

金属平均晶粒度测定法

GB 6394-86

Metal-methods for estimating the
average grain size

1 引言

本标准适用于测定金属材料晶粒度。由于它纯粹以晶粒的几何图形为基础,与材料本身完全无关,因此,本方法也可以用来测定非金属材料中晶粒的大小。本标准测定晶粒度的方法有:比较法、面积法和截点法。

1.1 范围

1.1.1 本标准包括完全或主要由单相组成的金属平均晶粒度的测定方法和表示原则。同时,这些方法也适用于与标准评级图形貌相似的任何组织。

1.1.2 如材料的组织形貌与标准评级图中任一系列的图形相似,则可使用比较法。任何情况下都可以使用面积法和截点法。

1.1.3 测定等轴晶粒的晶粒度,使用比较法最简便。其精确度可以达到生产检验的要求。如要求更高的精确度,则使用面积法和截点法。非等轴的晶粒不能使用比较法。

1.1.4 本标准中,“晶粒”是指晶界范围内整个区域。在有孪晶材料中,每个晶粒和它内部的孪晶带应视为一个晶粒。

1.1.5 亚晶粒的大小,可用测定晶粒度的方法来测量。

1.1.6 如有争议,截点法是仲裁方法。

1.1.7 本标准不适用于深度冷加工材料或部分再结晶的变形合金的晶粒度测定。如要测定轻度或中度冷加工材料的晶粒度,应视该材料的组织是由非等轴晶粒所组成。

1.2 使用概述

1.2.1 测定晶粒度时,首先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集而成。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是最大值到零之间变化。因此,在检验面上不可能有绝对大小均匀的晶粒分布,也不可能有两个完全相同的检验面。

1.2.2 从统计学考虑晶粒计数,一般应用时,每一个给定面积内含有 100 粒以上便可满足统计学条件,实际测定时,为便于计数可降到 50 粒。因此,测定晶粒度时,必须选择恰当的放大倍数和测量面积。

1.2.3 晶粒度的测定应在每个试样检验面上选择三个或三个以上有代表性的视场内进行。所谓“代表性”即体现试样所有部分都对检验结果有所贡献,而不是带有假想地去选择平均晶粒度的视场。只有这样,测定结果的准确性和精确度才是有效的。

1.2.4 使用比较法时,如需复验,应改变观察的放大倍数,以克服初验结果可能带有的主观偏见。

1.2.5 不同观测者的测量结果在预定的置信区间内有差异是允许的。

2 定义及符号

2.1 “晶粒度”是晶粒大小的量度。通常使用长度、面积或体积来表示不同方法评定或测定晶粒的大小。而使用晶粒度级别指数表示的晶粒度与测量方法及使用单位无关。

2.2 晶粒度级别指数

2.2.1 显微晶粒度级别指数 G:在 100 倍下 645.16mm^2 面积内包含的晶粒数 n 与 G 有如下关系:

$$n=2^{G-1}$$

2.2.2 宏观晶粒度级别指数 G_M :在 1 倍下 645.16mm^2 面积内包含的晶粒数 n 与 G_M 有如下关系:

$$n=2^{G_M-1}$$

2.3 符号及其说明(见表 1)。

表 1

符号	名称及说明	备注
G	显微晶粒度级别指数	
G_M	宏观晶粒度级别指数	
M_b	基准放大倍数	
M	实际使用的放大倍数	
Q	级别指数的修正系数	$Q=6.6439lg \frac{M}{M_b}$
A	对晶粒图象平面(或照片)所用的测量网格面积	单位: mm^2
n_1	完全落在测量网格内的晶粒数	
n_2	被测量网格所切割的晶粒数	
n	测量网格内的晶粒计数	$n=n_1+\frac{1}{2}n_2$
n_a	试样检验面上,每平方毫米内的晶粒数	单位: mm^{-2}
\bar{d}	试样检验面上晶粒的平均面积	单位: mm^2
L	测量网格的长度	单位: mm
N	在观测面上测量网格与晶界相交的截点数	
n_l	试样检验面上每毫米测量网格上的晶界截点数	单位: mm^{-1}
\bar{l}	试样检验面上晶粒的平均截距	单位: mm
n_v	每立方毫米内晶粒数	单位: mm^{-3}
d_n	晶粒公称直径	单位: mm
d_f	晶粒弗里特(Feret)直径	单位: mm

3 试样的制备

3.1 取样

3.1.1 测定晶粒度用的试样应在交货状态的材料上切取。试样的数量及取样部位按相应的标准或技术条件规定。

建议试样尺寸为:

圆形: 10 ~ 12mm

方形:10mm × 10mm

3.1.2 晶粒度试样不允许重复热处理。

3.1.3 渗碳处理用的钢材试样应除去脱碳层及氧化层。

3.2 晶粒显示方法

3.2.1 铁素体钢的奥氏体晶粒度

如没有特别规定,奥氏体晶粒度可按下列方法显示:

3.2.1.1 渗碳法

渗碳钢采用渗碳法显示奥氏体晶粒度。渗碳的试样在 930 ± 10 保温 6h, 必须保证获得 1mm 以上的渗碳层。渗碳剂必须保证在规定的温度和时间产生过共析层。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。试样冷却后经磨制和腐蚀, 显示出过共析区奥氏体晶粒形貌。可用下列腐蚀剂进行浸蚀:

a. 3 ~ 4% 硝酸乙醇溶液;

b. 5% 苦味酸乙醇溶液;

c. 沸腾的碱性苦味酸钠水溶液(2g 苦味酸、 25g 氢氧化钠、 100ml 水)。浸蚀时间: 10 ~ 20min。

3.2.1.2 网状铁素体法

含碳量 0.25 ~ 0.60% 的碳钢, 含碳量 0.25 ~ 0.50% 的合金钢; 如没有特别规定, 一般对含碳量小于或等于 0.35% 的钢试样在 900 ± 10 加热; 含碳量大于 0.35% 的钢试样在 860 ± 10 加热。至少保温 30min, 然后空冷或水冷。在此范围内含碳量较高的碳钢和含碳量超过 0.40% 的合金钢需要调整冷却方法。以便在奥氏体晶界上析出清晰的铁素体网。在此情况下, 建议试样在淬火温度保持必要的时间后, 将温度降至 730 ± 10 , 保温 10min, 随后淬油或淬水。试样经磨制和浸蚀后, 显示出沿原晶界分布的铁素体网。可用下列腐蚀剂进行浸蚀:

a. 3 ~ 4% 硝酸乙醇溶液;

b. 5% 苦味酸乙醇溶液。

3.2.1.3 氧化法

含碳量 0.35 ~ 0.60% 的碳钢和合金钢, 将试样检验面预抛光, 然后将抛光面朝上置于炉中。如没有特别规定, 一般在 860 ± 10 下加热 1h。然后淬入冷水或盐水。根据氧化情况, 试样可适当倾斜 $10 \sim 15^\circ$ 进行研磨和抛光。显示出由氧化物沿晶界分布的原奥氏体晶粒形貌。为了显示清晰, 可用 15% 盐酸乙醇溶液进行浸蚀。

3.2.1.4

直接淬火硬化钢: 如没有特别规定, 对含碳量小于或等于 0.35% 的钢样, 置于 900 ± 10 下加热。含碳量大于 0.35% 的钢样, 置于 860 ± 10 下加热, 保温 1h 后, 以能产生完全淬硬的冷却速度进行淬火, 获得马氏体组织。经磨制和浸蚀后, 显示出完全淬硬为马氏体的原奥氏体晶粒形貌。为了清晰显示晶粒边界, 腐蚀前试样可在 550 ± 10 下回火 1h。常用的腐蚀剂: 饱和苦味酸水溶液加少量环氧乙烷聚合物。

