# 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的平均晶粒度表示及评定方法。这些方法也适用晶粒形状与标准系列评级图相似的非金属材料。这些方法主要适用于单相晶粒组织,但经具体规定后也适用于多相或多组元和试样中特定类型的晶粒平均尺寸的测量
- 1.2 本标准使用晶粒面积、晶粒直径、截线长度的单峰分布来测定式样的平均晶粒度。这些分布近似正态分布。本标准的测定方法不适用于双峰分布的晶粒度。双峰分布的晶粒度参见标准 E1181。测定分布在细小晶粒基体上个别非常粗大的晶粒的方法参见 E930。
- 1.3 本标准的测量方法仅适用平面晶粒度的测量,也就是试样截面显示出的二维晶度,不适用于试样三维晶粒,即立体晶粒尺寸的测量。
- 1.4 试验可采用与一系列标准晶粒度图谱进行对比的方法或者在简单模板上进行计数的方法。利用半自动计数仪或者自动分析晶粒尺寸的软件的方法参见 E1382。
- 1.5 本标准仅作为推荐 性试验方法,它不能确定受检材料是否接收或适合使用的范围。
- 1.6 测量数值应用 SI 单位表示。等同的英寸-英镑数值,如需标出,应在括号中列出近似值.
- 1.7 本标准没有列出所有的安全事项。本标准的使用者英建立适合的安全健康的操作规范和使用局限性。

#### 1.8 章节的顺序如下:

章节	Number
范围	1
参考文献	2
术语	3
重要性和用途	4
使用概述	5
制样	6
测试	7
校准	8
显微照相的准备	9
程序比较	10

平面法(JEFFRIES)	11
普通截取法	12
海恩线截取法	13
圆形截取法	14
Hilliard 单环法	14. 2
Abrams 三环法	14. 3
统计分析	15
非等轴晶试样	16
含两相或多相及组元试样	17
报告	18
精度和偏差	19
关键词	20
附件	
ASTM 晶粒尺寸等级基础	附件 A1
晶粒度各测量值之间的换算	附件 A2
铁素体与奥氏体钢的奥氏体晶粒尺寸	附件 A3
断口晶粒尺寸方法	附件 A4
锻铜和铜基合金的要求	附件 A5
特殊情况的应用	附件 A6
附录	
多个实验室的晶粒尺寸判定结果	附录 X1
参考附件	附录 X2

# 2、参考文献

- 2.1ASTM 标准
- E3 金相试样的准备
- E7 金相学有关术语
- E407 微蚀金属和合金的操作
- E562 计数法计算体积分数的方法

E691 通过多个实验室比较决定测试方法的精确度的方法

E883 反射光显微照相指南

E930 截面上最大晶粒的评估方法(ALA 晶粒尺寸)

E1181 双峰分布的晶粒度测试方法

E1382 半自动或全自动图像分析平均晶粒度方法

- 2.2 ASTM 附件
- 2.2.1 参见附录 X2
- 3 术语
- 3.1 定义 参照 E7
- 3.2 本标准中特定术语的定义:
- 3.2.1 ASTM 晶粒度——G,通常定义为

公式 (1)

N<sub>AE</sub> 为 100 倍下一平方英寸 (645.16mm<sup>2</sup>) 面积内包含的晶粒个数,也等于 1 倍下一平方毫米面积内包含的晶粒个数,乘以 15.5 倍。

### 3.2.2 = 2.1

- 3.2.3 晶界截点法—— 通过计数测量线段与晶界相交或相切的数目来测定晶粒度 (3 点相交 认为为 1.5 各交点)
- 3.2.4 晶粒截点法——通过计数测量线段通过晶粒的数目来测定晶粒度(相切认为 0.5 个,测量线段端点在晶粒内部认为 0.5 个)
- 3.2.5 截线长度—— 测量线段通过晶粒时与晶界相交的两点之间的距离。

## 3.3 符号

α	两相显微组织中的基体晶粒
A	测量面积
$A^{-}$	截面上的平均晶粒
$AI_{l}$	晶粒伸长率或纵向晶粒伸长率
$\overline{d}$	平均平面晶粒直径(平面Ⅲ)
D	平均空间(体积)晶粒直径
f	平面计算方法的 JEFFRIES 乘数

