



中华人民共和国国家标准

GB/T 6394—2017
代替 GB/T 6394—2002

金属平均晶粒度测定方法

Determination of estimating the average grain size of metal

2017-02-28 发布

2017-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 符号	2
5 概述与应用	4
6 取样	5
7 试样制备	5
8 测定方法	5
9 非等轴晶试样的晶粒度	13
10 含两相或多相组织试样的晶粒度	16
11 晶粒度报告	16
12 精度与偏差	17
附录 A (规范性附录) 晶粒度形成和显示方法	19
附录 B (规范性附录) 统计技术——晶粒度测定结果的置信区间及相对误差的计算	23
附录 C (资料性附录) 晶粒度测量基础	26

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 6394—2002《金属平均晶粒度测定法》。

本标准与 GB/T 6394—2002 相比,主要技术内容变化如下:

- 增加了晶界、晶界截点的计数、晶粒截线的计数和截线长度的术语及定义(见第 3 章);
- 增加了形成奥氏体晶粒的试样热处理方法、取样部位、试样取向和抛光面积要求及制样等要求(见第 6 章、第 7 章);
- 在比较法中增加了检验参数及视场选择和评级操作细节的要求(见 8.1);
- 增加了渗碳体网显示晶粒可以使用图谱IV 的要求(见 8.1.1.3 表 2);
- 修改了 400 倍和 500 倍评级图对应的晶粒直径和放大倍数的数值,增加了 500 倍和 1 000 倍评级图的换算值(见 8.1.2.3 表 3 和表 4);
- 在面积法中增加了矩形测量网的计算公式,增加了有关视场选择和计数准确性的方法(见 8.2.2);
- 修改了截点法的内容,增加了截点法的各种计算公式(见 8.3.1.8);
- 增加了非等轴晶粒的计算方法,明确了计算过程(见第 9 章);
- 对两相及多相晶粒评定,增加了相的特征和比例的测定报出的要求,增加了截距法(见 10.4.3);
- 增加了面积法和截点法测定的基础数据、非等轴晶粒及多相晶粒的报告内容要求,完善了晶粒度报告(见第 11 章);
- 增加了精度与偏差的要求(见第 12 章);
- 附录 A 由原标准附录 C “铁素体与奥氏体钢奥氏体晶粒度的形成及显示”修改为“晶粒度的形成和显示方法”,在奥氏体晶粒形成方法中淬火温度由 900 ℃均改为 890 ℃,增加了细珠光体(屈氏体)网法,增加了部分晶粒度的浸蚀剂及使用方法,增加了铁素体钢的铁素体晶粒的测定方法(见 A.2);
- 附录 B 由“晶粒度测定结果的置信限及相对误差的计算”修改为“统计技术——晶粒度测定结果的置信限及相对误差的计算”,并修正了计算方法;
- 在附录 C 中增加了晶粒度各种测量方法计算公式及推导过程(见 C.1),增加了常用测量之间的关系、相关数据的计算和换算方法、晶粒度常规测量方法之间的差异(见 C.2),增加了本标准的晶粒度和 ISO 晶粒度的关系以及微观晶粒度级别数和宏观晶粒度级别数的关系(见 C.3)。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本标准起草单位:抚顺特殊钢股份有限公司、冶金工业信息标准研究院、苏州昆仑重型装备制造有限公司、首钢总公司。

本标准主要起草人:程丽杰、栾燕、谷强、鞠新华、余超。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 6394—1986;GB/T 6394—2002。

引　　言

金属材料平均晶粒度的测定常用比较法,也可用截点法和面积法。这些基本测量方法以晶粒几何图形为基础,与金属或合金本身无关,非金属材料的晶粒、晶体或晶胞的平均尺寸的测定可参照使用。如果材料组织形貌接近于某一个标准系列评级图,可用比较法。但是,不能使用比较法中的评级图来测量单个晶粒。

本标准所述的试验方法,只测量晶粒度单峰分布试样的平均晶粒度。对于具有双峰(或更复杂的)分布的试样,晶粒度用本标准和 YB/T 4290《金相检测面上最大晶粒尺寸级别(ALA 晶粒度)测定方法》测量,晶粒分布特征用 GB/T 24177《双重晶粒度表征与测定方法》表征。对于细晶基体出现个别粗大晶粒的试样,可用 YB/T 4290 进行 ALA 晶粒度测定。

金属平均晶粒度测定方法

1 范围

- 1.1 本标准规定了金属组织平均晶粒度的表示及测定方法,包含有比较法、面积法和截点法,适用于单相组织,但经具体规定后也适用于多相或多组元试样中特定类型的晶粒平均尺寸测定。非金属材料如组织形貌与比较评级图中金属组织相似也可参照使用。
- 1.2 本标准利用晶粒的面积、直径或截线长度的单峰分布(近似于对数正态分布)来测定试样的平均晶粒度,不适用于双峰分布的晶粒度。双重晶粒度的评定见 GB/T 24177。分布在细小晶粒基体上个别非常粗大的晶粒的测定方法见 YB/T 4290。
- 1.3 本标准仅适用平面晶粒度的测量,不适用于三维晶粒度,即立体晶粒尺寸的测量。
- 1.4 本标准仅作为推荐性试验方法,不能确定受检材料是否接收或适合使用的范围。

2 规范性引用文件

下列文件对于本标准的应用是必不可少的,凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 4335 低碳钢冷轧薄板铁素体晶粒度测定法
GB/T 13298 金属显微组织检验方法
GB/T 24177 双重晶粒度表征与测定方法
GB/T 30067 金相学术语
YB/T 4290 金相检测面上最大晶粒尺寸级别(ALA 晶粒度)测定方法

3 术语和定义

GB/T 30067 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

晶界 grain boundary

对于多晶材料,从其一个结晶方向至另一个结晶方向过渡的很窄的区域,从而将相邻的晶粒分离。

3.2

晶粒 grain

晶界所包围的整个区域。即是二维面上所观察到的原始晶界范围内的面积,或是三维物体上原始晶界面内所包围的体积。对于有孪晶界面材料,孪晶界面不予考虑。

3.3

晶粒度 grain size

晶粒大小的量度。通常使用长度、面积、体积或晶粒度级别数来表示不同方法评定或测定的晶粒大小,而使用晶粒度级别数表示的晶粒度与测量方法和使用单位无关。

3.4

显微晶粒度级别数 micro-grain size number

G

表 1 (续)

符 号	单 位	名称及说明
\bar{l}_a	mm	两相显微组织中基体 α 相的平均截线长度
\bar{l}_t	mm	非等轴晶粒组织中纵向面上的平均截线长度
\bar{l}_t	mm	非等轴晶粒组织中横向面上的平均截线长度
\bar{l}_p	mm	非等轴晶粒组织中法向面上的平均截线长度
$\bar{l}_{t(0^\circ)}$	mm	纵向面上平行变形方向的平均截距
$\bar{l}_{t(90^\circ)}$	mm	纵向面上垂直于变形方向上的平均截距
$\bar{l}_{t(90^\circ)}$	mm	横向面上垂直变形方向的平均截距
$\bar{l}_{p(90^\circ)}$	mm	法向面上垂直变形方向的平均截距
L	mm	试验线长度
M	—	所用的放大倍数
M_b	—	基准放大倍数即标准评级图所用的放大倍数(100 倍、75 倍或 1 倍)
n	—	测量视场数
N	—	规定放大倍数 M 下, 在已知试验面积 A 上的晶粒截面计数
\bar{N}	—	几个视场计数 N 的平均值
N_L	—	1 倍下单位长度(mm)试验线穿过晶粒的截线数
N_a	—	在两相(组元)的显微组织中, 试验线交截基体 α 晶粒的个数
N_A	—	1 倍下每平方毫米试验面积内的晶粒截面个数
N_1	—	1 倍下 645.16 mm^2 内晶粒个数
N_{100}	—	100 倍下 645.16 mm^2 内晶粒个数
N_{Aa}	—	在两相显微组织中, 1 倍下每平方毫米内的基体 α 晶粒个数
N_{AO}	—	放大倍数 M_b 下的单位面积(mm^2)内晶粒数
N_{At}	—	非等轴晶粒组织中纵向面上的 N_A
N_{At}	—	非等轴晶粒组织中横向面上的 N_A
N_{Ap}	—	非等轴晶粒组织中法向面上的 N_A
N_i	—	在已知长度 L 试验线上的截线计数
$N_{\text{内}}$	—	完全落在试验网格内的晶粒个数
$N_{\text{交}}$	—	被试验网格所交截的晶粒个数
N_L	—	1 倍下单位长度(mm)试验线上晶粒截线数
N_{i0}	—	放大倍数 M_b 下试验线所交截的晶粒数
N_{Lt}	—	非等轴晶粒组织中纵向面上的 N_L
N_{Lx}	—	非等轴晶粒组织中横向面上的 N_L
N_{LP}	—	非等轴晶粒组织中法向面上的 N_L
P_i	—	晶界与试验线的交点数
P_L	—	1 倍下单位长度(mm)试验线与晶界相交的截点数

表 1 (续)