3.2.1.5 网状渗碳体法

过共析钢(一般含碳量大于 1.00%); 如没有特别规定, 均在 820 ± 10 下加热。至少保温 3min 后, 以足够缓慢的速度随炉冷却至低于下临界温度, 使奥氏体晶界上析出渗碳体网。试样经磨制和浸蚀后, 显示出沿晶界析出渗碳体网的原奥氏体晶粒形貌。可用下列腐蚀剂进行浸蚀:

a. 3 ~ 4% 硝酸乙醇溶液;

b. 5% 苦味酸乙醇溶液。

3.2.1.6 网状珠光体(屈氏体)法:

对使用其他方法不易显示的共析钢, 可选取适当尺寸的棒状试样, 进行不完全淬火。即将加热后的试样一端淬入冷水中冷却, 因此, 存在着一个不完全淬硬的小区域。在此区域的原奥氏体晶界将有少量细珠光体(团状屈氏体)呈网络显示出原奥氏体晶粒形貌。此方法可用于共析成分稍高或稍低的某些钢种。可用下列腐蚀剂进行浸蚀:

a. 3 ~ 4% 硝酸乙醇溶液;

b.5%苦味酸乙醇溶液。

3.2.1.7 除上述方法外,根据相应的技术条件规定,试样在不超过正常热处理温度30 ,但最高不超过 930 下加热,保温时间 1 ~ 1.5h,冷却速度根据热处理方法而定。

3.2.2 奥氏体钢的晶粒度

3.2.2.1 奥氏体钢实际晶粒度取决于原热处理状态。

3.2.2.2 考虑到奥氏体钢出现孪晶会混淆晶粒计数,显示晶粒形貌应采用适当的腐蚀剂,使孪晶显示尽量降到最低的程度。

a.对稳定的奥氏体材料:将试样作阳极,室温下,在体积比为 60—90%浓硝酸水溶液中采用电压 1 ~ 1.5V 进行电解腐蚀。

b.对不稳定的奥氏体材料:可在 480 ~ 700 的敏化温度加热,使碳化物沿晶界析出,采用适合于显示碳化物的腐蚀剂显示晶粒形貌。

3.2.3 其他金属及其合金的晶粒度

其他金属及其合金晶粒度的试样热处理和腐蚀方法,按有关技术条件或供需双方协议进行。

4 晶粒度的测定方法

4.1 比较法

比较法是通过与标准评级图对比来评定晶粒度的。

4.1.1 比较法适用于评定等轴晶粒的完全再结晶材料或铸态材料。

4.1.2 使用比较法评定晶粒度时,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。因此,本标准有四个系列标准评级图*。

* 标准评级图片请与冶金工业部情报标准研究总所联系。

a.系列图片 :无孪晶晶粒(浅腐蚀),100 倍;

b.系列图片 :有孪晶晶粒(浅腐蚀),100 倍;

c.系列图片 :有孪晶晶粒(深反差腐蚀),75 倍;

d.系列图片 :钢中奥氏体晶粒(渗碳法),100 倍。

4.1.3 对各种常用材料建议使用的标准系列图片见表 2:

表 2

材料	系列图片	基准放大倍数
奥氏体钢	或	100
铁素体钢		100
渗碳钢		100
不锈钢		100
铝		100
铜和铜合金		75
镁和镁合金	或	100
镍和镍合金		100
锌和锌合金	或	100
超强合金	或	

4.1.4 显微晶粒度的评定

4.1.4.1 通常使用与标准评级图片相同的放大倍数,通过显微镜投影图象或代表性视场的显微照片与相应的标准评级图片直接比较,选取与试样图象最接近的标准评级图级别,

记录评定的结果。

4.1.4.2 如将待测的晶粒图象和标准评级图投到同一投影屏上,可提高评级精确度。

4.1.4.3 当晶粒度超过标准评级系列图片所包括范围或基准放大倍数($M_b = 100$)不能满足需要时,可采用其他放大倍数 M 。若使用放大倍数 M 的晶粒图象与基准放大倍数 M_b 的标准评级图片进行比较,评出晶粒度级别指数 G ,其显微晶粒度级别指数 G 为公式(1):

$$G = G' + Q \quad (1)$$

$$Q = 6.6439 \lg \frac{M}{M_b} \quad (2)$$

其他放大倍数下评定的晶粒度级别与相应的显微晶粒度级别指数对照表 3:

表 3

图象的放大倍数	与标准评级图编号等同图象的晶粒度级别									
	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4	No.5	No.6	No.7	No.8	No.9	No.10
25	-3	-2	-1	0	1	2	3	4	5	6
50	-1	0	1	2	3	4	5	6	7	8
100	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
200	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
400	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
800	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16

4.1.5 宏观晶粒度的评定

4.1.5.1 放大倍数为 1 倍,将试样晶粒图象与标准评级系列图片进行比较,评定结果以平均“直径”或宏观晶粒度级别指数 G_M 来表示。

4.1.5.2 当晶粒较小时,最好使用稍高的放大倍数 M 进行宏观晶粒度的评定,评出晶粒度级别 G'_M ,其宏观晶粒度级别指数 G_M 为公式(3):

$$G_M = G'_M + Q_M \quad (3)$$

$$Q_M = 6.6439 \lg M \quad (4)$$

4.2 面积法

面积法是通过统计给定面积内晶粒数 n 来测定晶粒度的。

4.2.1 晶粒数 n 的统计

4.2.1.1 将已知面积的圆形测量网格置于晶粒图象上,选用视场内至少能获得 50 个晶粒的放大倍数,然后统计完全落在测量网格内晶粒数 n_1 和被网格所切割的晶粒数 n_2 。于是,该面积范围内的晶粒计数 n 为公式(5):

$$n = n_1 + \frac{1}{2}n_2 \quad (5)$$

通过 n ,可由公式(6)求出试样检验面上每平方毫米内的晶粒数 n_a :

$$n_a = \frac{M^2 \cdot n}{A} \quad (6)$$

式中: M 观测用的放大倍数;

n 所使用的测量网格内的晶粒计数;

A 所使用的测量网格面积, mm^2 。

4.2.1.2 为了简化计算,常用 5000mm^2 面积的测量网格。于是简化公式(6)为公式(7):

$$n_a = 0.0002 \cdot M^2 \cdot n \quad (7)$$

式中: M 观测用的放大倍数;

n 5000mm^2 测量网格内的晶粒计数。

4.2.2 晶粒度级别指数 G 的计算按公式(8):

$$G = -2.9542 + 3.3219 \lg n_a \quad (8)$$

式中: n_a - 试样检验面上每平方毫米内的晶粒数。

4.2.3 非等轴晶粒,应统计纵向、横向和法向三个互相垂直平面内的晶粒数。每立方毫米内的晶粒数 n_v 按公式(9)计算:

$$n_v = 0.8 \cdot \sqrt{n_{\text{纵面}} \cdot n_{\text{横面}} \cdot n_{\text{法面}}} \quad (9)$$

式中: $n_{\text{纵面}}$ 纵向面每平方毫米内晶粒数;

$n_{\text{横面}}$ 横向面每平方毫米内晶粒数;

$n_{\text{法面}}$ 法向面每平方毫米内晶粒数。

利用 n_v 值从表 5 查出级别指数 G,并将 $n_{\text{纵面}}/n_{\text{法面}}$ 和 $n_{\text{横面}}/n_{\text{法面}}$ 附加在级别指数脚标上,以表示晶粒的形状。

4.3 截点法

截点法是通过统计给定长度的测量网格上的晶界截点数来测定晶粒度的。

截点的测定可借助各种类型仪器进行。为了避免计数差错,建议用截点法时,采用手动计数器进行截点统计。

对于非均匀等轴晶粒的各种组织,应使用截点法。对于非等轴晶粒,截点法既可用于分别测定三个相互垂直方向的晶粒度,也可计算出总体的平均晶粒度。

4.3.1 截点法的测定

4.3.1.1 截点 N:观测面上晶界与测量网格的交点。

4.3.1.2 截距 l:覆盖在一个晶粒上的测量线段的长度。

4.3.1.3 平均截距 \bar{l} :试样检验面上晶粒截距的平均值按公式(10)计算:

$$\bar{l} = \frac{L}{M \cdot N} \quad (10)$$

式中:L 所使用的测量网格长度,mm

M 观测用的放大倍数;