G	显微晶粒度级别数
l	平均截距
$\overline{l_{\alpha}}$	在两相显微组织中的基体晶粒上的平均截距
$\overline{l_l}$	非等轴晶粒纵向平均线截距
$\overline{l_t}$	非等轴晶粒横向平均线截距
$\overline{l_P}$	非等轴晶粒面积平均线截距
$l_o$	基本长度 $32mm$ ,用于在微观和宏观截线法说明 $G$ 与 $l$ 之间关系
L	测试线长度
M	放大倍数
$M_{b}$	图谱中的放大倍数
n	视场个数
$N_{\alpha}$	两相显微组织中的测试线截过的 $\alpha$ 晶粒数目
$N_A$	1X 每平方毫米的晶粒数
$N_{\scriptscriptstyle Alpha}$	两相显微组织中的 1X 每平方毫米的 α 晶粒数目
$N_{AE}$	100X 每平方英寸的晶粒数
$N_{\scriptscriptstyle Al}$	非等轴晶粒下纵向 $N_A$
$N_{At}$	非等轴晶粒下横向 $N_A$
$N_{Ap}$	非等轴晶粒下平面上 $N_A$
Ni	测试线上截线的数目
$N_{\it inside}$	完全在测试环中晶粒数
$N_{{ m int} ercepted}$	被测试环截断的晶粒数
$N_L$	测试线上单位长度上截线的数目
$N_{Ll}$	非等轴晶粒下纵向 $N_L$

$N_{Lt}$	非等轴晶粒下横向 $N_L$
$N_{Lp}$	非等轴晶粒下平面上 $N_L$
$P_{i}$	测试线与晶界相交数
$P_L$	单位长度测试线与晶界相交数
$P_{L_l}$	非等轴晶粒下纵向 $P_L$
$P_{Lt}$	非等轴晶粒下横向 $P_L$
$P_{Lp}$	非等轴晶粒下平面上 $P_L$
Q	
$Q_m$	
S	标准偏差
$S_{V}$	单相结构中晶界表面积的体积比
$S_{Vlpha}$	两相结构中晶界表面积的体积比
t	学生的 t 乘数,确定置信区间
$V_{_{Vlpha}}$	两相结构中α相体积分数
95%CI	95%置信区间
%RA	相对准确率百分速

# 4 使用概述

- 4.1 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
- 4.1.1 比较法: 比较法不需计算晶粒、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)。评估值的重现性与再现性通常为±1 级
- 4.1.2 面积法: 面积法是计算已知面积内晶粒个数,利用单位面积晶粒数  $N_A$  来确定晶粒度级别数 Gc 该方法的精确度中所计算晶粒度的函数。通过合理计数可实现 $\pm 0.25$  级的精确度。面积法的测定结果是无偏差的,重现性小于 $\pm 0.5$  级。面积法的晶粒度关键在于晶粒界面明显划分晶粒的计数

- 4.1.3 截点法: 截点数是计算已知长度的试验线段(或网格)与晶粒界面相交截部分的截点数,利用单位长度截点数 来确定晶粒度级别数 G。截点法的精确度是计算的截点数或截距的函数,通过有效的统计结果可达到 ±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,截点法由于不需要精确标计截点或截距数,因而较面积法测量快。
- 4.2 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。
- 4.3 如有争议时截点法是所有情况下仲裁的方法
- 4.4 不能测定重度冷加工材和平均晶粒度。如有需要。对于部分再结晶合金和轻度的冷加工 材料可视作非等轴晶组成
- 4.5 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析结果。所以不能用评级图来测定单个晶粒。根据 平均植计算晶粒度级别 G, 仅对在每一领域的个别测量值进行统计分析

#### 5. 运用性

- 5.1 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,在检测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晶粒面
- 5.2 在纤维组织中的晶粒尺寸和位置都是随机分布的,因此,只有不带偏见地随机选取三个或三个以上代表性。只有这样,所谓"代表性"即体现试样所有部分都对检验结果有所贡献,而不是带有遐想的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。