符 号	单 位	名称及说明
P_{LO}	—	放大倍数 M_b 下单位长度(mm)试验线上的截点数
P_{Ll}	—	非等轴晶粒组织中纵向面上的 P_L
P_{Ls}	—	非等轴晶粒组织中横向面上的 P_L
P_{Lp}	—	非等轴晶粒组织中法向面上的 P_L
Q	—	测定显微晶粒度时,对比较评级图使用非标准放大倍数的修正系数
Q_m	—	测定宏观晶粒度时,对比较评级图使用非标准放大倍数的修正系数
S	—	标准偏差
S_V	—	单相组织中晶粒晶界表面积与体积比
$S_{V\alpha}$	—	两相(组元)组织中基体 α 晶界表面积与体积比
t	—	测定置信限用的与测量次数相关的乘积系数
$V_{V\alpha}$	—	两相组织中基体 α 的体积分数
$A_{A\alpha}$	—	两相组织中基体 α 的面积分数
95%CI	—	计数的 95% 置信区间
95%CL	—	晶粒度的 95% 置信区间
%RA	—	相对误差百分数

注 1: 平均值以上述符号上面的加横线表示。

注 2: 使用字母 O 作脚标,代表基准放大倍数 M_b 下检验的晶粒数 N_{AO} 、截线数 N_{iO} 、截点数 P_{LO} 或者截线长度 l_O 。

5 概述与应用

5.1 本标准规定了测定平均晶粒度的基本方法:比较法、面积法和截点法。

5.2 比较法:比较法不需计数晶粒、截点或截矩。与标准系列评级图进行比较,评级图有的是标准挂图、有的是目镜插片。用比较法评估晶粒度时一般存在一定的偏差(±0.5 级)。评级值的重现性与再现性通常为±1 级。当晶粒形貌与标准评级图的形貌完全相似时,评级误差最小。

5.3 面积法:面积法是计数已知面积内晶粒个数,利用单位面积内晶粒数 N_A 来确定晶粒度级别数 G 。该方法的精确度是晶粒计数的函数。通过合理计数可达到±0.25 级的精确度。面积法的测定结果是无偏差的,重现性与再现性小于±0.5 级。面积法精确度关键在于计数时一定要标记出已计数过的晶粒。

5.4 截点法:截点法是计数已知长度的试验线段(或网格)与晶粒截线或者与晶界截点的个数,计算单位长度截线数 N_L 或者截点数 P_L 来确定晶粒度级别数 G 。截点法的精确度是截点或截线计数的函数,通过有效的计数可达到优于±0.25 级的精确度。截点法的测量结果是无偏差的,重现性和再现性小于±0.5 级。对同一精度水平,截点法由于不需要标记就能准确的计数,因而较面积法测量快。

5.5 对于等轴晶组成的试样,使用比较法,评定晶粒度既方便又实用。对于批量生产的检验,其精度已足够了。对于要求较高精度的平均晶粒度的测定,可以使用面积法和截点法。截点法对于拉长的晶粒组成试样更为有效。

5.6 在有争议时,以截点法为仲裁方法。

5.7 低碳钢冷轧薄板铁素体晶粒度的测定按 GB/T 4335 的规定执行。

5.8 不能以标准评级图为依据测定单个晶粒。因为标准评级图的构成考虑到截平面与晶粒三维排列关系,显示出晶粒从最小到最大排列分布所反映出有代表性的正态分布结果。所以不能用评级图来测定单个晶粒。

5.9 测定晶粒度时,应认识到晶粒度的测定并不是一种十分精确的测量。因为金属组织是由不同尺寸和形状的三维晶粒堆积而成。即使这些晶粒的尺寸和形状相同,通过该组织的任一截面(检验面)上分布的晶粒大小,将从最大值到零之间变化。因此,在检验面上不可能有绝对尺寸均匀的晶粒分布,也不能有两个完全相同的检验面。

5.10 显微组织中晶粒尺寸和位置都是随机分布。不带意向的移动视场,放置测量网格,随机测量平均晶粒度才有代表性。在试样某一部分移动视场,集中测量会产生不良的代表性。所谓“代表性”即意味着试样所有的部分对结果都有贡献,而不是带有推测地挑选平均晶粒度的视场。

注:不带有偏见的检验者进行测定时,看着挑选视场,或者排除极端值,这样做,可能不是有意伪造平均值,但对于整体结果,可能得出高精度的错觉。选取有代表性的试样,可在心里将试样划分为几个相等的互相连接的小区域,载物台预先放置在每个小区域大约中心处。连续地将载物台放置到每一个这样的位置,盲目地施加测量网格,即关掉光源、关闭视频或将眼睛移开,放置测量网格。放好位置不允许再触碰。只有按照这种方式选择视场,进行测量才是有效的,检验结果才能不带有偏见,满足精度的要求。

6 取样

6.1 测定晶粒度用的试样应在交货状态材料上切取。取样部位与数量按产品标准或技术条件规定。如果产品标准或技术条件未规定,则在钢材半径或边长 1/2 处截取。推荐试样尺寸为 10 mm × 10 mm。

6.2 切取试样应避开因剪切、加热影响的区域。不能使用有改变晶粒结构的方法切取试样。

7 试样制备

7.1 有加工变形晶粒的试样检验平行于加工方向的检验面(纵截面),必要时还应检验垂直于加工方向的检验面(横截面)。等轴晶粒可以随机选取检验面。

7.2 检验铁素体钢的奥氏体晶粒度,需要对试样进行热处理(见附录 A),具体方法按产品标准或技术条件的规定。如果产品标准或技术条件未规定,渗碳钢采用渗碳法,其他钢可以采用直接淬硬法或者氧化法。检验铁素体晶粒度和奥氏体钢晶粒度,一般试样不需要热处理。

7.3 晶粒度试样不允许重复热处理。

7.4 用于渗碳处理的试样应去除脱碳层和氧化皮。

7.5 试样的磨抛和浸蚀按 GB/T 13298 规定执行。试样的浸蚀应使大部分晶界完全显示出来(见附录 A)。

8 测定方法

8.1 比较法

8.1.1 一般要求

8.1.1.1 比较法是通过与标准评级图对比来评定平均晶粒度。适用于评定具有等轴晶粒的再结晶材料。

8.1.1.2 本标准有下列四个系列标准评级图：

- a) 评级图Ⅰ：无孪晶晶粒(浅腐蚀)100倍；
- b) 评级图Ⅱ：有孪晶晶粒(浅腐蚀)100倍；
- c) 评级图Ⅲ：有孪晶晶粒(深腐蚀)75倍；
- d) 评级图Ⅳ：钢中奥氏体晶粒(渗碳法)100倍。

8.1.1.3 表2给出常用材料推荐使用的标准评级图片。

表2 常用材料推荐使用的标准评级图片

标准评级图	适用范围
图Ⅰ	1) 铁素体钢的奥氏体晶粒即采用氧化法、直接淬硬法、铁素体网法及其他方法显示的奥氏体晶粒； 2) 铁素体钢的铁素体晶粒； 3) 铝、镁和镁合金、锌和锌合金、高强合金
图Ⅱ	1) 奥氏体钢的奥氏体晶粒(带孪晶的)； 2) 不锈钢的奥氏体晶粒(带孪晶的)； 3) 镁和镁合金、镍和镍合金、锌和锌合金、高强合金
图Ⅲ	铜和铜合金
图Ⅳ	1) 渗碳钢的奥氏体晶粒； 2) 渗碳体网显示的晶粒； 3) 奥氏体钢的奥氏体晶粒(无孪晶的)

8.1.1.4 观测者需要正确的判断需要选择所使用的放大倍数、合适的检验面的尺寸(晶粒数)、试样代表性截面的数量与位置和测定特征或平均晶粒度用的视场。不能凭视觉选择出似乎是平均晶粒度的区域评定。推荐按5.10选取视场。

8.1.1.5 晶粒度的评定应在试样截面上随机选取三个或三个以上的代表性视场测量平均晶粒度，以最能代表试样晶粒大小分布的级数报出。

8.1.1.6 若试样中发现晶粒不均匀现象，经全面观察后，如属偶然或个别现象，可不予计算。如较为普遍，则应计算出不同级别晶粒在视场中各占面积百分比。若占优势晶粒所占的面积不少于视场面积的90%，则只记录此一种晶粒的级别数。否则，应用不同级别数来表示该试样的晶粒度，其中第一个级别数代表占优势的晶粒的级别。出现双重晶粒度，按GB/T 24177评定，出现个别粗大晶粒可以按照YB/T 4290评定。

8.1.1.7 使用比较法时，如需复验，可改变放大倍数，以克服初验结果可能带有的主观偏见。

8.1.2 显微晶粒度的评定

8.1.2.1 通常使用与相应标准系列评级图相同的放大倍数，直接进行对比。通过有代表性视场的晶粒组织图像或显微照片与相应表2的系列评级图或标准评级图复制透明软片比较，选取与检测图像最接近的标准评级图级别数或晶粒直径，记录评定结果。介于两个整数级别标准图片之间，以两个图片级别的平均值记录。

8.1.2.2 如将检测的晶粒图像与标准系列评级图投影到同一荧屏上，可提高评级精确度。

8.1.2.3 当待测晶粒度超过标准系列评级图片所包括的范围，或基准放大倍数(75倍或100倍)不能满足需要时，可采用其他的放大倍数，通过表3、表4或按8.1.2.4给出的式(3)进行换算处理。通常，所选用的放大倍数是基准放大倍数的简单整数倍。

8.1.2.4 若采用其他放大倍数M进行比较评定，将放大倍数M的待测晶粒图像与基准放大倍数M_b

表 5 (续)

