7.09	-0.3
21	7.16	-0.1
22	8.41	2.6
23	7.04	-0.4
24	8.27	2.3
25	7.26	0.1
26	7.67	1.0
27	7.40	0.4
28	7.61	0.8
29	7.03	-0.4
30	6.96	-0.6
31	7.43	0.5
32	7.28	0.1
33	6.60	-1.3
34	7.29	0.2
35	6.68	-1.2
36	8.50	2.8
37	7.12	-0.2

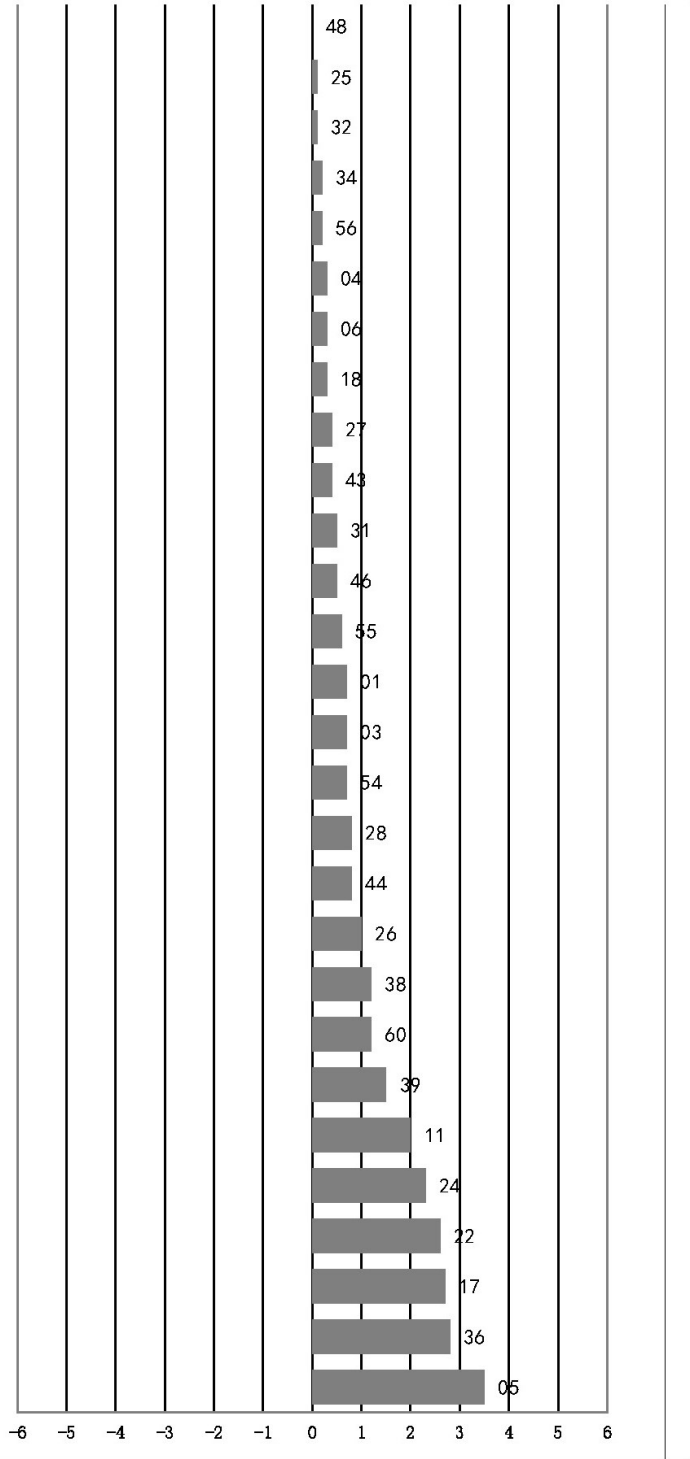
38	7.77	1.2
39	7.90	1.5
40	7.19	-0.1
41	7.04	-0.4
42	6.92	-0.7
43	7.41	0.4
44	7.59	0.8
45	7.03	-0.4
46	7.46	0.5
47	7.20	0
48	7.21	0
49	7.11	-0.2
50	6.77	-1.0
51	7.00	-0.5
52	6.87	-0.8
53	6.52	-1.5
54	7.53	0.7
55	7.50	0.6
56	7.31	0.2
57	7.14	-0.2
58	6.29	-2.0
59	7.17	-0.1
60	7.75	1.2
61	6.99	-0.5
结果数	61	
稳健平均值	7.22	
稳健标准差	0.46	
稳健 CV(%)	6.4	
稳健平均值的标准不 确定度	0.073	
最小值	6.29	
最大值	8.81	
极差	2.52	