#### 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。试样的数量及取样部位按相应的标准或技术条件规定
- 6.2 切取试样应避开剪切、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 检测试样

7.1 一般来说,如果是等轴晶粒,任何试样方向都可行。但是,锻造试样等轴晶粒的出现

7.2 如果纵向晶粒是等轴的,那么这个平面或其他平面将会得到同样的精度。如果不是等轴的,延长了,那么这个试样不同方向的晶粒度测量会变化。既然如此,晶粒度大小应该至少由两到三个基本平面评定出。横向,纵向和法向。并根据 16 章计算平均值。如果使用直线而不是圆圈测量非等轴晶粒截点,可有两个测试面得到结果截点数,而不是面积法中所说的三个。

7.3 抛光的区域应该足够大,在选用的放大率下,至少能得到 5 个区域。在大部分情况下,最小的抛光面积达到 160mm2 就足够了,薄板和丝材除外。

7.4 根据 E-3 推荐的方法, 试样应当磨片, 装配(如果需要的话), 抛光。 根据 E-409 所列出的, 试样应被试剂腐蚀。

## 8 校准

- 8.1 用千分尺校准物镜,目镜的放大率。调焦时,设置在2%内
- 8.2 用毫米尺测量测试直线的准确长度和测试圆的直径。
- 9显微照片的准备

显微照片按 E883 准备。

## 10 比较法

- 10.1 比较法适用于评定具有等轴晶粒的再结晶材料或铸态材料
- 10.2 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。因此本标准有下列四个系列标准评级图:
- 10.2.1 系列图片 1: 无孪晶晶粒 (浅腐蚀) 100 倍
- 10.2.2 系列图片 2: 有孪晶晶粒 (浅腐蚀) 100 倍
- 10.2.3 系列图片 3: 有孪晶晶粒 (深腐蚀) 75
- 10.2.4 系列图片 4: 钢中奥氏体晶粒 (渗碳法) 100 倍

- 10.3 表 1 列出了各种材料建议使用的标准评级图。
- 10.4 显微晶粒度的评定

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象或显微照片与相应表系列评级图或标准评级图复制透明软片比较,选取与检测图象最接近的标准评级图级别数,记录评定结果。

- 10.5 观察者进行评定时,要选择正确的放大率,区域合适的尺寸晶粒级别),有代表性视场的试样的截面和评定平均晶粒度的区域。详见 5.2
- 10.6 每个试样应进行三四处代表性区域的晶粒度评定。
- 10.7 当带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 (75,100) 不能满足需要时,根据注 2 和表 2 进行换算
- 10.8 在晶粒度图谱中,最粗的一端视野中只有少量晶粒,在最细的一端晶粒的尺寸非常小,很难准确比较。当试样的晶粒尺寸落在图谱的两端时,可以变换放大倍数使晶粒尺寸落在靠近图谱中间的位置。

10.9

- 10.10 使用相同的方法,不同的测量人员经常得到有细微差别的结果,期望提供不同测量值偏差
- 10.11 重复试验时,会与第一次出现发生偏差,通过改变放大率,调整物镜,目镜来克服 10.12 对于特别粗大的晶粒使用宏观晶粒度进行的测定,放大倍数为 1 倍,直接将准备好的 有代表性的晶粒图象与系列评级图 1(非孪晶)和图 2 及图 3(孪晶)进行比较评级。由于 标准评级图是在 75 倍和 100 倍下制备的,待测宏观晶粒不可能完全与系列评级图一致,为 此宏观晶粒度可用平均晶粒直径或表 3 所列的宏观晶粒度级别数 来表示,见注 3
- 10.13 比较程序可以用来评判铁素体钢经过 McQuaid-Ehn 测试(参见附录 A3、A3.2)或其它任何方法显示出的奥氏体晶粒尺寸(参见附录 A3、A3.2)。经过 McQuaid-Ehn 测试得到的晶粒(参见附录 A3)可以通过在 100X 晶显微图像中和标准晶粒度图谱图IV相比较得到其晶粒尺寸。测量其它方法得到的奥氏体晶粒度(参见附录 A3),可将 100X 晶显微图像中和图 I、II或IV中最相近的结构相比较。
- 10.14 所谓"SHEPHERD 断口晶粒尺寸方法"是通过观察淬火钢(2)断口形貌并与一系列