宏观晶粒度级别数 G_m	每平方毫米内晶粒数 \bar{N}_A 1/mm ² , 1×	晶粒平均截面积 \bar{A} mm ²	平均直径 \bar{d} mm	平均截距 \bar{l} mm	每毫米上截线数 \bar{N}_L 1/mm, 1×	100 mm 上截线数 \bar{N} 1/100 mm, 1×
M-11.5	2.245	0.445	0.667	0.595	1.68	168.2
M-12.0	3.175	0.315	0.561	0.500	2.00	200.0
M-12.3	3.908	0.256	0.506	0.451	2.22	221.9
M-12.5	4.490	0.223	0.472	0.420	2.38	237.8
M-13.0	6.349	0.157	0.397	0.354	2.83	282.8
M-13.3	7.817	0.128	0.358	0.319	3.14	313.8
M-13.5	8.979	0.111	0.334	0.297	3.36	336.4
M-13.8	11.055	0.091	0.301	0.268	3.73	373.2
M-14.0	12.699	0.079	0.281	0.250	4.00	400.0
M-14.3	15.634	0.064	0.253	0.225	4.44	443.8

注：在宏观晶粒度级别数以“M-晶粒度级别数”表示。

8.2 面积法

8.2.1 面积法是通过计数给定面积网格内的晶粒数 N 来测定晶粒度。

8.2.2 将已知面积 A (通常使用 5 000 mm²) 的圆形或矩形测量网格置于晶粒图像上, 选用合适的放大倍数 M , 然后计数完全落在测量网格内的晶粒数 $N_{\text{内}}$ 和被网格所切割的晶粒数 $N_{\text{交}}$, 该面积内的晶粒数 N 按式(5)或式(6)计算:

a) 对于圆形测量网格:

$$N = N_{\text{内}} + \frac{1}{2}N_{\text{交}} \quad \dots \dots \dots \quad (5)$$

b) 对于矩形测量网格, $N_{\text{交}}$ 不包括四个角的晶粒:

$$N = N_{\text{内}} + \frac{1}{2}N_{\text{交}} + 1 \quad \dots \dots \dots \quad (6)$$

8.2.3 为了取得的晶粒个数的精确计数, 应想法将已计数的晶粒区分开, 例如用笔勾划。在试验圆内的晶粒个数 N 不应超过 100 个, 采用的放大倍数以使试验圆内产生约有 50 个晶粒的计数是每一个视场精确计数的最佳选择。由于精确的计数需要区分晶粒, 所以面积法比截点法(见 8.3)略逊色一些。

8.2.4 如果试验圆内的晶粒数 N 降至 50 以下, 那么使用面积法评估出的晶粒度会有偏差, 有较大的分散性。偏差程度随 N 从 50 开始减小而增大。为了避免这个问题, 选择合适的放大倍数, 使 N 大于或等于 50, 或者使用矩形和正方形试验图形, 采用式(6)的计算晶粒数 N 。如果采用的倍数使 N 大于 100 时, 计数变得冗长, 增加计数误差, 结果会不准确。随机选择多个视场, 晶粒总数至少为 700 时, 测定晶粒度的相对准确度可达到 10%。

8.2.5 通过测量网格内晶粒数 N 和观察用的放大倍数 M , 可按式(7)计算出实际试样检测面上(1 倍)的每平方毫米内晶粒数 N_A :

$$N_A = \frac{M^2 \cdot N}{A} \quad \dots \dots \dots \quad (7)$$

8.2.6 晶粒度级别数 G 按式(8)或式(9)计算:

8.3.1.6 对于每个视场的计数,按式(10)和式(11)计算单位长度上的截线数 N_L 或截点数 P_L :

$$N_L = \frac{N_i}{L/M} = \frac{M \cdot N_i}{L} \quad \dots \dots \dots \dots (10)$$

$$P_L = \frac{P_i}{L/M} = \frac{M \cdot P_i}{L} \quad \dots \dots \dots \dots (11)$$

8.3.1.7 对每个视场按式(12)计算平均截距长度值 \bar{l} :

$$\bar{l} = \frac{1}{N_L} = \frac{1}{P_L} \quad \dots \dots \dots \dots (12)$$

8.3.1.8 用 N_L 、 P_L 或 \bar{l} 的 n 个测定值的平均数值按式(13)~式(15)来确定平均晶粒度 G ,有关数据见表 6 或见图 2。

$$G = 6.643\,856 \lg N_L - 3.288 \quad \dots \dots \dots \dots (13)$$

$$G = 6.643\,856 \lg P_L - 3.288 \quad \dots \dots \dots \dots (14)$$

$$G = -6.643\,856 \lg \bar{l} - 3.288 \quad \dots \dots \dots \dots (15)$$

表 6 均匀、各向同性的等轴晶粒显微晶粒度关系

显微晶 粒度级 别数 G	单位面积内晶粒数 \bar{N}_A	晶粒平均截面积 \bar{A}		平均直径 \bar{d}		平均截距 \bar{l}		每毫米上截线数 \bar{N}_L
	1/mm ² , 1×	mm ²	μm ²	mm	μm	mm	μm	1/mm, 1×
00	3.88	0.258 1	258 064	0.508 0	508.0	0.452 5	452.5	2.21
0	7.75	0.129 0	129 032	0.359 2	359.2	0.320 0	320.0	3.12
0.5	10.96	0.091 2	91 239	0.302 1	302.1	0.269 1	269.1	3.72
1.0	15.50	0.064 5	64 516	0.254 0	254.0	0.226 3	226.3	4.42
1.5	21.92	0.045 6	45 620	0.213 6	213.6	0.190 3	190.3	5.26
2.0	31.00	0.032 3	32 258	0.179 6	179.6	0.160 0	160.0	6.25
2.5	43.84	0.022 8	22 810	0.151 0	151.0	0.134 5	134.5	7.43
3.0	62.00	0.016 1	16 129	0.127 0	127.0	0.113 1	113.1	8.84
3.5	87.68	0.011 4	11 405	0.106 8	106.8	0.095 1	95.1	10.51
4.0	124.00	0.008 06	8 065	0.089 8	89.8	0.080 0	80.0	12.50
4.5	175.36	0.005 70	5 703	0.075 5	75.5	0.067 3	67.3	14.87
5.0	248.00	0.004 03	4 032	0.063 5	63.5	0.056 6	56.6	17.68
5.5	350.73	0.002 85	2 851	0.053 4	53.4	0.047 6	47.6	21.02
6.0	496.00	0.002 02	2 016	0.044 9	44.9	0.040 0	40.0	25.00
6.5	701.45	0.001 43	1 426	0.037 8	37.8	0.033 6	33.6	29.73
7.0	992.00	0.001 01	1 008	0.031 8	31.8	0.028 3	28.3	35.36
7.5	1 402.9	0.000 71	713	0.026 7	26.7	0.023 8	23.8	42.04
8.0	1 984.0	0.000 50	504	0.022 5	22.5	0.020 0	20.0	50.00
8.5	2 805.8	0.000 36	356	0.018 9	18.9	0.016 8	16.8	59.46
9.0	3 968.0	0.000 25	252	0.015 9	15.9	0.014 1	14.1	70.71

表 6 (续)

显微晶粒度级别数 G	单位面积内晶粒数 \bar{N}_A	晶粒平均截面积 \bar{A}		平均直径 \bar{d}		平均截距 \bar{l}		每毫米上截线数 \bar{N}_L
		1/mm ² , 1×	mm ²	μm^2	mm	μm	mm	
9.5	5 611.6	0.000 18	178	0.013 3	13.3	0.011 9	11.9	84.09
10.0	7 936.0	0.000 13	126	0.011 2	11.2	0.010 0	10.0	100.0
10.5	11 223.2	0.000 089	89.1	0.009 4	9.4	0.008 4	8.4	118.9
11.0	15 872.0	0.000 063	63.0	0.007 9	7.9	0.007 1	7.1	141.4
11.5	22 446.4	0.000 045	44.6	0.006 7	6.7	0.006 0	5.9	168.2
12.0	31 744.1	0.000 032	31.5	0.005 6	5.6	0.005 0	5.0	200.0
12.5	44 892.9	0.000 022	22.3	0.004 7	4.7	0.004 2	4.2	237.8
13.0	63 488.1	0.000 016	15.8	0.004 0	4.0	0.003 5	3.5	282.8
13.5	89 785.8	0.000 011	11.1	0.003 3	3.3	0.003 0	3.0	336.4
14.0	126 976.3	0.000 008	7.9	0.002 8	2.8	0.002 5	2.5	400.0