N 测量网格 L 上的截点数。

4.3.14 晶粒度级别指数 G 的计算按公式(11):

$$G = -3.2877 + 6.6439 \lg \left(\frac{M \cdot N}{L} \right) \quad (11)$$

式中:M、N、L 同 4.3.1.3。

4.3.2 500mm 测量网格的使用:

4.3.2.1 为了使用简便,采用 500mm 测量网格。其尺寸如图 1 所示。

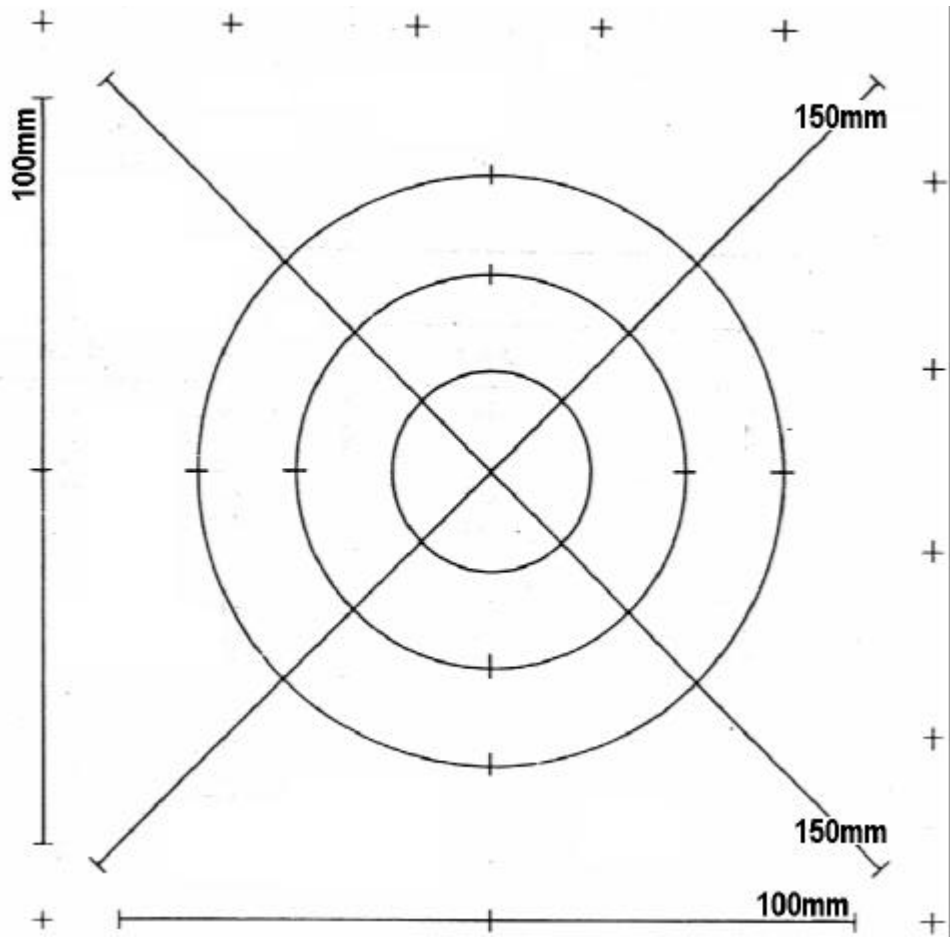


图 1 截点法用的 500mm 测量网格

直线总长：500；周长总和：250.0+166.7+83.3=500.0；

三个圆的直径分别为：79.58、53.05、26.53

4.3.2.2 使用 500mm 测量网格计得的截点数 N ，根据观测用的放大倍数 M ，从表 4 或图 2 可查出晶粒度级别指数 G ；从图 3 可查出平均截距 \bar{l} 。

用于 500mm 测量网格上截点计数确定显微晶粒度级别指数表见表 4a 和表 4b:

$$G = G_b + G$$

表 4a

放大倍数	G_b	放大倍数	G_b	放大倍数	G_b
10	-1.288	250	8.000	1000	12.000
25	1.356	300	8.526	1250	12.644
50	3.356	400	9.356	1500	13.170
75	4.526	500	10.000	1600	13.356
100	5.356	600	10.526	1750	13.615
125	6.000	700	10.971	2000	14.000
150	6.526	800	11.356		
200	7.356	900	11.696		

表 4a

截点数	G	截点数	G	截点数	G
50	-2.000	100	0	133	+0.823
55	-1.725	101	+0.029	134	+0.844
60	-1.474	102	+0.057	135	+0.866
65	-1.243	103	+0.085		
70	-1.029	104	+0.113	136	+0.887
		105	+0.141	137	+0.908
71	-0.988			138	+0.929
72	-0.948	106	+0.168	139	+0.950
73	-0.908	107	+0.195	140	+0.971
74	-0.869	108	+0.222		
75	-0.830	109	+0.249	141	+0.991
		110	+0.275	142	+1.012
76	-0.792			143	+1.032
77	-0.754	111	+0.301	144	+1.052
78	-0.717	112	+0.327	145	+1.072
79	-0.680	113	+0.353		
80	-0.644	114	+0.378	146	+1.092
		115	+0.403	147	+1.112
81	-0.608			148	+1.131
82	-0.573	116	+0.428	149	+1.151
83	-0.538	117	+0.453	150	+1.170
84	-0.503	118	+0.478		
85	-0.469	119	+0.502	155	+1.265
		120	+0.526	160	+1.366
86	-0.435			165	+1.445
87	-0.402	121	+0.550	170	+1.531
88	-0.369	122	+0.574	175	+1.615
89	-0.336	123	+0.597		
90	-0.304	124	+0.621	180	+1.696
		125	+0.644	185	+1.775
91	-0.272			190	+1.852
92	-0.241	126	+0.667	195	+1.927
93	-0.209	127	+0.690	200	+2.000
94	-0.179	128	+0.712		
95	-0.148	129	+0.735		
		130	+0.757		
96	-0.118				
97	-0.088	131	+0.779		
98	-0.058	132	+0.801		
99	-0.029				