注：加§号的数值为不合格结果，即 $|z| \geq 3.0$

A2 第一组统计结果 z 比分数柱状图



48	0
25	0.1
32	0.1
34	0.2
56	0.2
04	0.3
06	0.3
18	0.3
27	0.4
43	0.4
31	0.5
46	0.5
55	0.6
01	0.7
03	0.7
54	0.7
28	0.8
44	0.8
26	1.0
38	1.2
60	1.2
39	1.5
11	2.0
24	2.3
22	2.6
17	2.7
36	2.8
05	3.5



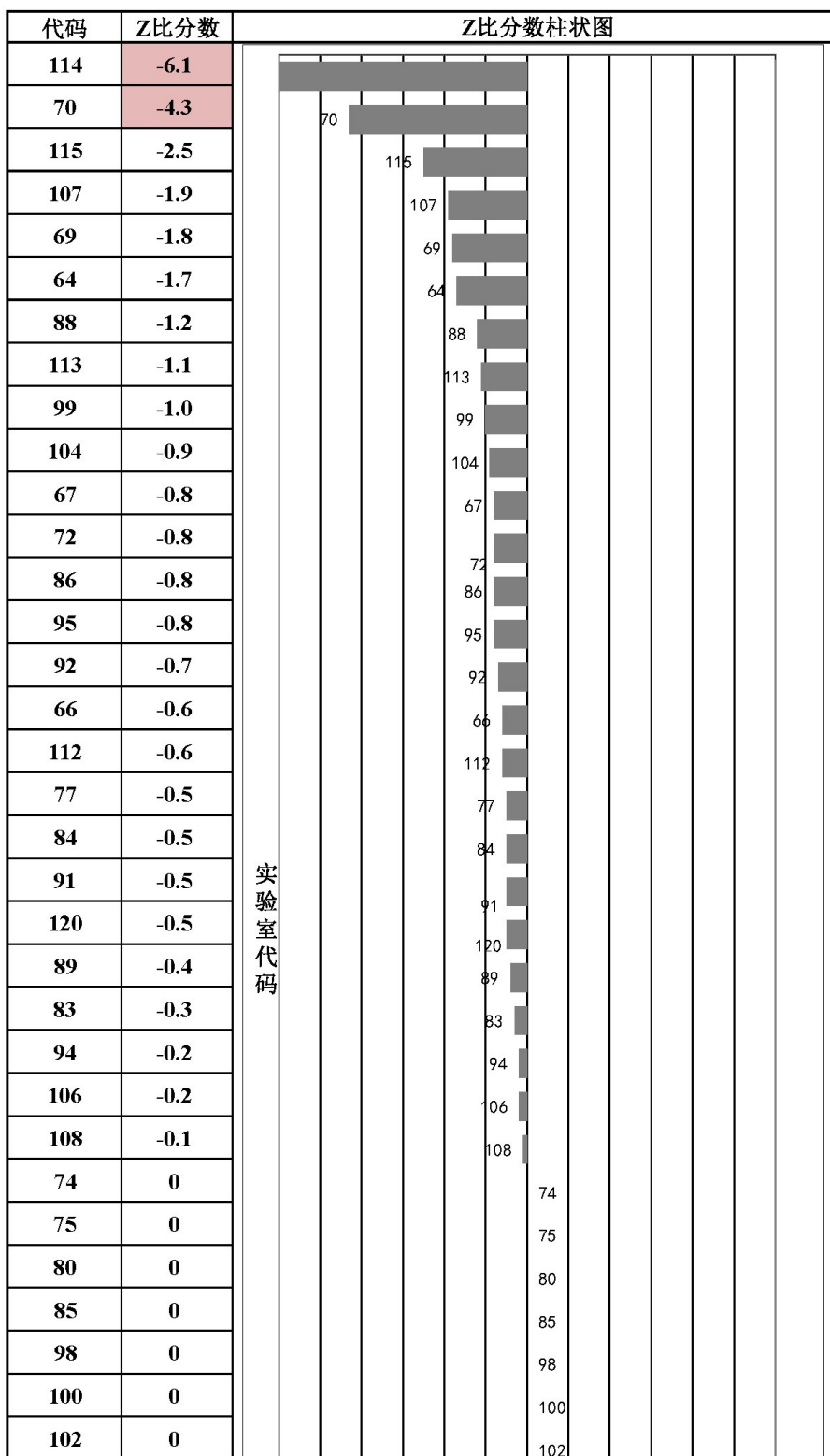
A3 第二组测试结果和统计处理

实验室代码	晶粒度级别数	
	实验室结果 (级)	Z 比分数
62	10.69	0.8
63	10.75	0.8
64	9.10	-1.7
65	10.68	0.7
66	9.79	-0.6
67	9.65	-0.8
68	10.42	0.3
69	9.00	-1.8
70	7.33	-4.3§
71	11.00	1.2
72	9.68	-0.8
73	10.51	0.5
74	10.22	0
75	10.21	0
76	10.34	0.2
77	9.88	-0.5
78	10.34	0.2
79	10.26	0.1
80	10.18	0
81	10.82	1.0
82	11.06	1.3
83	10.02	-0.3
84	9.89	-0.5
85	10.22	0
86	9.65	-0.8
87	11.35	1.8
88	9.41	-1.2
89	9.93	-0.4
90	12.16	3.0§
91	9.86	-0.5
92	9.73	-0.7
93	10.96	1.2
94	10.06	-0.2
95	9.64	-0.8
96	10.58	0.6
97	12.00	2.7
98	10.20	0