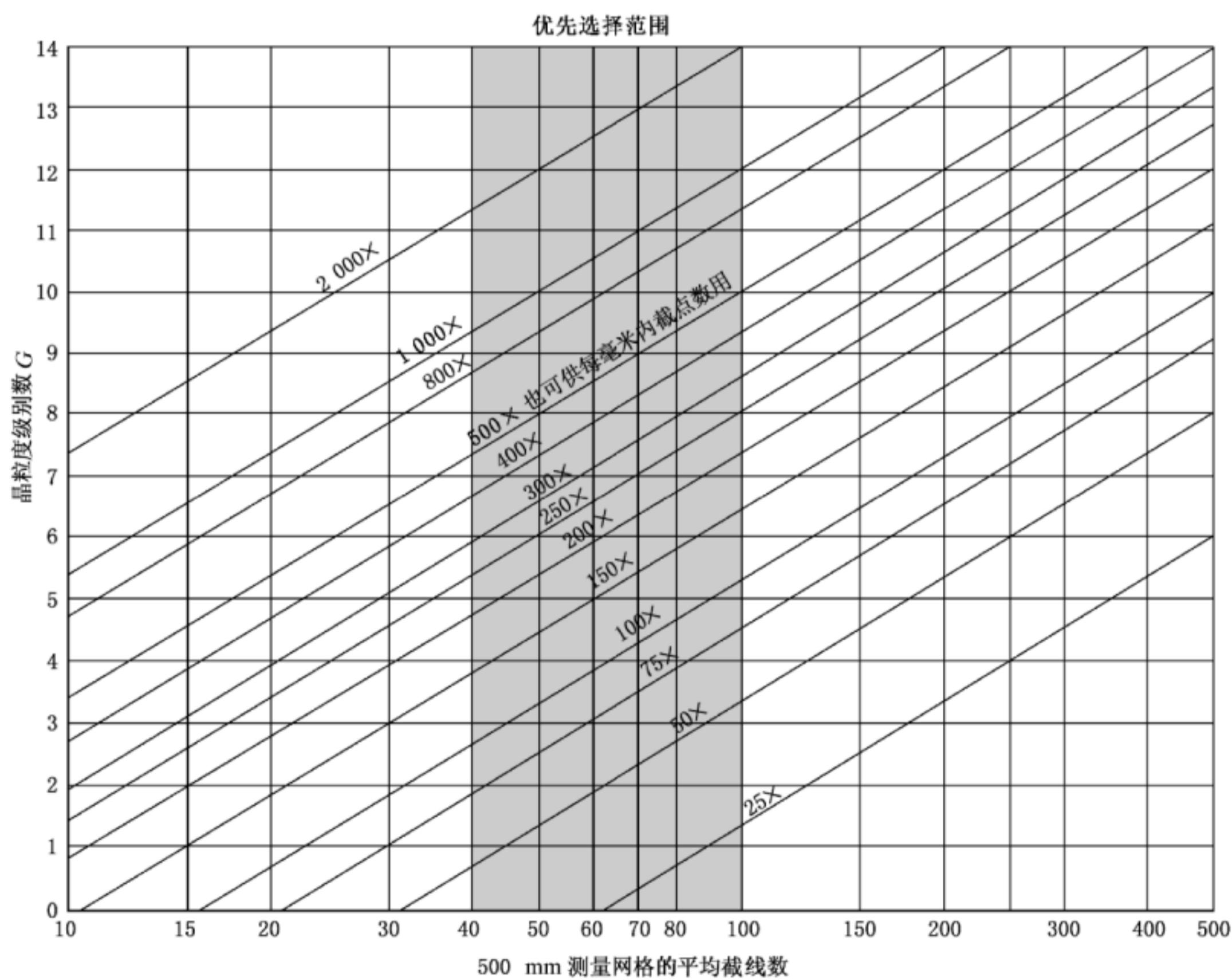


图 2 500 mm 测量网格的截线计数与显微晶粒度级别的关系

8.3.2 直线截点法

8.3.2.1 在晶粒图像上,采用一条或数条直线组成测量网格,选择适当的测量网格长度和放大倍数,以保证最少能截获约 50 个截点。根据测量网格的所截获的截点数来确定晶粒度。

8.3.2.2 计算截点时,测量线段终点不是截点不予计算。终点正好接触到晶界时,计为 0.5 个截点。测量线段与晶界相切时,计为 1 个截点。明显地与三个晶粒汇合点重合时,计为 1.5 个截点。在不规则晶粒形状下,测量线在同一晶粒边界不同部位产生的两个截点后有伸入形成新的截点,计算截点时,应包括新的截点。

8.3.2.3 为了获得合理的平均值,应任意选择 3 个~5 个视场进行测量。如果这一平均值的精度不能满足要求时,应增加足够的附加视场。视场的选择应尽可能大的分布在试样的检测面上。

8.3.2.4 对于明显的非等轴晶组织,如经中度加工过的材料,通过对试样三个主轴方向的平行线束来分别测量尺寸,以获得更多数据。通常使用纵向和横向,必要时也可使用法向。图 1 中任一条 100 mm 线段,可平行位移在同一图像中标记“+”处五次来使用。

8.3.3 单圆截点法

8.3.3.1 对于试样上不同位置晶粒度有明显差别的材料,应采用单圆截点法,在此情况下需要进行大量视场的测量。

8.3.3.2 使用的测量网格的圆可为任一周长,通常使用 100 mm、200 mm 和 250 mm,也可使用图 1 中所标识圆。

8.3.3.3 选择适当的放大倍数,以满足每个圆周产生 35 个左右截点。测量网格通过三个晶粒汇合点时,计为 2 个截点。

8.3.3.4 将所需要的几个圆周任意分布在尽可能大的检验面上,视场数增加直至获得足够的计算精度。

8.3.4 三圆截点法

8.3.4.1 试验表明,每个试样截点计数达 500 时,可获得可靠的精确度。对测量数据进行 χ^2 检验,结果表明截点计数服从正态分布,从而允许对测量值按正态分布的统计方法处理。对每次晶粒度测定结果可计算出结果的偏差及置信区间(见附录 B)。

8.3.4.2 测量网格由三个同心等距,总周长为 500 mm 的圆组成,见图 1。将此网格用于测量任意选择的五个不同视场上,分别记录每次的截点数。然后计算出计数相对误差百分数、平均晶粒度和置信区间。一般相对误差百分数为 10% 可更小是可以接受的精度等级,如相对误差百分数不能满足要求,需增加视场数,直至相对误差百分数满足要求为止。

8.3.4.3 选择适当的放大倍数,使三个圆的试验网格在每一视场上产生 40~100 截点计数,目的是通过选择 5 个视场后可获得 400~500 总截点计数,以满足合理的误差。图 2 给出 500 mm 测量网格在不同放大倍数下,截点计数与晶粒度级别数 G 的关系。图中阴影区域为最佳测量范围。

8.3.4.4 通过三个晶粒汇合点时,截点计数为 2 个。

9 非等轴晶试样的晶粒度

9.1 一般要求

9.1.1 如晶粒形状因加工而发生变化,不再是等轴形状时,对于矩形棒材、板材及薄板材料晶粒度应在纵向(*l*)、横向(*t*)和法向(*p*)截面上进行测量;对于圆棒材晶粒度可在纵向和横向截面上测量。

9.1.2 如果等轴偏差不太大(小于 3:1 形状比),可在试样的纵向截面上使用圆形测量网格进行测量。

推荐使用 GB/T 4335 测量。

9.1.3 如果使用直线取向测量网格进行测定, 可使用三个主要截面的任意两个面上进行三个取向的测量。

9.1.4 面积法或者截点法计算的数据, 按附录 B 的方法, 对每一个面或每一个主试验方位上的数据进行统计分析。

9.2 面积法

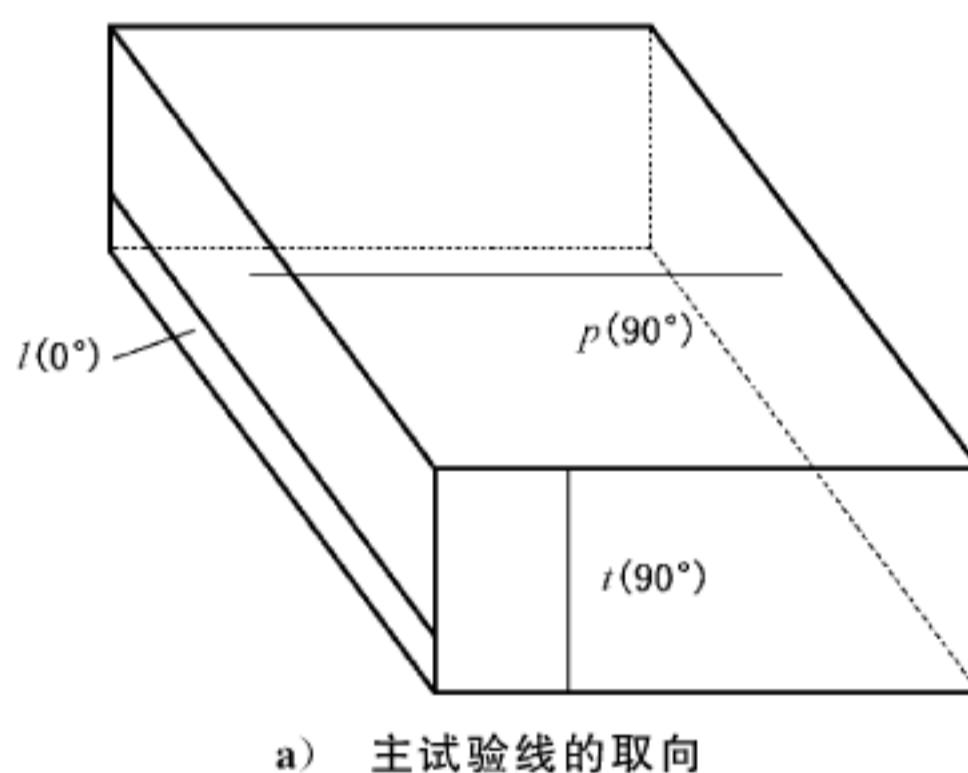
当晶粒形状不是等轴而是被拉长时,要在纵向、横向和法向三个主截面上进行晶粒计数。分别在纵向、横向和法向截面上测定实际试样面上(1 倍)每平方毫米内晶粒数 \bar{N}_{Al} 、 \bar{N}_{At} 和 \bar{N}_{Ap} , 按式(16)计算出每平方毫米内平均晶粒数 \bar{N}_A , 然后按式(8)计算晶粒度级别数 G 。

$$\bar{N}_A = (\bar{N}_{Al} \cdot \bar{N}_{At} \cdot \bar{N}_{Ap})^{1/3} \quad \dots \dots \dots \dots \dots \dots \quad (16)$$