晶粒度级别指数G

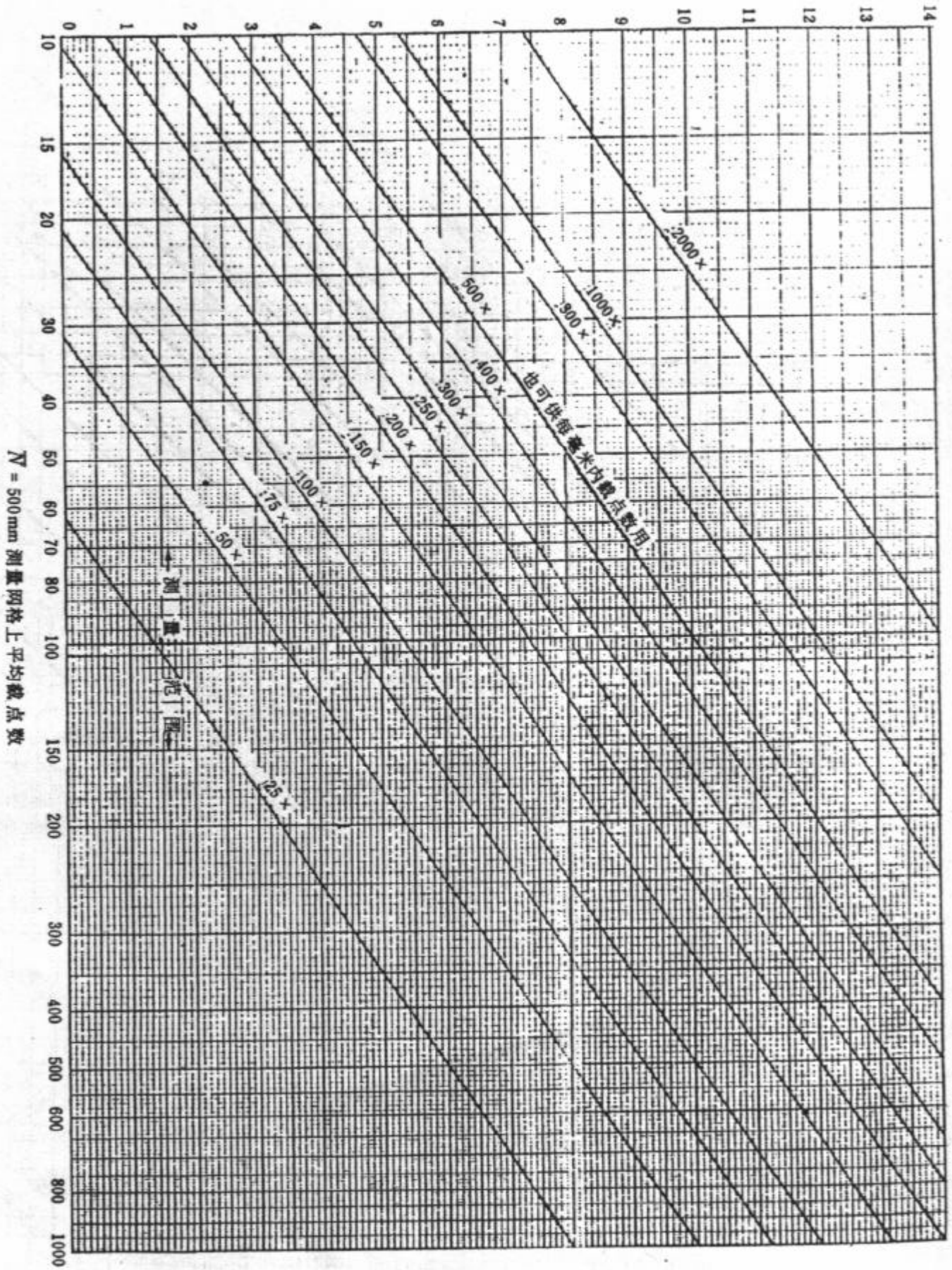
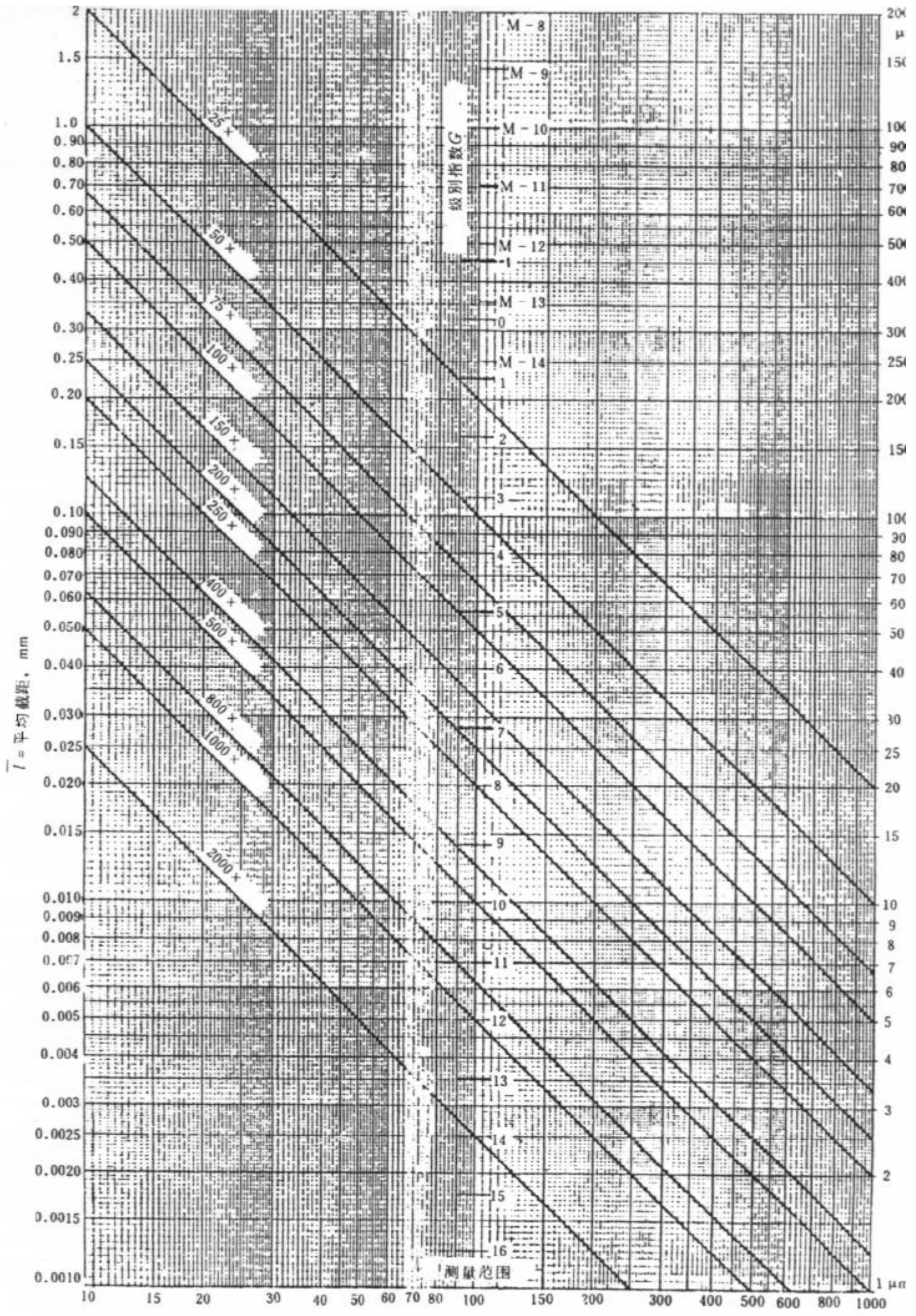


图 2 用于 500mm 测量网格的截点计数直接确定显微晶粒度级别指数图



$V = 500\text{mm}$ 测距范围上平均截距表

N=500mm 测量网格上平均截点数

图 3 用于 500mm 测量网格截点计数直接确定平均截距图

4.3.3 直线截点法

4.3.3.1 在晶粒图象上,采用一条或数条直线组成测量网格,选择适当的长度和放大倍数,以保证最少能获得约 50 个截点。根据测量网格所截取的截点数来确定晶粒度。

4.3.3.2 计算截点时,测量线终点不是截点不予计算。终端点正好接触到晶界时,应计为 1/2 个截点。测量线与晶界相切时,应计为 1 个截点。明显地与三个晶粒的汇合点重合时,应计为 1 1/2 个截点。在不规则的晶粒形状下,测量线会在同一晶粒边界不同部位产生两个截点后又伸入形成新的截点,计算截点时,应包括新的截点。

4.3.3.3 为了获得合理的平均值,应任意选择 3 至 5 个视场进行测量。如果这一平均数的精确度不满足要求时,应增加足够的附加视场。

4.3.3.4 对于非等轴晶粒,如经适度加工过的金属,应沿着试样的纵向、横向和法向三个主要方向上使用平行线网格,分别测定截点数。通常采用纵向和横向的试样截面,必要时加上法向截面,将图 1 所示的 100mm 线段任一条放在相互垂直的三个主要方向上依次地平移到标志“+”处,使用五次。计算出该方向上每毫米的平均截点数。于是,每立方毫米的晶粒数 n_v ,按公式(12)计算:

$$n_v = 0.566 \cdot n_{\text{纵}} \cdot n_{\text{横}} \cdot n_{\text{法}} \quad (12)$$

式中: $n_{\text{纵}}$ 纵向上每毫米内平均截点数;

$n_{\text{横}}$ 横向上每毫米内平均截点数;