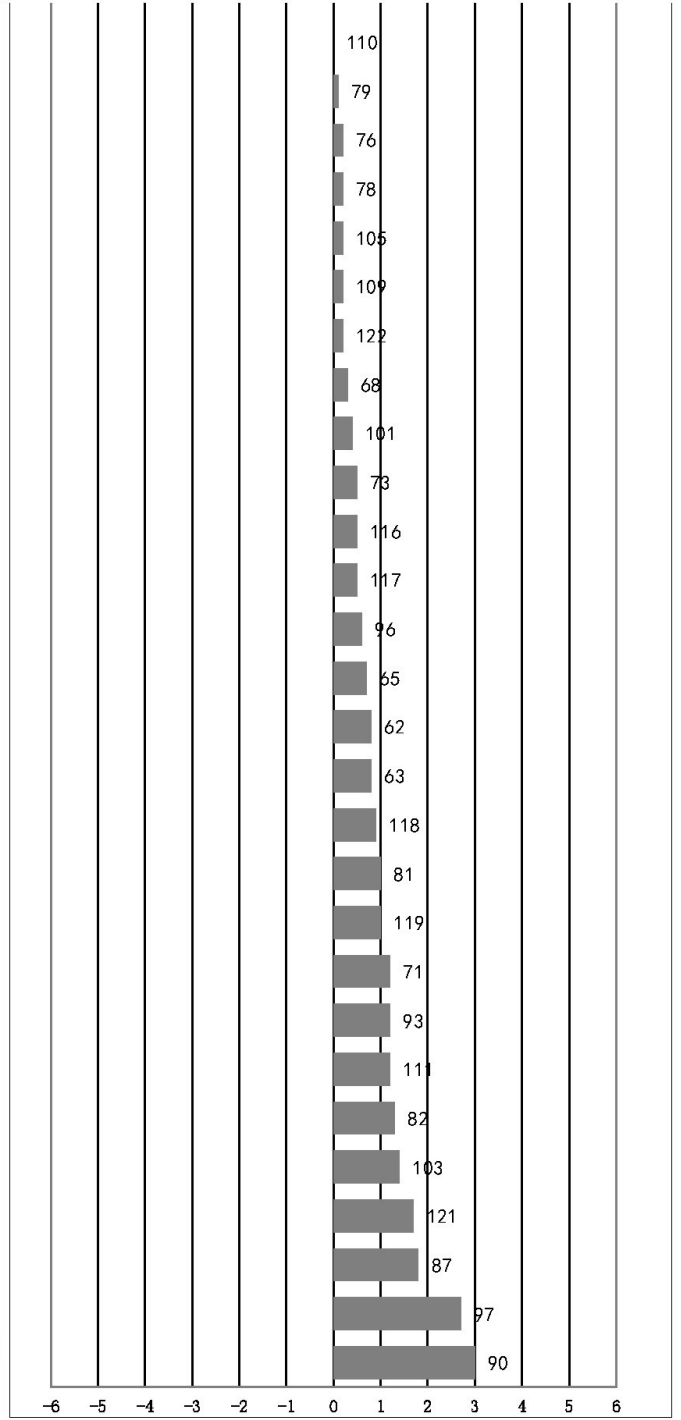
99	9.56	-1.0
100	10.22	0
101	10.43	0.4
102	10.22	0
103	11.13	1.4
104	9.58	-0.9
105	10.33	0.2
106	10.06	-0.2
107	8.96	-1.9
108	10.10	-0.1
109	10.29	0.2
110	10.21	0
111	10.99	1.2
112	9.78	-0.6
113	9.45	-1.1
114	6.18	-6.1§
115	8.52	-2.5
116	10.54	0.5
117	10.50	0.5
118	10.81	0.9
119	10.84	1.0
120	9.83	-0.5
121	11.28	1.7
122	10.30	0.2
结果数	61	
稳健平均值	10.19	
稳健标准差	0.66	
稳健 CV(%)	6.5	
稳健平均值的标准不 确定度	0.11	
最小值	6.18	
最大值	12.16	
极差	5.98	

注：加§号的数值为不合格结果，即 $|z| \geq 3.0$

A4 第二组统计结果 z 比分数柱状图



110	0
79	0.1
76	0.2
78	0.2
105	0.2
109	0.2
122	0.2
68	0.3
101	0.4
73	0.5
116	0.5
117	0.5
96	0.6
65	0.7
62	0.8
63	0.8
118	0.9
81	1.0
119	1.0
71	1.2
93	1.2
111	1.2
82	1.3
103	1.4
121	1.7
87	1.8
97	2.7
90	3.0