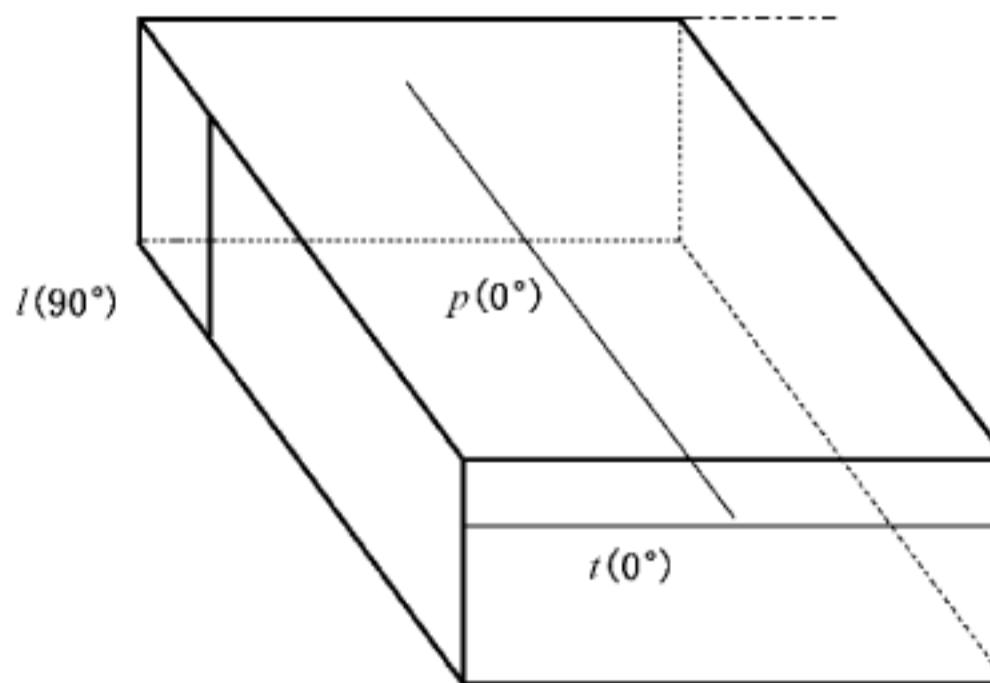
9.3 截点法

9.3.1 要测量非等轴晶组织的晶粒度,可随机在三个主试验面上使用圆形测量网格测量,或使用直线段在两个或三个主试验面的 3 个或 6 个主要方向上(见图 3)进行截点或者截线计数。

9.3.2 晶粒度可由单位长度上晶粒边界的截点平均数 \bar{P}_L 或单位长度上晶粒的截线平均数 \bar{N}_L 的测量来确定。对于单相晶粒结构,这两种方法结果是一样的。 \bar{P}_L 及 \bar{N}_L 既可以用试验圆在每一个主平面上,也可以用有取向的试验线在图 3 所示的 3 个或 6 个主试验方向上测量。

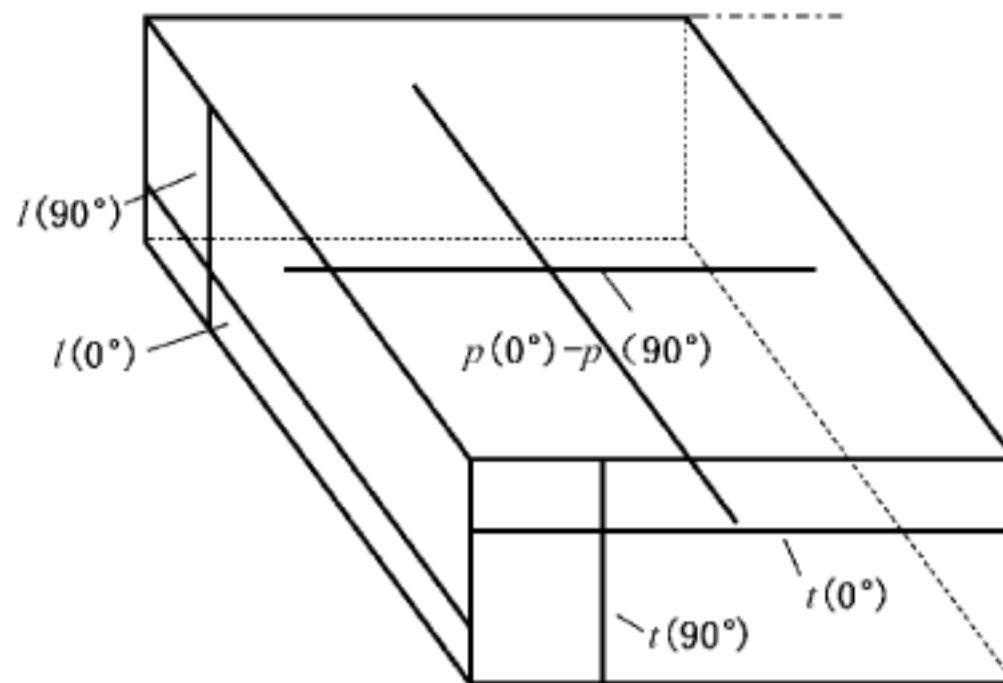


a) 主试验线的取向



b) 正交主试验线的取向

图 3 晶粒测量六个可能取向的试验线的示意图



c) 所有六个试验线的取向

说明：

l —— 纵向面；

t —— 横向面；

p —— 法向面。

注 1：具有非等轴晶结构的矩形棒、板、带和薄板的试样测量。

注 2：评定非等轴晶组织试样的晶粒度，使用字母 *l*、*t* 和 *p* 作脚标，分别代表矩形棒材、板材、薄板和带材试样的三个主取向面，即是纵向面(*l*)，横向面(*t*)及法向面(*p*)。三个平面相互垂直。每一个平面上都有两个相互垂直的主要方向，使用 0° 和 90° 作脚标标出，即是纵向面(*l*)，横向面(*t*)及法向面(*p*)上的两个试验方向。

图 3 (续)

9.3.3 在三个主平面随机测定的 \bar{P}_L 及 \bar{N}_L 值按式(17)或(18)计算平均值 \bar{P}_L 及 \bar{N}_L ：

$$\bar{P}_L = (\bar{P}_{Ll} \cdot \bar{P}_{Lt} \cdot \bar{P}_{Lp})^{1/3} \quad (17)$$

或

$$\bar{N}_L = (\bar{N}_{Ll} \cdot \bar{N}_{Lt} \cdot \bar{N}_{Lp})^{1/3} \quad (18)$$

或者使用式(12)从每一个主平面上从 \bar{P}_L 及 \bar{N}_L 值计算出三个主平面各个的 \bar{l}_l 、 \bar{l}_t 和 \bar{l}_p ，然后，按式(19)再计算出 \bar{l} 的总平均值：

$$\bar{l} = (\bar{l}_l \cdot \bar{l}_t \cdot \bar{l}_p)^{1/3} \quad (19)$$

9.3.4 如果在主平面的主方位上使用直线的试验线，只需要在两个主平面上完成三个主方位的取向计数并获得晶粒度的测定。

9.3.5 测定纵向面上与变形轴平行(0°)和垂直(90°)的 \bar{l} 可得到晶粒形状的附加信息。晶粒的延长率或各向异性指数 AI，可按式(20)确定：

$$AI = \bar{l}_{l(0^\circ)} / \bar{l}_{l(90^\circ)} \quad (20)$$

9.3.6 三维平均晶粒度及形状可由三个主平面上有取向的平均截线值来确定。即：

$$\bar{l}_{l(0^\circ)} : \bar{l}_{l(90^\circ)} : \bar{l}_{p(90^\circ)}$$

9.3.7 对于在三个主试验方向测量的 \bar{l} 平均值，可先计算各取向的 \bar{N}_L 及 \bar{P}_L 值，如式(21)所示，然后从 \bar{P}_L 值按式(12)计算出 \bar{l} ；同样，对于 \bar{N}_L 进行相同方式的计算。

$$\bar{P}_L = [\bar{P}_{Ll(0^\circ)} \cdot \bar{P}_{Ll(90^\circ)} \cdot \bar{P}_{Lp(90^\circ)}]^{1/3} \quad (21)$$

或者通过计算三个主方向上各个取向的 \bar{l} 值，按式(22)计算平均值 \bar{l} ：

$$\bar{l} = [\bar{l}_{l(0^\circ)} \cdot \bar{l}_{l(90^\circ)} \cdot \bar{l}_{p(90^\circ)}]^{1/3} \quad (22)$$