标准断口相比较<sup>6</sup>来判别晶粒尺寸。试验发现任意的断口晶粒尺寸和 ASTM 晶粒尺寸吻合良好。 这种吻合使得奥氏体晶粒可以通过断口晶粒尺寸来判断。

## 11 面积法

在显微照片上选择一个已知面积(通常是 5000mm2),选择一个到少能截获 50 个晶粒的放大倍数。调好焦后,数在这个范围内的晶粒数。指定区域的晶粒数加上被圆圈截获的晶粒数的一半就是整个晶粒数。如果这个数乘上 f, 在表五中有 JEFFRIES 乘数对应的放大率。1X 每平方毫米的晶粒数,由以下公式计算出:

是完全落在网格内的晶粒数, 是被网格所切割的晶粒数 ,平均晶粒度也就是 的倒数。即 。平均平面晶粒直径(平面III),是平均晶粒度的平方根 。晶粒直径没有物理意义。因为它代表的是正方形晶粒区域。

11.2 为了能够获得测试环内晶粒的数目和测试环上相交的晶粒数目,有必要用油笔或钢笔在模板上的晶粒做记号。面积法的精度与晶粒的数目有关。 但是在测试环中晶粒的数目不能超过 100,否则会变得乏味和不准确。经验表明选择一个倍数使视野中包含 50 个晶粒左右为最佳。由于需要在晶粒上做记号以获得准确的计数所有这种平面法比截点法效率低。11.3 测量视场的选择应是不带偏见地随机选择允许附加任何典型视的选择才是真实有效的11.4 在最初的定义下,NO.1 晶粒为在 100X 下有 1.000 晶粒/英寸  $^2$ , 1X 下有 15.500 个晶粒/mm $^2$ 。在其它的非标准环组成的面积中,从表 4 中找出最相近的尺寸来判断每平方毫米下实际的晶粒数。ASTM 晶粒度 G 可以通过表 6 由 $N_A$ (1X 每平方毫米的晶粒数)用(公式 1)计算得出。

#### 12 截点法

- 12.1 截点法较面积法简捷,建议使用手动记数器,以防止记数的正常误差和消除预先估计过高或过抵的偏见
- 12.2 对于非均匀等轴晶粒的各种组织应使用截点法,对于非等轴晶粒度,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总体平均晶粒度。
- 12.3ASTM 平均晶粒度 G 和直截面之间没有直接的联系, 不像面积法中 , , 和 之间有确

定的联系。关系式 不运用于等轴晶粒。在 100 倍的放大下,平均截面上 32mm 的平均晶粒度计算公式为:

这里 是 32mm

12.4 晶界表面积比由 公式 算出。这个关系式与晶粒形状无关

#### 13 直线截点法

- 13.1 估算出被直线截出的晶粒数,不低于50个。可以通过延长测试线和扩大放大率得到
- 13.2 为了获得合理的平均值,应任意选择 3~5 个视场进行测量。如果这一平均值的精度不满足要求时,应增加足够的附加视场。
- 13.3 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。
- 13.4 应该排除有 4 个或更多方向直线排列,中度偏离等轴结构的截点计算。可以使用图 5 中的四条直线
- 13.5 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部分。必要时也可使用法向。图 1 任一条 100mm 线段,可平行位移在同一图象中标记""处五次来使用

### 14 圆截点法

- 14.1 圆截点法被 hiilliard underwwood 和 adrams 提倡。它能自动补偿而引起的偏离等轴晶粒误差。圆截点法克服了试验线段部截点法不明显的毛病。圆截点法作为质量检测评估晶粒 度的方法是比较合适的。
- 14.2 单圆截点法
- 14.2.1 运用直线法测量偏离等轴晶粒的晶粒度,如果不是很小心的操作可能会引起偏差。圆截点法会削除偏差
- 14.2.2 使用的测量网格的圆可为任一周长,通常使用 100mm,200mm 和 250mm.