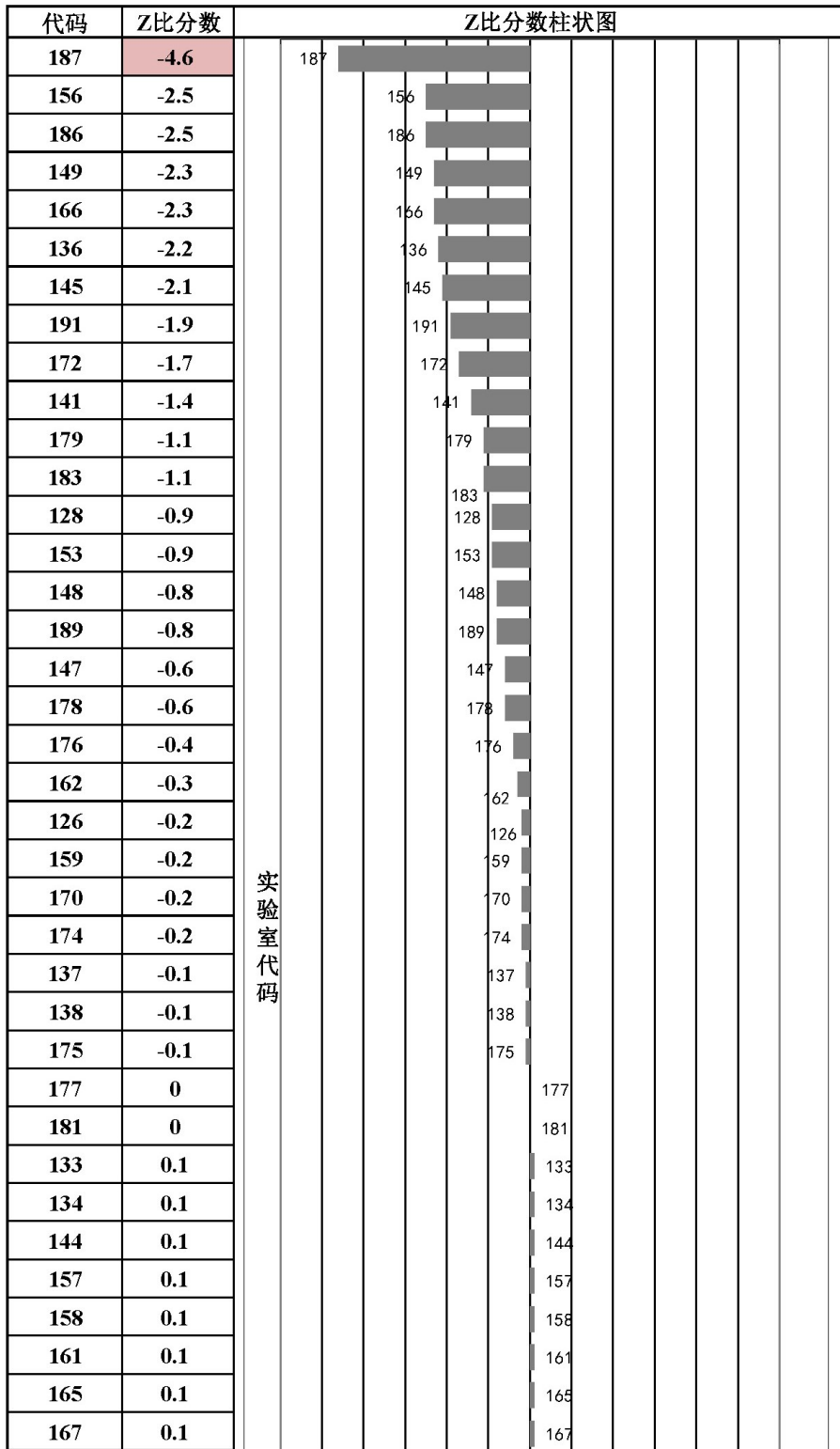
A5 第三组测试结果和统计处理

实验室代码	晶粒度级别数	
	实验室结果 (级)	Z 比分数
123	7.22	0.9
124	7.20	0.8
125	7.18	0.8
126	6.82	-0.2
127	7.44	1.4
128	6.54	-0.9
129	7.01	0.3
130	6.97	0.2
131	6.96	0.2
132	6.99	0.3
133	6.93	0.1
134	6.91	0.1
135	7.27	1.0
136	6.05	-2.2
137	6.86	-0.1
138	6.84	-0.1
139	6.98	0.2
140	7.34	1.2
141	6.36	-1.4
142	7.14	0.7
143	7.17	0.7
144	6.94	0.1
145	6.08	-2.1
146	7.06	0.4
147	6.65	-0.6
148	6.59	-0.8
149	6.00	-2.3
150	7.17	0.7
151	7.22	0.9
152	8.21	3.5§
153	6.54	-0.9
154	6.99	0.3
155	6.96	0.2
156	5.94	-2.5
157	6.92	0.1
158	6.91	0.1
159	6.80	-0.2
160	7.11	0.6
161	6.91	0.1
162	6.78	-0.3
163	7.67	-2.1