9.3.8 利用表 6 或式(13)、式(14)、式(15)从所得 \bar{N} 、 \bar{P} 或者 \bar{l} 的平均值确定平均晶粒度。

或者晶界截点数 P_L 来表示。这些数值使用往往不方便,因此,通常以晶粒平均直径 \bar{d} 、平均截距 \bar{l} 、晶粒平均截面积 \bar{A} 及晶粒度级别数 G 等量来表示。

11.1.2 因为晶粒度的各种数值表示都是由初测量值 N_A 和 P_L 通过对数或倒数关系而算出的。所以,要表示一组试样的晶粒度,不能简单地将各个晶粒度计算值进行平均。否则所得到的平均值将是试样中实际不存在的晶粒度,并且也不能进行各种晶粒度计算值的相互转换。如取样数量少,可取该组数值的中位数表示试样的晶粒度。如取样数量多,其测量值服从正态分布,可先求出 N_A 、 N_L 和 P_L 平均值后,再计算出相对误差、平均晶粒度级别及晶粒度的置信限。

11.1.3 对于比较法,只报出晶粒度级别数 G 。

11.1.4 对于截点法和面积法,列出被测量视场的数量、放大倍数及视场面积、计数晶粒的数目或计数截线及截点数目,报告出平均测量值、标准偏差、95%置信区间、相对误差和晶粒度级别数。

11.1.5 对非等轴晶组织,列出评定方法、检验面、检测取向(如有测量)、每一个检测面或取向上估算的晶粒度、测量面总平均值,计算或者评估的晶粒度级别数。

11.1.6 对于两相组织,列出评定方法、基体相的面积百分数(如有要求)、基体相的晶粒度测量(标准偏差、95%置信限与百分数相对误差),算出或评定的晶粒度级别数。

11.1.7 对于双重晶粒度时,按 GB/T 24177 报告两类有代表性的晶粒度级别,对于 ALA 晶粒度,按 YB/T 4290 评定。

11.2 报告内容

11.2.1 铁素体钢及奥氏体钢的晶粒度,试验报告应包括:

- a) 标准号;
- b) 钢的牌号和炉号;
- c) 产品规格和尺寸;
- d) 试样的热处理方法(铁素体钢原奥氏体晶粒的形成方法);
- e) 晶粒度显示方法;
- f) 晶粒度评定方法;
- g) 晶粒度的数值(见 11.1.3~11.1.7 规定报告相关内容);
- h) 试验报告编号和日期;
- i) 检验者姓名。

11.2.2 铜和铜合金的晶粒度,试验报告宜包括:

- a) 晶粒度显示方法;
- b) 晶粒度以毫米为单位按平均直径报出。

注: 平均直径是指检验面上所显示的晶粒平均“直径”。

11.2.3 其他金属及其合金的晶粒度显示方法及晶粒度数值按相关的技术条件或供需双方协议要求报告。

12 精度与偏差

12.1 晶粒度测量精度及偏差取决于试样的代表性及选择测量的抛光面。如果晶粒度在产品内有变化,试样及视场的选择应充分抽取到这种变化。

12.2 产品晶粒度测量的相对精度随着从产品中取样数量的增加而提高。每个试样晶粒度测量的相对精度随着抽取的视场数、晶粒数或截线及截点计数的增加而提高。

12.3 如果试样制备不适当将会产生测量偏差。为了获得最佳的测量精度和避免偏差,应显示出真实的组织和完整地描绘出晶粒边界。未被显示出的晶粒边界的数量增大,偏差也增大,同时精度、重现率

与再现率会变差。

12.4 使用错误放大来观测晶粒组织也会产生偏差。

12.5 如果晶粒组织的形状不是等轴,例如,晶粒形状因变形而被拉长或压平,仅在一个面上,特别在与变形方向垂直的面上,测量晶粒度将会偏离试验结果。使用平行于变形方向的检验面极易察觉晶形状的变形。变形晶粒的尺寸应按 9 由两个或三个主平面所得的平均测量值为基准。

12.6 使用比较法时,为了获得最佳的精度,应选取用和晶粒的特征及腐蚀一致的评级系列图谱,例如,考虑孪晶或非孪晶、渗碳与缓冷、浅腐蚀或晶粒反差腐蚀等因素。

12.7 晶粒度测量的相对误差随晶粒或截线的计数增多而改善。在具有相同的计数时,截点法测量晶粒度的相对精度比面积法好。对于截点法,用 400 个截线或截点计数可获得 10% RA(或更小);对于面积法,要用 700 个晶粒计数,才能得到 10% RA(或更小)。测量重复性与再现性随晶粒或截线截点计数的增多而改善,相同的计数截点法优于面积法。

12.8 为了获得准确的计数,面积法要求在计数时将晶粒划分标记,截点法无需对晶粒标记。因此,截点法的使用更简便快捷。试验表明,在相同计数条件下,截点法能提供更好的统计精度。

附录 A
(规范性附录)
晶粒度形成和显示方法

A.1 铁素体钢的奥氏体晶粒度

A.1.1 铁素体钢原奥氏体晶粒形成

A.1.1.1 范围

测定晶粒度时,有时需要显示晶粒某些先前特征(如在冷状态下检验高温状态的奥氏体晶粒),需要对材料试样相应的处理或工艺操作,以显示出原奥氏体化过程中材料中已存在的奥氏体晶界。本附录供推荐使用。

A.1.1.2 形成方法

除非另有规定,原奥氏体晶粒度应由下述方法之一种来形成。下述方法中的碳含量指标仅作为建议。用于形成原奥氏体晶粒度有许多种方法,了解晶粒生长与粗化的有关知识对决定选用哪一种方法有帮助。任何一种钢,原奥氏体晶粒的大小主要决定于钢加热温度和在该温度下的保温时间。应注意加热气氛可能影响试样外层的晶粒的生长。原奥氏体晶粒度也会受到钢原先处理的影响,如奥氏体化温度、淬火、正火、热加工及冷加工等。因此,在测定原奥氏体晶粒度时,应考虑原始及随后的处理对试样的影响作用。

A.1.1.2.1 相关法 correlation procedure

对于碳钢及合金钢,试验条件应与材料实际使用时为改善性能所用的热处理制度相关。经双方同意,常规工艺为试样加热温度不超过正常热处理温度 30 °C,但最高不超过 930 °C,保温时间为 1 h~1.5 h。冷却速度按热处理的方法而定,按表 2 进行显微检验。

A.1.1.2.2 渗碳法 carburizing procedure

适用于碳含量(质量分数)不大于 0.25% 的碳钢及合金钢,尤其是渗碳钢采用渗碳法显示奥氏体晶粒度。对于碳含量较高的钢不使用渗碳法。除非另有规定,渗碳试样热处理在 930 °C ± 10 °C 保温 6 h 应保证获得 1 mm 以上的渗碳层,渗碳剂应保证在规定的时间内产生过共析层。试样以缓慢的速度炉冷至下临界温度以下,足以在渗碳层的过共析区的奥氏体晶界上析出渗碳体网,试样冷却后切取新切面,经磨制和腐蚀,显示出过共析区原奥氏体晶粒形貌。依照表 2 进行显微检验。

A.1.1.2.3 模拟渗碳法 mock carburizing procedure

按 A.1.1.2.2 进行热处理,但不使用渗碳气氛,并且试样应从模拟的渗碳温度以足够快速度冷却成马氏体,而不是渗碳后缓慢冷却。切取试样面(注意研磨面要求避免火切)、经磨制抛光、用试剂(例如饱和苦味酸水溶液)浸蚀以显示出原奥氏体晶粒边界。由于某些钢使用渗碳法产生渗碳层较薄,有时选用模拟渗碳法。使用模拟渗碳法的试样,横截面上所有的晶粒都能检验到。由于模拟渗碳法试样有较大的表面供检验,类似带状晶粒度、双重晶粒度(见 GB/T 24177)及 ALA 晶粒(见 YB/T 4290)等问题很容易检测出来。

A.1.1.2.4 铁素体网法 ferrite outlining procedure

含碳量 $0.20\% \sim 0.60\%$ 的碳钢及合金钢,除非另有规定,碳含量(质量分数) $\leq 0.35\%$ 的试样在 $890\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热;碳含量(质量分数) $> 0.35\%$ 的试样在 $860\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热,保温最少 30 min,然后空冷、炉冷或等温淬火。冷却后,切取试样面、经磨制抛光及适当的浸蚀后显示出在晶界上析出的铁素体所刻画的奥氏体晶粒度。按表 2 进行显微检验。

注:为了使铁素体以细而连续网析出于奥氏体晶界,以清晰地显示出原奥氏体晶粒,针对不同钢种需调整冷却方法。

- a) 低碳钢(碳含量大约 0.20%)建议试样加热到 $890\text{ }^{\circ}\text{C}$,保温 30 min 移到 $730\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 790\text{ }^{\circ}\text{C}$ 炉内,保温 3 min \sim 5 min,随即水冷;
- b) 中碳钢(碳含量大约 0.50%),适合炉冷;
- c) 含碳量更高的碳钢和碳含量超过 0.40% 的合金钢,建议试样加热到 $860\text{ }^{\circ}\text{C}$,保温 30 min,将温度降低到 $730\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保温 10 min,接着水冷或油冷。