测度圆不应该比最大的晶粒小。

#### 14.3 三圆截点法

14.3.1 试验表明,每个试样截点计数达 500 时,常获得可靠的精确度,对测量数据进行 开方检验,结果表明截点计数服从正态分布的统计方法处理,对每次晶粒度测定结果可计 算出置信区间。但是如果每个视场产生 40~100 个截点计数,误差也会容易产生。因为每一视场的晶粒结构是变化的。至少应该选择 5 个视场,一些金相实验者认为,选 10 个区域,每个区域 40~50 个点最合适。对大多数晶粒结构,在 5~10 区域选择 400~500 截点,精确度 将会大于 10%。

14.3.2 测量网格由三个同心等距,总周长为 500mm 的圆组成,如图 5 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 区间,如置信区间不合适,需增加视场数,直至置信区间满足要求为止。

在测试中允许使用合适尺寸的刻线,但希望观察者能找出推荐刻度正确阅读的难点,运用手动记数器,完整依次阅读每个圆上的点数直到计算出晶界面所有的点数。手动记数器可以避免预先估计的过高过低的偏差。

14.3.2.1 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 个~100 个截点数,目的是通过选择 5 个视场可获得 400 个~500 个总截点计数。

14.3.2.2 测量网格通过三个晶粒汇合时截点计数为 2 个

14.3.3 根据以下公式计算 和 , 和 是截面上的点数, 是测试线长度, 是放大

率

14.3.4 计算平均截距 ,运用表 6 中的方程式或表 4,图 6 中的数据,可的出晶粒度

15 统计分析

15.1

15.1 晶粒度测量不可能是十分精确的测量。所以结果不可能代表实际的晶粒度大小。,根据工程实践,本章方法提出了保证测量结果满足相应的置信区间及相对误差的要求。使用 95%的置信区间 (95%CI)表示测量结果有 95%的几率落在指定的置信区间内。

15.1.1 每一视场晶粒度的大小总是在变化,这是不确定性的一部分。

15.1.2 测量好需要的数值后,根据

计算平均数, 每个具体的值, 是个数

15.3 根据 计算标准差

s 是标准差

15.4 95%置信区间按

计算

表 7 列出了 和 对应值

15.5 测量结果相对误差按

计算

15.6 如果%RA 对此预期要求相差太大,应补增视场数后重新计算。对于大多数计算,%RA 不大于 10% 是视为有效的

15.7 运用图 4 和图 6 的方程式,换算 , 和平均晶粒级别数 G。

#### 16 非等轴晶试样的晶粒度

- 16.1 如晶粒形状加工而改变,不再是等轴形状。对于矩形的棒材或板材晶粒度应在材的纵向、横向法向截面上测定,对于圆帮材晶粒度应在纵向和横向截面上测定。如果等轴偏差不太大(3:1 形状比),可在纵向试样面上使用圆形测量网格进行分析。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
- 16.2 面积法
- 16.2.1 当晶粒形状不是等轴而生长,运用面积法测定晶粒度方法是在三个主平面上进行晶粒 计数,也就是测定纵向、横向及法向平面上放大一倍时的每平方毫米内的平均晶粒度 , , , 然后计算出每平方毫米内的平均晶粒度 :
- 16.2.2 对于等轴形状偏离形状不太严重的晶粒度可以仅根据 计算出
- 16.2.3 根据 计算出 , 仅对每个区域的各个值进行统计分析
- 16.3 截面法
- 16.3.1 要估计非等轴组织的晶粒度。可使用圆测量网格随机地放在三个主检测面上进行。或使用直线段在 3 个或 6 个主检测面(见图 7)进行截点计数。对于等轴形状偏离不太严重(3:1 形状比)的晶粒度的圆测量网格在纵向面上进行测量是可行的
- 16.3.2 晶粒度可以通过单位长度晶界相交的平均数或单位长度上晶粒截线的平均数计算出对于单相晶粒结构,两种方法得到相同的结果。 $\overline{P_L}$ , $\overline{N_L}$  可由每个主检测平面上的测试圆和