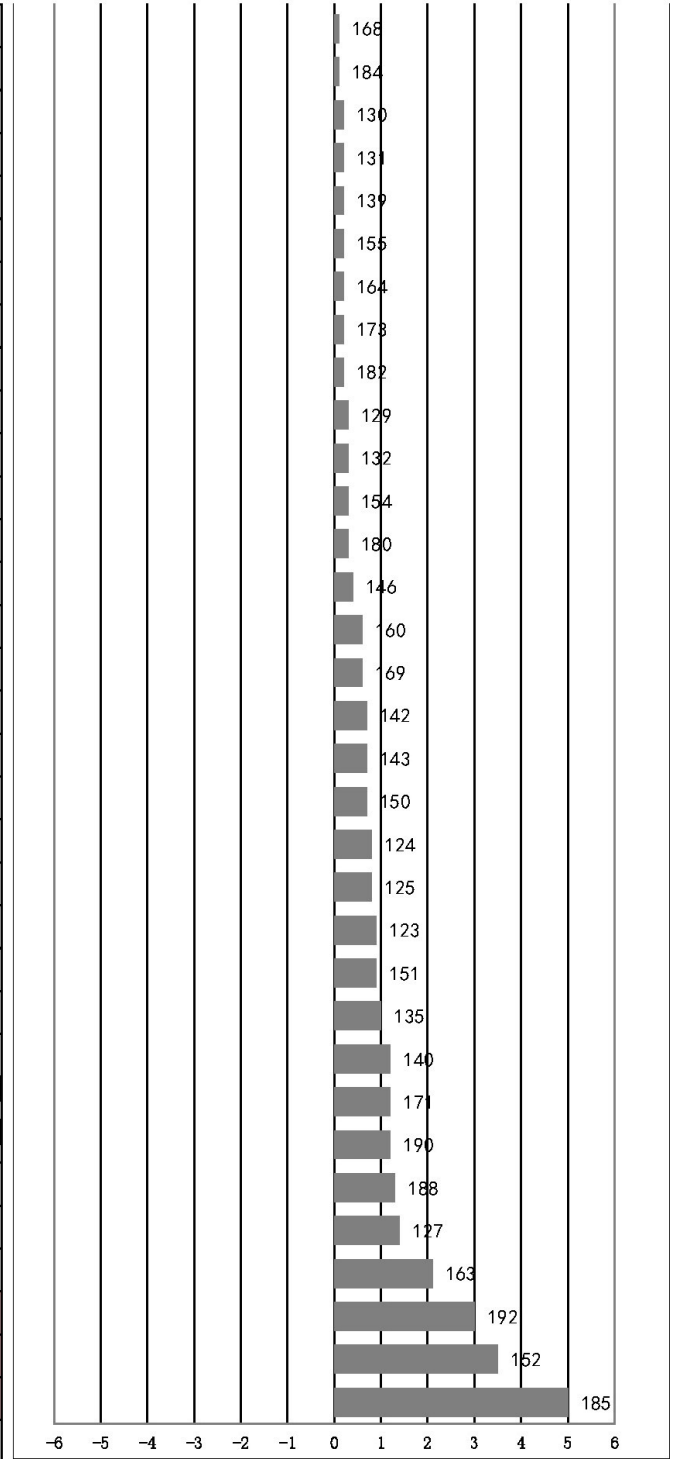
164	6.97	0.2
165	6.92	0.1
166	6.00	-2.3
167	6.91	0.1
168	6.92	0.1
169	7.13	0.6
170	6.82	-0.2
171	7.35	1.2
172	6.23	-1.7
173	6.96	0.2
174	6.81	-0.2
175	6.86	-0.1
176	6.73	-0.4
177	6.88	0
178	6.65	-0.6
179	6.49	-1.1
180	7.02	0.3
181	6.90	0
182	6.97	0.2
183	6.46	-1.1
184	6.92	0.1
185	8.78	5.0§
186	5.94	-2.5
187	5.15	-4.6§
188	7.40	1.3
189	6.58	-0.8
190	7.34	1.2
191	6.16	-1.9
192	8.03	3.0§
结果数	70	
稳健平均值	6.89	
稳健标准差	0.38	
稳健 CV(%)	5.5	
稳健平均值的标准不 确定度	0.056	
最小值	5.15	
最大值	8.78	
极差	3.63	