A.1.1.2.5 氧化法 oxidation procedure

适用于含碳量 $0.25\% \sim 0.60\%$ 的碳钢及合金钢。将试样的一个面抛光(推荐使用约 400 粒度或 $15\text{ }\mu\text{m}$ 研磨剂)。将试样抛光面向上放置炉中,除非另有规定,碳含量(质量分数)不大于 0.35% ,试样在 $890\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热;碳含量(质量分数)大于 0.35% ,试样在 $860\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热,保温 1 h,冷水或盐水中淬火。抛光淬火后的试样显示出氧化表面上的奥氏体晶粒度。

A.1.1.2.6 直接淬硬法 direct hardening procedure

适用于含碳量通常在 1.00% 以下的碳钢及合金钢。除非另有规定,碳含量(质量分数)不大于 0.35% ,试样在 $890\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热;碳含量(质量分数)大于 0.35% ,试样在 $860\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热,保温 1 h 后以完全硬化的冷却速度淬火。

冷却后,切取试样面,经磨制抛光,浸蚀显示出马氏体组织。浸蚀前可在加热 $230\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$,保温 15 min 回火,以改善对比度。

A.1.1.2.7 渗碳体网法 cementite outlining procedure

适用于含碳量超过 1.00% 以上的碳钢及合金钢。通常使用直径或边长约 25.4 mm 试样做试验。除非另有规定,试样在 $820\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热,保温 30 min,然后以足够慢的冷却速度随炉冷却到下临界温度以下,使碳化物从奥氏体晶粒边界析出。冷却后,切取试样面,经磨制抛光及适当的浸蚀后显示出在晶界上析出的碳化物所勾画的原奥氏体晶粒度。

A.1.1.2.8 细珠光体(屈氏体)网法 fine pearlite outlining procedure

适用于共析钢某些略低于或略高于共析成分的钢。有下列两种方法:

- a) 淬硬一个大小适中的试棒,试样外层完全淬硬而心部不完全淬硬;
- b) 采用梯度淬火,将加热具有一定长度的试样,一端部分浸入水而完全淬硬,剩余没有浸入水露出的部分不淬硬。

上述方法都会存在着一个不完全淬硬的小区域。在该区域内原奥氏体晶粒由少量细小珠光体(屈氏体)围绕着的马氏体晶粒组成,以此显示出原奥氏体晶粒度。

A.1.2 原奥氏体晶粒边界的显示方法

A.1.2.1 概述

下述的显示方法及浸蚀剂(或其他未列入的浸蚀剂)应根据试样的具体情况,不论使用哪一种,都以

能达到清晰显示原奥氏体晶粒度为目的。

A.1.2.1.1 渗碳体网显示晶粒

在渗碳法的过共析区或从奥氏体状态下冷却的过共析钢,利用在晶粒边界析出的渗碳体显示原奥氏体晶粒度。因此,使用适当浸蚀剂,如硝酸酒精、苦味酸溶液或碱性苦味酸钠,浸蚀试样后评定晶粒度。热的碱性苦味酸钠渗碳体晶界颜色比珠光体中渗碳体更亮,可以提供最清晰、对比度最高的原奥氏体晶粒边界的图像。常用的浸蚀剂有:

- a) 3%~4% 硝酸乙醇溶液;
- b) 5% 苦味酸溶液;
- c) 沸腾的碱性苦味酸钠水溶液(2 g 苦味酸、25 g 氢氧化钠、100 mL 水)。

A.1.2.1.2 铁素体网显示晶粒

在渗碳试样的亚共析区,通过晶粒边界析出的铁素体显示奥氏体晶粒度。中碳钢[碳含量(质量分数)大约 0.50%],当缓慢从奥氏体冷却,铁素体网显示原奥氏体晶粒。低碳钢缓慢冷却到某一中间温度,只让有小量铁素体析出,接着在水淬冷;铁素体沿奥氏体晶界成网状析出,由细网的铁素体勾画出低碳马氏体晶粒形貌,显示出原奥氏体晶粒度。一般使用硝酸酒精,浸蚀试样以显示铁素体网状,评定晶粒度。常用的浸蚀剂有:

- a) 3%~4% 硝酸乙醇溶液;
- b) 5% 苦味酸乙醇溶液。

A.1.2.1.3 晶界氧化显示晶粒

钢在氧化气氛下加热,氧化优先沿晶粒边界发生。因此,常用的方法是将试样抛磨出一个金相抛光面,在空气中按规定的温度加热到所需的时间,然后,再轻磨制抛光去掉氧化铁皮,使原奥氏体晶粒边界因氧化物的存在而显示。为了显示清晰,可用 15% 盐酸乙醇溶液进行浸蚀。根据氧化情况,试样适当倾斜 10°~15° 进行研磨和抛光,尽可能完整显示出氧化层的奥氏体晶粒。

A.1.2.1.4 细珠光体(屈氏体)显示马氏体晶粒

一种特别适用于共析钢的方法,对共析钢用其他方法不易识别晶粒。在完全淬硬和未淬硬的过渡区,存在着一个不完全淬硬的小区域。在该区域内原奥氏体晶粒由少量细小珠光体(屈氏体)围绕着的马氏体晶粒组成,以此显示出原奥氏体晶粒度。这个方法也可适用于某些略低于或略高于共析成分的钢。常用的浸蚀液有:

- a) 3%~4% 硝酸乙醇溶液;
- b) 5% 苦味酸乙醇溶液。

A.1.2.1.5 马氏体晶粒的浸蚀

有两种方法:

- a) 在完全淬硬为马氏体的钢中使用增强马氏体晶粒之间差异对比的浸蚀剂可以显示出原奥氏体的晶粒度。浸蚀前经 230 °C 下 15 min 回火,会改善对比度。推荐的试剂:1 g 苦味酸,5 mL 的 HCl(比重 1.19) 和 95 mL 乙醇;
- b) 使用优先显示原奥氏体晶粒边界的浸蚀剂。效果较好的是含有缓蚀剂的饱和苦味酸水溶液。推荐浸蚀剂:含有十三烷基苯磺酸(十二烷基类也可)润湿剂的饱和苦味酸水溶液。

试样应当是淬火状态或经不高于 537 °C 回火。浸蚀的效果取决于钢中磷的存在(要求 P 质量分数 ≥0.005%)。通过 450 °C~480 °C,8 h 以上的回火,使钢中的磷趋向晶粒边界会增加效果。对于加入

特殊合金的钢,必要时,在浸蚀剂(每 100 mL 浸蚀剂)加入几滴盐酸。通常浸蚀最少 5 min。浸蚀剂着重腐蚀硫化物夹杂。将试样在不转动的磨盘上轻轻再抛磨一下,去除一些不重要的背景细节,更易显出晶粒边界。根据钢中碳含量和磷含量、回火温度、饱和苦味酸是在室温下使用还是在 80 °C~100 °C 温度下使用,并通过擦拭与浸没,将所需的酸浸时间可以控制在 1 min~15 min 之间,以真实地显示出初始奥氏体晶界。常用的浸蚀液有:

- a) 1 g 苦味酸,5 mL 的 HCl(比重 1.19)和 95 mL 乙醇;
- b) 2 g 苦味酸、1 g 十三苯亚磺酸钠(或其他适量的缓蚀剂)、100 mL H₂O。

A.2 铁素体钢的铁素体晶粒度

A.2.1 铁素体和珠光体两相组织的晶粒度,称为铁素体晶粒度。铁素体晶粒度按 10 规定分别评定铁素体和珠光体的晶粒度。珠光体的晶界是珠光体团的界面。由大致平行的珠光体片层组成一个珠光体团,为一个珠光体晶粒。如果存在与铁素体晶粒同一尺寸的珠光体团。那么可将此珠光体团当作铁素体晶粒来计算,不必分别报出。

注:珠光体团有时称为珠光体岛。

A.2.2 常用浸蚀剂有:

- a) 4% 硝酸酒精溶液;
- b) MarSholl 试剂:1 份 8 g 草酸+5 mL 硫酸+100 mL 水,配成的溶液加 1 份 30% 的过氧化氢。

A.3 奥氏体钢的晶粒度

A.3.1 概述

对于奥氏体钢,其晶粒度已在原热处理形成,试样不需要热处理。

A.3.2 侵蚀方法

A.3.2.1 稳定材料

在常温下,将作为阳极的试样在体积浓度 60% 硝酸水溶液中电解腐蚀。为了减少孪晶出现,应使用低电压(1 V~1½ V)。也推荐用这种方法显示铁素体不锈钢中的铁素体晶界。

A.3.2.2 非稳定材料

通过在敏化温度范围内 480 °C~700 °C 加热,由析出的碳化物显示晶粒边界。使用相应显示碳化物的浸蚀剂显示晶粒形状。常用的浸蚀剂有:

- a) 体积浓度 60% 硝酸水溶液;
- b) 硫酸铜水溶液:5 g 硫酸铜(CuSO₄ · 5H₂O)+20 mL 盐酸+20 mL 水;
- c) 10% 草酸电解:10 g 草酸+100 mL 水,电压 6 V,时间 15 s~60 s。