图 7 所示的 3 个或 6 个主要测试方向上的直线计算出。

16.3.3 根据在三个平面上随机测量的 $\overline{P_L}$ , $\overline{N_L}$ 用以下公式计算平均值

$$\overline{P} = (\overline{P_{Ll}} \cdot \overline{P_{Lt}} \cdot \overline{P_{Lp}})^{1/3}$$

$$\overline{N} = (\overline{N_{Ll}} \cdot \overline{N_{Lt}} \cdot \overline{N_{Lp}})^{1/3}$$

根据 $\overline{P_{l}}$ , $\overline{N_{l}}$ 选择性计算 $\overline{l_{l}}$ , $\overline{l_{r}}$ , $\overline{l_{p}}$ ,通过以下公式计算 $\overline{l_{l}}$ 

$$\bar{l} = (\overline{l_l} \cdot \overline{l_t} \cdot \overline{l_p})^{1/3}$$

16.3.4 如果测试线在三个主平面的主方向上。仅两个三个主方向内的主平面需要计算,并且获得晶粒度的估算值

16. 5 根据纵向面上平行(0)和垂直(90)于变形方向的平均截距,可确定晶粒伸长率或各向异

性 
$$AI$$
,  $AI = \frac{\overline{l_1}(0)}{\overline{l_1}(90)}$ 

16.3.5.1

三维晶粒的形状,可通过三个主基础面上的平均截距来确定

16.3.5.2

可将以上结果简化成按比例表示的最小值

16.3.6 三个主平面上的 $\overline{l}$ 可由 $\overline{N_L}$ , $\overline{P_L}$ ,得出(参见 Eq22),以下公式计算:

$$\overline{P} = (\overline{P_{LL}} \cdot \overline{P_{LL}} \cdot \overline{P_{LD}})^{1/3}$$

$$\overline{l} = (\overline{l_{Ll}} \cdot \overline{l_t} \cdot \overline{l_p})^{1/3}$$

16.3.7 平均晶粒度由表 4 的得出的全部平均数和表 6 中的方程式。非等轴晶粒的晶粒度计算 参见附录 A1 和 E1382 实验方法

16.4 每一平面和基本测试方向的数据,根据 15.1-15.5 所示方法进行统计分析

17 含两相或多相及多级组无试样的晶粒度

17.1 对少量的第二相的颗粒,不论是否是所希望的形貌,测定晶粒度时可忽略不计,也就是说当作单相物质结构来处理,可使用面积法或截点法测定其晶粒度,若无另有规定,其有效的平均晶粒度应视作为基体晶粒度。

17.2 根据 E-562, 测定各部分晶粒所占的百分比

17.3 比较法 对于大多工艺生产检验,如果第二相(或组元)基本上与基体晶粒大小相同由岛状或片状组成,或者是第二相质点(晶粒)的数量少而尺寸又小的,并位于初生晶粒的晶界处,此时可用比较法。

17.4 面积法 如果基体晶粒边界清晰可见,且第二相(组元)质点(晶粒)主要存在于基体晶粒之间,而不是在晶粒内时,可使用面积法进行晶粒度测量。选用的测量网格面积大小,应以只能覆盖基体晶粒为度,通过统计测量网格面积内的晶粒数 N 来确定基体晶粒度。其有效平均晶粒度由每一基相的晶粒度来确定。

#### 17.5 截点法

17.5.1 适用于面积法的限定条件同样适用于本截点法。此外,还应确定基相()的体积分数。然后使用单圆或三圆的测量网络,计数出测量网格与基体晶粒相交截的晶粒数按下述确定基相晶粒的平均截距:

式中 为基相()晶粒体积分数,可利用 (基相晶粒面积分数)关系估算 测量网格长度,单位为毫米

放大倍数

测量网格与基相晶粒交截数

17.6 运用平行的直线的个别截面长度的测量决定平均截距也是可行的。不要测量线尾的截点。这个方法很烦琐,除非在一些情况下可以自动进行。可根据表 4 表 6 得到 G 值