$n_{\text{法}}$ 法向上每毫米内平均截点数。

利用 n_v 值从表 5 中查出近似对应的晶粒度级别指数 G 。然后加上脚标 $n_{\text{法}}/n_{\text{纵}}$ 和 $n_{\text{法}}/n_{\text{横}}$ 表示晶粒形状。

4.3.3.5 对于非等轴晶粒,每毫米的平均截点数 n_l 由公式(13)计算:

$$n_l = \frac{1}{3}(n_{\text{纵}} + n_{\text{横}} + n_{\text{法}}) \quad (13)$$

式中: $n_{\text{纵}}$ 、 $n_{\text{横}}$ 、 $n_{\text{法}}$ 同 4.3.3.4。

如用 n_l 值在表 3 上查到的 G 值将比用 n_v 值所查出的 G 值偏高,这表明金属变形后尽管每立方毫米内的晶粒数大致相同,但晶粒的平均线长度略有减少,而表面积有所增大。

4.3.4 单圆截点法

4.3.4.1 对于试样上不同位置的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定。

4.3.4.2 使用的测量网格的圆周可为任一周长,通常使用 100mm、200mm 和 250mm。也可使用图 1 所示的各个圆周,分别使用 2 次、3 次和 6 次,以满足测量网格总周长为 500mm。每个视场只测量一次。根据具体情况,增加视场数量,直至置信限满足要求为止。

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

4.3.4.4 将所需要的几个圆周任意分布在尽可能大的检验面上。

4.3.5 三圆截点法

4.3.5.1 试验表明,每个试样截点计数达 500 时,常能获得可靠的精确度。对测量数据进行 X^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应计算出置信限(计算方法见附录 A₂)。

4.3.5.2 测量网格由三个同心等距,圆周总周长为 500mm 的圆组成,如图 1 所示。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。然后计算出平均晶粒度和置信限。如置信限不合适,需增加视场数,直至置信限满足要求为止。

4.3.5.3 选择适当的放大倍数,使总周长 500mm 的测量网格能满足产生 100 个左右的截点。如第一次放置测量网格产生的截点数小于 70 或大于 150。那么应舍弃,并重新调整放大倍数后再测量。

4.3.5.4 测量网格通过三个晶粒汇合点时,截点应计为 2 个。

5 晶粒度的数值表示

5.1 使用任何一种方法测定晶粒度,最初是以单位面积上的晶粒数(n_a)或单位长度上晶界截点数(n_l)来表示。这些数值使用往往不方便,因此,通常以公称直径(d_n)、弗里特(Feret)直径(d_f)、平均截距(\bar{l})、单位体积晶粒数(n_v)、晶粒平均截面积(\bar{a})及晶粒度级别指数等量来表示。

5.2 因为晶粒度的各种数值表示都是由初测量值 n_a 和 n_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数值的相互转换。如取样数量少,可取其中位数表示该组试样的晶粒度。如取样数量多,其测量值服从正态分布时,可先求出 n_l 和 n_a 的平均值后,再计算出晶粒度的各数值。

5.3 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,则应当计算不同级别晶粒在视场中各占面积的百分比。若占优势晶粒所占的面积不少于视场面积的 90% 时,则只记录此一种晶粒的级别指数。否则,应用不同级别指数来表示该试样的晶粒度。其中第一个级别指数代表占优势的晶粒度。如:6 级 70% ~ 4 级 30%。

5.4 任意取向、均匀、等轴晶粒的显微晶粒度各数值关系(见表 5)。

表5 任意取向的均匀、等轴晶粒度关系表

晶粒 度级 别指 数 G	晶粒截面平均“直径”		平均截 距 \bar{i} , mm	每毫米 内截点 计数 n_1	平均晶粒 截面面积 \bar{a} , mm ²	算出每 立方毫 米内晶 粒数 n_v	平均每平 方毫米内 晶粒数 n_a
	公称直 径 d_n , mm	“弗里特” 直径 d_f , mm					
-1	0.51	0.570	0.453	2.210	0.258	6.11	3.88
0	0.36	0.403	0.320	3.125	0.129	17.3	7.75
0.5	0.30	0.339	0.269	3.716	0.0912	29.0	11.0
1.0	0.25	0.285	0.226	4.42	0.0645	48.8	15.50
1.5	0.21	0.240	0.190	5.26	0.0456	82	21.9
...	0.200	0.226	0.177	5.64	0.0400	100	25.0
2.0	0.18	0.202	0.160	6.25	0.0323	138	31.0
2.5	0.15	0.170	0.135	7.43	0.0228	232	43.8
3.0	0.125	0.143	0.113	8.84	0.0161	391	62.0
...	0.120	0.135	0.106	9.41	0.0144	463	69.4
3.5	0.105	0.120	0.095	10.51	0.0114	657	87.7
...	0.100	0.113	0.089	11.29	0.0100	800	100
4.0	μm			12.5	$mm^2 \times 10^{-3}$		
4.5	90	101	80.0	14.9	8.07	1105	124
...	75	85	67.3	16.1	5.70	1859	175
5.0	70	79	62.0	17.7	4.90	2331	204
...	65	71	56.6	18.8	4.03	3126	248
5.5	60	68	53.2	21.0	3.60	3708	278
...	55	60	47.6	22.6	2.85	5258	351
6.0	50	56	44.3	25.0	2.50	6400	400
...	45	50	40.0	28.2	2.02	8842	496
6.5	40	45	35.4	29.7	1.60	12500	625
...	38	42	33.6	32.2	1.43	14871	701
7.0	35	39	31.0	35.4	1.23	18659	816
...	32	36	28.3	37.6	1.008	25010	992
7.5	30	34	26.6	42.0	0.900	29630	1111
...	27	30	23.8	45.1	0.713	41061	1400
8.0	25	28	22.2	50.0	0.625	51200	1600
...	μm			56.4	$mm^2 \times 10^{-6}$	$\times 10^6$	$\times 10^3$
8.5	22	25	20.0	59.5	504	0.0707	1.98
9.0	20	23	17.7	70.7	400	0.1000	2.50
...	19	21	16.8	75.2	356	0.1190	2.81
9.5	16	18	14.1	84.1	252	0.200	3.97
10.0	15	17	13.3	100	225	0.237	4.44
...	13	15	11.9	113	178	0.336	5.61
10.5	11	13	10.0	119	126	0.566	7.94
...	10	11.3	8.86	125	100	0.800	10.00
11.0	9.4	10.6	8.41	141	89.1	0.952	11.22
...	9.0	10.2	7.98	161	81.0	1.097	12.35
11.5	8	8.9	7.07	168	63.0	1.600	15.87
...	7.0	7.9	6.20	188	49.0	2.332	20.41
12.0	6.7	7.5	5.95	200	44.6	2.692	22.45
...	6.0	6.8	5.32	226	36.0	3.704	27.78
12.5	5.6	6.3	5.00	238	31.5	4.527	31.7
...	5.0	5.6	4.43	283	25.0	6.40	40.0
13.0	4.7	5.3	4.20	336	22.3	7.61	44.9
13.5	4.0	4.5	3.54	376	15.8	12.80	63.5
...	3.3	3.7	2.97	400	11.1	21.54	89.8
14.0	3.0	3.4	2.66	451	9.0	29.6	111.1
...	2.8	3.2	2.50		7.88	36.2	127
...	2.5	2.8	2.22		6.25	51.2	160