注：加§号的数值为不合格结果，即 $|z| \geq 3.0$

A6 第三组统计结果 z 比分数柱状图



168	0.1
184	0.1
130	0.2
131	0.2
139	0.2
155	0.2
164	0.2
173	0.2
182	0.2
129	0.3
132	0.3
154	0.3
180	0.3
146	0.4
160	0.6
169	0.6
142	0.7
143	0.7
150	0.7
124	0.8
125	0.8
123	0.9
151	0.9
135	1.0
140	1.2
171	1.2
190	1.2
188	1.3
127	1.4
163	2.1
192	3.0
152	3.5
185	5.0



附录 B 作业文件

附录 B-1 能力验证计划指导书

北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司
北京中实国金国际实验室能力验证研究中心

NIL/D B16-03:2022



能力验证计划指导书 CNCA-23-06 金属平均晶粒度的测定（截点法）

本次能力验证计划中，贵实验室的代码 **CNCA-23-06-XXX**。

为保证能力验证计划的顺利进行，请参加单位认真遵循下列条款：

1. 能力验证物品说明

- 1.1 本次能力验证计划向每个参加实验室提供一个样品，材质为奥氏体不锈钢，规格为 $\Phi 16\text{mm}$ 的圆柱形样品，实验室可选取任意一个端面为测试面。
- 1.2 样品于 2023 年 07 月 13 日 通过快递发出，实验室在收到样品后，请登录 <http://shop.cupt.org.cn/> 右侧【数据填报】栏，确认接收样品是否完好。

2. 检测

推荐实验室参照 GB/T 6394-2017 金属平均晶粒度测定方法中的直线截点法进行测试，要求说明制样与浸蚀方法、软件来源等内容，并提供原始数据。实验室选取 5 个视场进行测定，并计算出晶粒度级别数。

3. 结果反馈

- 3.1 测量结果用晶粒度级别数（级）表示，保留小数点后 2 位；每个视场的平均截距（ μm ）仅在原始记录上报出，保留小数点后 1 位。
 - 3.2 实验室最迟应在 2023 年 07 月 27 日 之前登录 <http://shop.cupt.org.cn/> 右侧【数据填报】栏目，网上填报结果数据。未按期网上提交结果的实验室，其结果将不列入统计。正式提交结果之前，请把《能力验证结果报告表》、试验原始记录及其他必要的文件作为上传至附件。附件不大于 20M，格式为 PDF、JPG 或压缩包。纸质的结果报告表等不需要邮寄回中实国金。
- 注：请将样品按照原包装寄回中实国金！**
- 3.3 技术代码分类依据《通用理化性能分析检测能力的技术分类》为 ATP002。
 - 3.4 在本次能力验证计划实施过程中，各实验室应独立完成实验并提交报告。
 - 3.5 本次能力验证计划结果由国家认证认可监督管理委员会公布。

4. 能力验证样品的制备、均匀性检验工作由分包方完成，中实国金对分包工作负责。

联络方式：

北京市海淀区学院南路 76 号北院南门（邮编 100081）

联系人：崔慧琴

电话/传真：(010) 62181165/1163

技术咨询：李钊

电 话：(010) 62183851

Email: lizhao@analysis.org.cn

网 址：<http://www.nil.org.cn>

北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司

2023 年 07 月 13 日

2022 年 11 月 25 日批准

2023 年 01 月 01 日实施

附录 B-2 能力验证试验结果报告表

北京中实国际实验室能力验证研究有限公司
北京中实国际实验室能力验证研究中心

NIL/D B16-05:2022



能力验证试验结果报告表

CNCA-23-06 金属平均晶粒度的测定（截点法）

实验室名称：_____ 实验室代码：CNCA-23-06-

报告日期：_____

测试标准：_____

该项目是否经 CNAS 认可：是， 否； 是否经 CMA 资质认定：是， 否

样品编号	
晶粒度级别数（级）	
制样及腐蚀方法 (可另附页)	
仪器名称和型号	
软件名称和型号	
每个视场图片 (可另附页)	
技术代码	ATP 002
备 注	