注:为了显示出奥氏体材料晶粒度,采用适当的浸蚀方法显示晶粒度。要认识到孪晶的趋向会混淆晶粒度的评定,所用的浸蚀宜使孪晶量明显最少。

附录 B
(规范性附录)
统计技术——晶粒度测定结果的置信区间及相对误差的计算

B.1 概述

B.1.1 推荐使用本附录的统计分析方法,应用于截点法的数据处理中,以保证测量结果满足相应的置信区间及相对误差的要求。

B.1.2 晶粒度测量不可能是十分精确的测量,因此,只有计算了其精度的测定才能认为是完整的。由于选取测量视场有限,样本小,本附录采用 t 分布统计方法处理测量数据。使用 95% 置信区间(95% CI)表示测量结果有 95% 的几率落在指定的置信区间内。在该精度范围内,根据正常置信度,可认为所测定的晶粒度代表被检试样真实的平均晶粒度。本标准采用正常置信度表示这样一种期望,即实际误差有 95% 的几率落在所规定的不确切的误差内。本例通过选取 n 个“代表性”视场的测定而计算出晶粒度平均值,不能将它看成固定可靠的晶粒度真实代表值。应用统计学方法进行数据处理,使用标准差进行一系列的计算,估计出所测定晶粒度平均值所在的置信区间(95% CL)。

B.1.3 许多试样不同视场间晶粒尺寸存在可视性变化,这种变化是产生不确定的主要原因。用能获取所需的精确度手动方法,可证明单个计数的精确度与自然波动相当。使用计数器法可以保障局部高精确度,除非测定很多视场,否则只能对整个精确度有很小改进,但它有助于区别自然波动和计数错误。

B.1.4 计算相对误差%RA,当%RA 不大于 10 时,其测量结果视为有效。

B.2 计算方法

在放大倍数 M 下,使用长度为 L (mm)的测量网格,通过测量结果,计算出测量计数的相对误差(%RA)、相应的晶粒度级别数 G 及晶粒度的置信区间(95% CL)。

把同一测量网格使用在 n 个视场上,测量获得的截点数分别为: P_1, P_2, \dots, P_n 。

B.2.1 平均截点计数按式(B.1)计算:

$$\bar{P} = \sum_{i=1}^n P_i / n \quad (B.1)$$

B.2.2 截点计数的标准差按式(B.2)计算:

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

B.2.3 95%置信区间按式(B.3)计算:

$$95\% \text{CI} = t \cdot \frac{S}{\sqrt{n}} \quad (B.3)$$

式中的 t 值,根据选取视场数 n ,按表 B.1 选取。

表 B.1 市场数与测定置信限用系数的关系

视场数 n	5	6	7	8	9	10	11	12
t 值	2.776	2.571	2.447	2.365	2.306	2.262	2.228	2.201

表 B.1 (续)

视场数 n	13	14	15	16	17	18	19	20
t 值	2.179	2.160	2.145	2.131	2.120	2.110	2.101	2.093

B.2.4 测量计数的相对误差(%RA)按式(B.4)计算:

$$\% \text{RA} = \frac{95\% \text{CI}}{\bar{P}} \times 100\% \quad (\text{B.4})$$

如果%RA 对比预期要求相差太大,应补增视场数后重新计算。对于大多数的一般应用,%RA 不大于 10%,测量结果视为有效的。

B.2.5 \bar{P} 相应的平均晶粒度级别数 G 按式(B.5)计算:

$$G = 6.643\ 856 \lg\left(\frac{M \cdot \bar{P}}{L}\right) - 3.288 \quad (\text{B.5})$$

B.2.6 平均晶粒度 G 的相应的 95% 置信区间(95%CL)按式(B.6)计算:

$$95\% \text{CL} = 3.321\ 928 \lg\left(\frac{\bar{P} + 95\% \text{CI}}{\bar{P} - 95\% \text{CI}}\right)$$

$$95\% \text{CL} = 3.321\ 928 \lg\left(\frac{\bar{P} + t \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}}{\bar{P} - t \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}}\right) \quad (\text{B.6})$$

B.2.7 平均晶粒度的测量结果按式(B.7)表示:

$$G \pm 95\% \text{CL} \quad (\text{B.7})$$

同理,以 N 或者 l 代替 P 可以进行截线数或者截距的置信限计算,采用相关公式可以进行平均晶粒度的置信限相关计算。

B.3 实例

B.3.1 在 200 倍下观测,使用 500 mm 的测量网格在 5 个视场上获得截点数分别为:94、88、78、81、83。按式(B.1)计算平均截点数:

$$\bar{P} = \sum_{i=1}^n P_i = (94 + 88 + 78 + 81 + 83)/5 = 84.80$$

B.3.2 按式(B.2)计算平均计数:

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

$$= \sqrt{\frac{(94 - 84.80)^2 + (88 - 84.80)^2 + (78 - 84.80)^2 + (81 - 84.80)^2 + (83 - 84.80)^2}{5-1}}$$

$$= 6.30$$

B.3.3 按式(B.3)计算测量结果的相对误差 95%CI:

$$95\% \text{CI} = t \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$$

$$= 2.776 \times \frac{6.30}{\sqrt{5}}$$

$$= 7.821$$

B.3.4 按式(B.4)计算测量结果的相对误差(%RA)：

$$\begin{aligned}\% \text{RA} &= \frac{95\% \text{CI}}{\bar{P}} \times 100\% \\ &= \frac{7.821}{84.8} \times 100\% \\ &= 9.22\%\end{aligned}$$

%RA 不大于 10%，测量结果视为有效的。

B.3.5 按式(B.5)计算平均晶粒度级别数：

$$\begin{aligned}G &= 6.643\ 856 \lg\left(\frac{M \cdot \bar{P}}{L}\right) - 3.288 \\ &= 6.643\ 856 \lg\left(\frac{200 \times 84.80}{500}\right) - 3.288 \\ &= 6.88\end{aligned}$$

B.3.6 按式(B.6)计算晶粒度级别数的 95%CL：

$$\begin{aligned}95\% \text{CL} &= 3.321\ 928 \lg\left(\frac{\bar{P} + t \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}}{\bar{P} - t \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}}\right) \\ &= 3.321\ 928 \lg\left(\frac{84.8 + 2.776 \times \frac{6.30}{\sqrt{5}}}{84.8 - 2.776 \times \frac{6.30}{\sqrt{5}}}\right) \\ &= 0.27\end{aligned}$$

B.3.7 测量结果平均晶粒度的 95%置信区间表示为：

$$G = 6.88 \pm 0.27$$

本标准的截点法计算使用这种方法,定义宏观晶粒度标尺为 32 mm。即宏观晶粒度级别 M-0 级具有的平均截距尺寸正好是 32.00 mm,由 $G_1 - G_2 = 2 \log_2 \frac{l_2}{l_1}$ 给出晶粒度级数 G 与平均直线截距之间的关系,则宏观晶粒度级别的计算公式为:

$$G_m - 0 = 2 \log_2 \frac{32}{\bar{l}}$$

$$G_m = 10.000 - 2 \log_2 \bar{l}$$

$$G_m = 10.000 + 2 \log_2 \bar{N}_l$$

对显微晶粒度 $G=0$ 级,在 100 倍数的视场下截线长度为 32.00 mm,1 倍下,截距为 0.32 mm。

$$G - 0 = 2 \log_2 \frac{0.32}{\bar{l}}$$

$$G = -3.288 - 6.643 856 \log_{10} \bar{l}$$

方法二:利用几何关系和晶粒度定义公式,可以推算出截点法的计算公式:

$$\bar{l} = \left(\frac{\pi \bar{A}}{4} \right)^{1/2}$$

这个公式,对于圆是准确的,但对于均匀等轴晶组织是不太准确。单位面积内平均晶粒面积与晶粒个数 N_A 存在下列关系:

$$N_A = 1 / \bar{A}$$

$$N_A = 15.5 N_{100}$$

将上述 3 个关系式代入晶粒度的定义式(1):

$$\begin{aligned} G &= 1 + \log_2 N_{100} \\ &= -3.303 - 2 \log_2 \bar{l} \\ &= -3.303 - 6.643 856 \log_{10} \bar{l} \end{aligned} \quad \text{.....(C.1.13)}$$

对比两种计算方法,两者相差

$$\Delta = -3.288 - (-3.303) = 0.015 \quad \text{.....(C.1.14)}$$

可见使用截距标尺和用几何关系由晶粒度定义推导的公式测量晶粒度级数相差 0.015 级,完全满足试验方法精度要求。

C.2 晶粒度各种测量值的变换公式

C.2.1 放大倍数的变换

如果在放大倍数 M 下观测到的晶粒度,要换算成基准放大倍数 M_b (100X 或 1X)下的晶粒度,可使用下列公式将测定的晶粒度的数值换算成基准放大倍数的数值。

C.2.1.1 面积法中晶粒度按式(C.2.1)换算:

$$N_{A0} = N(M/M_b)^2 \quad \text{.....(C.2.1)}$$

C.2.1.2 截点法中晶粒度按式(C.2.2)换算:

$$N_{i0} = N_i (M/M_b) \quad \text{.....(C.2.2)}$$

C.2.1.3 任何长度中晶粒度按式(C.2.3)换算:

$$l_0 = l (M_b/M) \quad \text{.....(C.2.3)}$$

C.2.1.4 晶粒度级别数 G :

$$G = G' + Q \quad \text{.....(C.2.4)}$$

中华人民共和国
国家标准

金属平均晶粒度测定方法

GB/T 6394—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2017年3月第一版

*

书号: 155066 · 1-55685

版权专有 侵权必究



GB/T 6394-2017