注: $d_f = \frac{1}{n_a} \sqrt{\frac{1}{n_v}}$
 $n_v = 0.5659(n/l)^3$

5.5 任意取向、均匀、等轴晶粒的宏观晶粒度各数值关系(见表 6)。

表 6 任意取向、均匀、等轴晶粒宏观晶粒度关系表

宏观级别指数 G_M	显微级别指数 G	晶粒截面平均“直径”		平均截距 \bar{i} , mm	100 毫米内的截点数 N	平均晶粒截面面积 \bar{a} , mm ²	每平方毫米内晶粒数 $n_a \times 10^{-3}$
		公称直径 d_n , mm	“弗里特”直径 d_f , mm				
M0	...	36	40.3	32.00	3.125	1290	0.775
M - 0.5	...	30	33.9	26.91	3.716	912	1.10
M - 1	...	25	28.5	22.63	4.419	645	1.55
M - 1.5	...	21	24.0	19.03	5.256	456	2.19
M - 2	...	18	20.1	16.00	6.25	323	3.10
M - 2.5	...	15	17.0	13.45	7.43	228	4.39
M - 3	...	13	14.3	11.31	8.84	161	6.20
M - 3.5	...	11	12.0	9.51	10.51	114	8.77
M - 4	...	9	10.1	8.000	12.5	80.6	12.40
M - 4.5	...	7.5	8.5	6.727	14.9	57.0	17.53
M - 5	...	6.5	7.1	6.657	17.7	40.3	24.80
M - 5.5	...	5.5	6.0	4.757	21.0	28.5	35.08
M - 6	...	4.5	5.0	4.000	25.0	20.2	49.60
M - 6.5	...	4	4.2	3.364	29.7	14.3	70.14
M - 7	...	3.2	3.6	2.828	35.4	10.1	99.20
M - 7.5	...	2.7	3.0	2.378	42.0	7.2	140.3
M - 8	...	2.2	2.5	2.000	50.0	5.04	198.4
M - 8.5	...	1.9	2.1	1.682	59.5	3.56	280.6
M - 9	...	1.6	1.8	1.414	70.7	2.52	396.8
M - 9.5	...	1.3	1.5	1.189	84.1	1.78	561.1
M - 10	...	1.1	1.26	1.000	100.0	1.26	793.6
M - 10.5	...	0.95	1.06	0.841	112.2	0.891	1122
M - 11	...	0.80	0.89	0.707	141.4	0.630	1587
M - 11.5	...	0.67	0.75	0.595	168.2	0.446	2244
M - 12	...	0.56	0.63	0.500	200.0	0.315	3174
M - 12.3	...	0.51	0.57	0.453	221.0	0.258	3875
M - 12.5	...	0.47	0.53	0.420	237.8	0.223	4489
M - 13	...	0.40	0.45	0.354	282.8	0.158	6349
M - 13.3	...	0.38	0.40	0.320	312.5	0.129	7750
M - 13.5	...	0.33	0.37	0.297	336.4	0.111	8979
M - 13.8	...	0.30	0.34	0.269	317.6	0.0912	10960
M - 14	...	0.28	0.32	0.250	400.0	0.0788	12898
M - 14.3	...	0.25	0.28	0.226	442	0.0645	15500

注：凡晶粒度大于 M - 14 时推荐用显微晶粒度(表 5)。

显微晶粒度级数加上 13.288 晶粒度级数就可转换为宏观晶粒度级数。

6 晶粒度报告

6.1 铁素体钢

除用渗碳法显示奥氏体晶粒度外,其他方法应报告如下内容:

6.1.1 试样热处理的温度及保温时间。

6.1.2 显示晶粒边界的方法。

6.1.3 晶粒度级别。

6.2 奥氏体钢

6.2.1 晶粒显示方法。

6.2.2 晶粒度级别。

6.3 铜和铜合金

6.3.1 晶粒显示方法。

6.3.2 晶粒度以毫米为单位按平均晶粒直径报出。所谓“平均晶粒直径”是指检验面上所显示的晶粒平均“直径”。

6.4 其他金属及其合金

按有关的技术条件或供需双方协议要求报告。

6.5 混合晶粒度

遇混合晶粒度时,应分别报告各种晶粒度及其所占面积百分比。

附录 A (补充件)

A.1 晶粒度各种测量值的计算

A.1.1 不同放大倍数间晶粒度各种测量值的换算

A.1.1.1 面积法中晶拉毯按公式(A1)换算:

$$n_1 = n_2 \cdot \left(\frac{M_2}{M_1} \right)^2 \quad (\text{A1})$$

式中: n_1 换算成放大倍数为 M_1 的晶粒数;

n_2 放大倍数为 M_2 时测定的晶粒数。

A.1.1.2 截点法中截点数按公式(A2)换算:

$$N_1 = N_2 \cdot \left(\frac{M_2}{M_1} \right) \quad (\text{A2})$$

式中: N_1 换算成放大倍数为 M_1 的截点数;

N_2 放大倍数为 M_2 时测定的截点数。

A.1.1.3 长度按公式(A3)换算:

$$l_1 = l_2 \cdot \left(\frac{M_1}{M_2} \right) \quad (\text{A3})$$

式中: l_1 换算成放大倍数为 M_1 的长度;

l_2 放大倍数为 M_2 时测定的长度。

A.1.2 图表中有关晶粒度数值的计算

A.1.2 平均晶粒截面面积按公式(A4)计算:

$$\bar{a} = \frac{1}{n_a} \quad (\text{A4})$$

式中: \bar{a} 平均晶粒截面面积, mm^2 ;

n_a 每平方毫米内的晶粒数。

A.1.2.2 公称直径按公式(A5)计算:

$$d_n = \sqrt{\bar{a}} \quad (\text{A5})$$

式中: d_n 晶粒的公称直径,mm;
 \bar{a} 平均晶粒截面面积,mm²。

A.1.2.3 圆形晶粒平均截距按公式(A6)计算:

$$\bar{l} = \sqrt{\frac{\pi \bar{a}}{4}} \quad (\text{A6})$$

式中: \bar{l} 圆形晶粒平均截距,mm;
 \bar{a} 平均晶粒截面面积,mm²。

A.1.2.4 弗里特(Feret)直径(d_f ,mm)按公式(A7)或(A8)计算:

A.1.2.4.1 凸形的单个晶粒截面

$$d_f = \frac{a}{l} \quad (\text{A7})$$

式中: a 晶粒截面积,mm²;
 \bar{l} 晶粒平均截距,mm。

A.1.2.4.2 圆形截面

$$d_f = \frac{4}{\pi \bar{l}} = \sqrt{\frac{4}{\pi \bar{a}}} \quad (\text{A8})$$

式中: \bar{l} 晶粒平均截距,mm;
 \bar{a} 平均晶粒截面积,mm²。

A.2 关于晶粒度测定结果的置信限

推荐使用本章的统计方法,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限。

A.2.1 晶粒度测定不可能是十分精确的测量。通过选取 n 个“代表性”视场的测定而计算出的晶粒度平均值,决不能将它看成该试样固定可靠的晶粒度真实代表值。由于测量值符合正态分布规律,应用统计学方法进行数据处理,我们可以用标准差为尺度,估计出所测定晶粒度平均值所在的置信区间。置信区间的上下限称为置信限。本标准使用“正常置信限”(C·L)来表示测量结果有 95% 的几率落在指定的置信区间内。置信限被其平均值所除的商称为“相对置信限”(R.C.L)。

A.2.2 计算方法

把同一个测量网格用在 i 个视场上,测得的截点数分别为: N_1 、 N_2 、……、 N_j ……、 N_i 。

A.2.2.1 平均截点数按公式(A9)计算:

$$\bar{N} = \frac{\sum_{j=1}^i N_j}{i} \quad (\text{A9})$$

A.2.2.2 截点计数的标准差按公式(A10)计算:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^i (N_j - \bar{N})^2}{i-1}} \quad (\text{A10})$$

A.2.2.3 截点数的变异系数按公式(A11)计算:

$$C \cdot V = \frac{S}{\bar{N}} \quad (\text{11})$$

当测量次数增加时,变异系数(C . V)会趋于一常数。它反映出所观察的视场内各个测量结果离散变异程度及测量结果平均值的特征。因此,将它与理想试样分析中预期的标准值(A1)进行比较,如变异系数(C . V)明显地高于标准值或标准差(S)明显大于 \sqrt{N} 值,这表明该试样存在着不均匀的晶粒度。

A.2.4 利用 A.2.2.3 中计算出的变异系数(C . V)值,分别从图 A1 和图 A2 查出晶粒度级别指数 G 的 95%置信限(C . L)和平均截距 \bar{i} 的 95%相对置信限(R . G . L)。于是,其测量结果表示为:

晶粒度级别指数: $G \pm (C . L)$

晶粒平均截距: $\bar{i} \pm \bar{i} \cdot (R . C . L)$

A.2.3 当变异系数(C . V)值异常大时,可从图 A1 以 C . V 值确定晶粒度级别范围,即将平均晶粒度加减范围正负偏差作为所测到的晶粒度范围。此晶粒度范围与平均值的置信限不同:即使进行更多的测量次数,这个区间范围变化很小,该范围名义上包括所有可能视场的 68%的晶粒度级别。同样,从图 A2 也可得到截距范围的正负相对偏差。将此偏差乘以 \bar{i} 值,作为所测到的晶粒截距的范围。

A.2.4 如测量次数与图 A1、图 A2 给出的次数不同时,可按下述方法进行确定 95%置信限。

A.2.4.1 截点计数的标准误差由公式(A12)计算:

$$S_{\bar{N}} = \frac{S}{\sqrt{i-1}} \quad (A12)$$

式中:S 截点计数的标准差(见公式 10);

i 测量次数。

A.2.4.2 取截点平均数(\bar{N})的 95%置信限为 $2S_{\bar{N}}$ 。当 N 足够大时,级别指数 G 的 95%置信限可按公式(A13)计算:

$$G(95\%C . L) = 3.3218 \lg \left(\frac{\bar{N} + 2S_{\bar{N}}}{\bar{N} - 2S_{\bar{N}}} \right) \quad (A13)$$

式中: \bar{N} 平均截点数[见公式(A9)];

$S_{\bar{N}}$ 截点计数的标准误差。

A.2.4.3 如平均截点数(\bar{N})的相对置信限,即 $\frac{2S_{\bar{N}}}{\bar{N}}$ 不超过 0.1 时,可用线性近似值代替计算值,级别指数 G 的 95%置信限可取 $2.9 \times \frac{2S_{\bar{N}}}{\bar{N}}$,平均截距 \bar{i} 的 95%相对置信限可取 $1.01 \times$

$\frac{2S_{\bar{N}}}{\bar{N}}$ 。

表 A1 理想试样线性分析中预期的标准误差

截点计数 N	N 的变异系数 $\left(\frac{1}{\sqrt{N}}\right)$	N 的标准差 (\sqrt{N})	\bar{i} 的标准差 %	G 的标准差	\bar{i} 在圆上引起的误差%
4	0.50	2	+100 - 33 ± 67	- 2.0 +1.16 ± 1.58	+10
6	0.41	2.45	+69 - 29 ± 49	- 1.51 +0.98 ± 1.25	+4.7
10	0.32	3.16	+46 - 24 ± 35	- 1.10 +0.79 - 0.95	+1.7
15	0.26	3.87	+35 - 21 ± 28	- 0.86 +0.66 ± 0.76	+0.7
20	0.22	4.47	+29 - 18 ± 24	- 0.73 +0.58 ± 0.66	+0.4
30	0.18	5.48	+22 - 15 ± 19	-0.58 +0.48 ± 0.53	+0.2
35	0.17	5.92	+20 - 14 ± 17	- 0.53 +0.45 ± 0.49	+0.13
40	0.16	6.32	+19 - 14 ± 16	- 0.50 +0.42 ± 0.46	+0.1
50	0.14	7.1	+17 - 12 ± 14	- 0.44 +0.38 ± 0.41	+0.07
75	0.12	8.7	± 12	± 0.33	+0.03
100	0.10	10.0	± 10	± 0.29	+0.02
150	0.08	12.2	± 8	± 0.24	...
200	0.07	14.1	± 7	± 0.20	...
300	0.06	17.3	± 6	± 0.17	...
500	0.045	22.4	± 4.5	± 0.13	...
1000	0.03	31.6	± 3.2	± 0.09	...

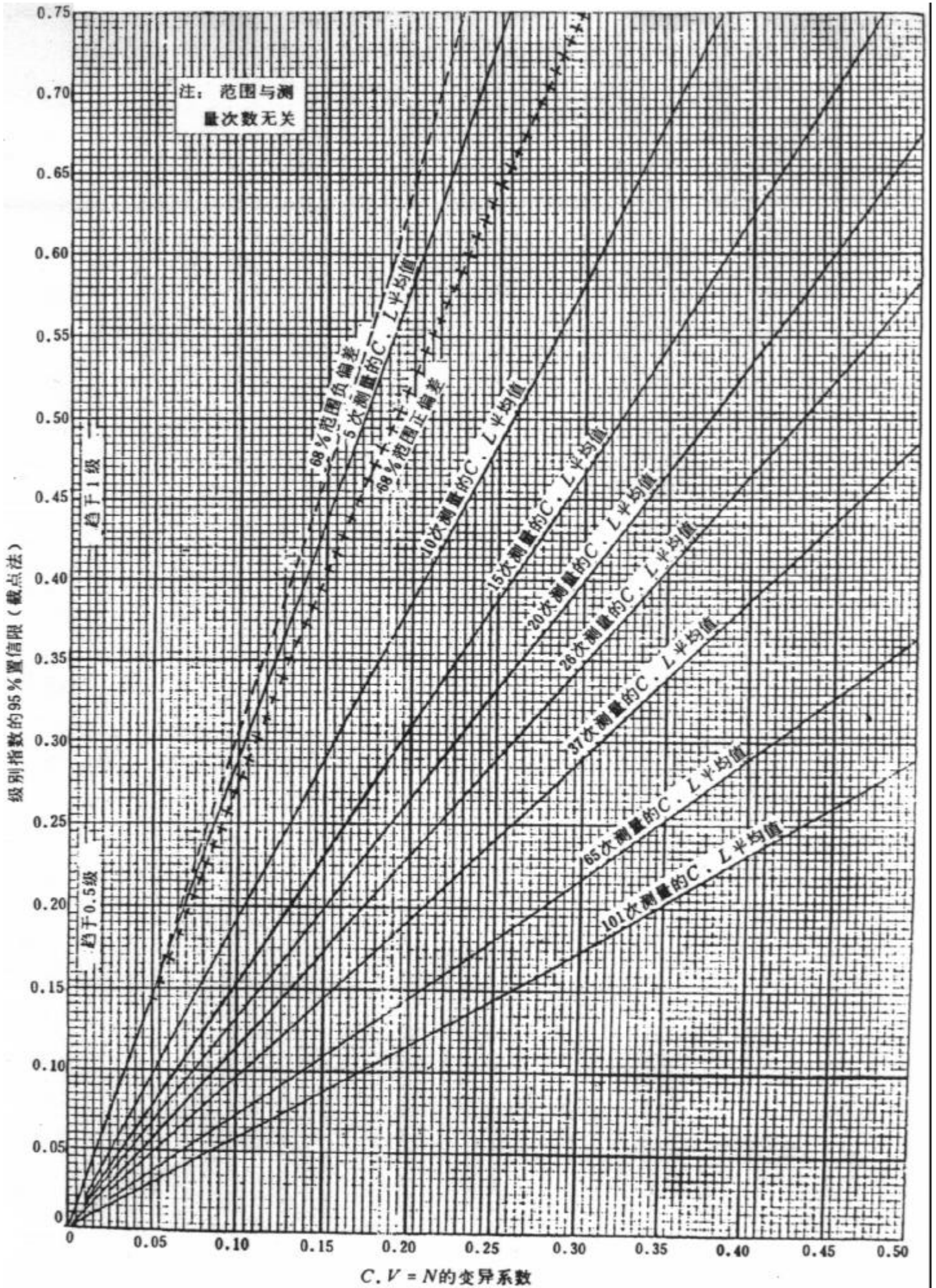
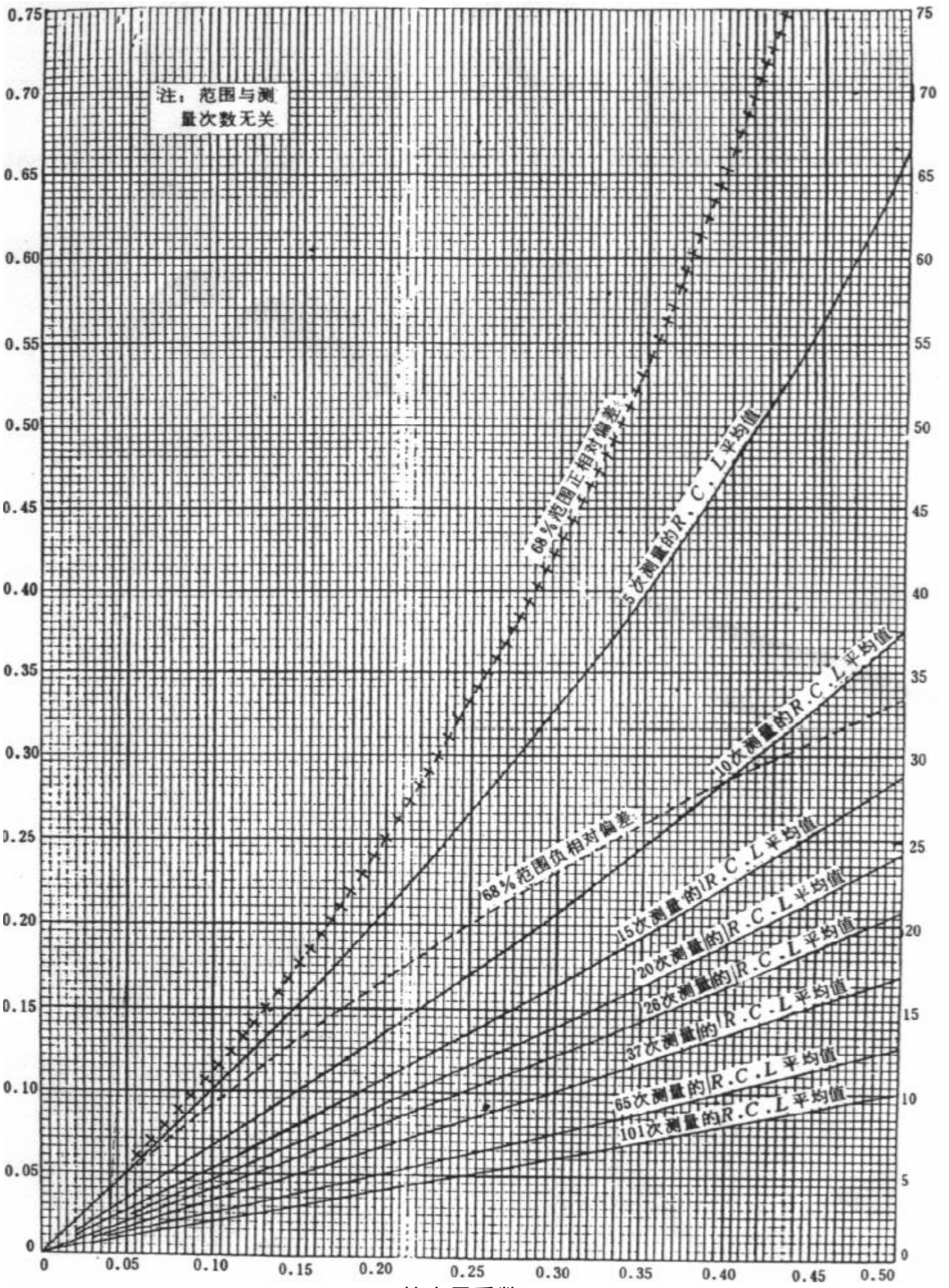