注：1、晶粒度级数保留小数点后 2 位；
2、不得涂改。

试验员（正楷签字）：_____

负责人（签字）：_____

公 章：

2022 年 11 月 25 日批准

2023 年 01 月 01 日实施

附录 C 能力验证通知



中国认可
国际互认
能力验证
PROFICIENCY TESTING
CNAS PT0002



北京中实国金国际实验室能力验证研究中心 (北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司)

关于邀请参加 2023 年国家级检验检测机构能力验证计划 “金属平均晶粒度的测定（截点法）”的通知

各有关检验检测机构：

根据《市场监管总局办公厅关于开展 2023 年国家级检验检测机构能力验证工作的通知》（市监检测发〔2023〕27 号，下文简称《通知》），为规范检验检测市场、提升检验检测机构技术能力，根据《检验检测机构资质认定管理办法》、《检验检测机构能力验证管理办法》等有关规定，市场监管总局决定在社会重点关注的部分检验检测领域组织开展 2023 年国家级检验检测机构能力验证工作。

受市场监管总局委托，北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司承担“CNCA-23-06 金属平均晶粒度的测定（截点法）”能力验证计划的组织实施工作，诚邀各机构参加。现将有关事项通知如下：

一、参加对象

1. 已获得认监委颁发的国家级检验检测机构资质认定证书，且金属平均晶粒度测试项目（参数或方法标准）取得资质认定的检验检测机构必须参加。
2. 省级市场监管部门颁发资质认定证书的检验检测机构和其他具备相关检测能力的检验检测机构可以自愿参加。

二、样品、参数及测试方法

1. 能力验证样品为不锈钢试样，测试参数为晶粒度级别数。
2. 参加机构应统一采用 GB/T 6394-2017《金属平均晶粒度测定方法》中截点法进行试验。

三、报名方式

根据《通知》安排，请有关检验检测机构务必于 2023 年 05 月 31 日前，登录中实国金官网（<http://www.nil.org.cn>）进行能力验证网上报名。能力验

证计划编号：CNCA-23-06，报名链接：

http://shop.cupt.org.cn/index.php?act=goods&op=index&goods_id=107068

要求：按照认监委要求，国家级检验检测机构在报名时，名称请按“国家中心名称/法人单位名称”的顺序填写，以确保结果通知单、证书、公示信息中包含机构全称。为核查参加资质，请将资质认定证书及该项目所在证书附表页的扫描件发送至 lizhao@analysis.org.cn。

四、参加费用

1. 已获得认监委颁发的检验检测机构资质认定证书，且金属平均晶粒度测试项目（参数或方法标准）已取得资质认定的检验检测机构可免费参加（须提供证明材料：资质认定证书的扫描件及金属平均晶粒度测试项目（参数或方法标准）所在资质认定证书附表页的扫描件，报名后一并发送至联系邮箱）。

2. 除《通知》规定必须参加的机构外，自愿参加本项目的机构需缴纳该项能力验证成本费 1800 元，请于 2023 年 05 月 31 日之前将费用汇至以下帐号，并将汇款凭证上传至报名网站。

收款单位：[北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司](#)

开户银行：[工商银行北京新街口支行](#)

帐 号：[0200002909003212716](#)

五、结果处理

对未按《通知》要求参加能力验证，以及能力验证结果不合格的国家级检验检测机构，市场监管总局将依据《检验检测机构资质认定管理办法》等相关规定督促其进行整改和验证。

联系方式：

地 址：北京市海淀区高粱桥斜街 13 号 邮 编：100081

联系人：崔慧琴(报名及缴费)

电 话：010-62181165/8330/8871

联系人：李钊（项目咨询）

电 话：010-62183851

邮 箱：lizhao@analysis.org.cn

网 址：<http://www.nil.org.cn>

北京中实国金国际实验室能力验证研究中心
北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司
2023 年 04 月 23 日