图 A1 晶粒度级别指数 G 的置信限确定图



C.V.=N 的变异系数

图 A2 平均截距 \bar{r} 的相对置信限确定图

A.2.5 实例

在 200 倍下观测,使用 500mm 的测量网格在 5 个视场上测得截点数分别为:92、78、109、74 和 117。

A.2.5.1 利用公式(A9)计算平均截点数:

$$\bar{N} = \frac{\sum_{j=1}^i N_j}{i} = (92+78+109+74+117) \div 5 = 94$$

A.2.5.2 利用公式(A10)计算截点计数的标准差

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^i (N_j - \bar{N})^2}{i-1}} = \sqrt{\frac{(92-94)^2 + (78-94)^2 + (109-94)^2 + (74-94)^2 + (117-94)^2}{5-1}} = 18.80$$

A.2.5.3 利用公式(A11)计算截点计数的变异系数

$$C.V = \frac{S}{\bar{N}} = \frac{18.80}{94} = 0.20$$

A.2.5.4 利用图 2、图 3 或公式计算,可求出 200 倍下,500mm 测量网格内平均截点数 $\bar{N} = 94$ 的平均晶粒度级别指数 $G=7.2$,平均截距: $\bar{i}=0.0265\text{mm}$ 。

A.2.5.5 利用图 A1,查出 5 次测量 $C.V = 0.20$ 的晶粒度 95%置信限为 0.585。于是,晶粒度级别指数表示为:

$$G = 7.2 \pm 0.6(95\%C . L)$$

A.2.5.6 利用图 A2,查出 5 次测量 $C . V = 0.20$ 的平均截距 95%相对置信限为 0.21,平均截距的 95%置信限可计算得: $0.0265\text{mm} \times 0.21 = 0.0056\text{mm}$ 。于是,晶粒平均截距表示为:

$$\bar{i} = 0.027 \pm 0.006\text{mm}(95\%C . L)$$

A.2.5.7 可以看出 $C . V = 0.20$ 明显地高于按 $\bar{N} = 94$,5 次测量预期的标准值 0.103(见表 A1)。这说明试样实际上是波动的。此时,从图 A1 查出 $C . V = 0.20$ 时晶粒度范围的正负偏差是+0.53 和 - 0.64。因此,晶粒度级别指数范围为 6.6 ~ 7.7 级。

A.2.5.8 若指定按 0.5 级精度来测定平均晶粒度时,我们必须增加测量次数,以获得 0.25 级或小于 0.25 级的 95%的置信限。从图 A1 看出, $C.V$ 值保持接近 0.20 的测看次数是 26 次。

A.2.5.9 于是,除去原先所测的 5 次外,再补充进行 21 次测量。新的平均截点数 $\bar{N} = 101$,相应的 $G = 7.40$ 、 $\bar{i} = 0.0248\text{mm}$ 。

A.2.5.10 新的 $C . V$ 值是 0.19,图 A1 中对应此值 26 次测量的 95% $C . L$ 为 0.22 级。最终晶粒度级别确定为: $G = 7.4 \pm 0.22(95\%C . L)$ 。这样,在所规定精确至 0.5 级的晶粒度为 7.5 级,而不是最初 5 次测量结果所得的不可靠的 7.0 级(见 A.2.5.5)。

A.2.5.11 虽然变异系数只有 0.20 ~ 0.19 的变化,但仍表明试样晶粒度变化范围。从图 A1 查出范围正负偏差为+0.50 和 - 0.61。于是,晶粒度级别范围为 6.8 ~ 7.9 级。其级别范围宽度虽与 5 次测量时(见 A.2.5.7)一样,但整个级别提高了 0.2 级。

A.2.5.12 从图 A2,求出 $C . V = 0.19$ 时, \bar{i} 的 95% $C . V$ 值: $0.08 \times \bar{i}$ 即 0.002mm。于是平均截距: $\bar{i} = 0.025 \pm 0.002\text{mm}(95\%C . L)$ 。

对 $C . V=0.19$, \bar{i} 范围的正负相对偏差是+24%和 - 16%,于是,平均截距的范围为 0.021 ~ 0.031mm。

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由抚顺钢厂负责起草。

本标准主要起草人曾文涛、娄荣良。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB27-77 《钢的晶粒度测定法》作废。

本标准等效采用美国国家标准 ANSI/ASTMF 112 — 81 《测定金属平均晶粒度的标准方法》。