#### 18 报告

- 18.1 测试报告中需表明试样所有相关信息,如成分、规格名称或商标、顾客或数据需求者、测试日期、热处理或其它处理历史、试样的位置和区域、腐蚀液和腐蚀方法,晶粒度分析方法及其它需要的信息。
- 18.2 列出了测量视野的数目,放大倍数和视野面积。晶粒的数目、截线 或交点的数目也需要记录。在两相结构中,需列出基体相的面积分数。
- 18.3 如有需要,应提供典型形貌的显微照片。
- 18.4 类出平均测量值、标准偏差、95%置信区间、相关准确度百分比和 ASTM 晶粒度。
- 18.4.1 在比较法中,仅需列出估计的 ASTM 晶粒度.

- 18.5 对于非等轴晶粒,列出分析方法,检查的面积,评判的方向(如可适用的),每个面或方向的估算晶粒度,主要平面的测量平均值,计算或估算的 ASTM 晶粒度。
- 18.6 两相结构中, 列出分析方法,基体相的数量(如测量了),基体相的晶粒尺寸(标准偏差、95%置信区间、相关准确度百分比)、计算或估算的 ASTM 晶粒度。
- 18.7 如需要列出一批试样中的平均晶粒尺寸,不能简单地计算 ASTM 晶粒度的平均值,要计算实际测量值的算术平均值,如每个试样的 。从批平均值中计算或估计批 ASTM 晶粒度 。试样的 也可以根据 15 节进行统计分析,来估算晶粒尺寸随批次的不同而产生的变化。

#### 19 准确度和偏差

- 19.1 晶粒尺寸测量的准确度和偏差依靠于试样选取的代表性和选择测量抛光平面面积的代表性。如果晶粒的尺寸随产品而变化,试样和区域的选择必须适合这种变化。
- 19.2 晶粒尺寸测量的相对准确度随着选取试样的增多而提高。每个试样的晶粒尺寸测量的相对准确度随着选取区域、晶粒数目及截线的增多而提高。
- 19.3 试样准备不适当会产生测量偏差。只有显示出真正的结构和完整的晶界才能获得最佳的测量精度远离偏差。当未被显出的晶界数目增多时,偏差增加,准确度、重复性、再现性变差。
- 19.4 选用不适合的放大倍数会产生偏差。
- 19.5 如果晶粒的形状不是等轴的,例如通过变形晶粒被拉长或变得扁平,这时只测量一个平面上的晶粒尺寸,尤其时和变形方向垂直的平面,会产生偏差。产生变形的晶粒最好采用与变形方向一直的平面来测试。变形的晶粒尺寸应该是在两个或三个基本面上的测量值由16节的方法计算而得得平均值。
- 19.6 单峰分布的试样可以用这些试样方法来得到晶粒度。双峰分布(或更复杂)的试样不能用仅产生单一平均晶粒度得方法来测量,它应该菜用 E1181 的方法进行描述,用 E112 的方法进行测量。测定分布在细小晶粒基体上个别非常粗大的晶粒的方法参见 E930。
- 19.7 当采用比较法,需选择和试样性质一致的图谱(孪生或非孪生,或渗碳和缓冷),腐蚀(平腐蚀或晶粒对比腐蚀),以获得最佳的精度。
- 19.8 采用对比法获得的单个金相晶粒度等级公差是±0.5G, 当同一试样的多个数据时, 其晶粒度等级公差可达到 1.5-2.5G.
- 19.9 断口晶粒尺寸方法只能应用于硬化钢、相对脆性的工具钢。试样需淬火或请读回火,断口表面非常平整。采用"SHEPHERD 断口晶粒尺寸方法",有经验的金相工作者可以估算

工具钢的原奥氏体晶粒尺寸公差是±0.5G.

19.10 一种试样程序(参见附录 X1)是根据操作标准 E691 进行分析的,其结果显示在面积 法和截线法中选用图 I 和晶粒测量结果进行比较,其偏差程度相当一致。图中的晶粒度比测量值粗 0.5-1G,即 G 的数目减少。

19.11 没有观测误差存在,由面积法或截线法测出的晶粒度结果应一致。

19.12 随着晶粒或截线段数目增加,晶粒度测量的相对准确度也提高。在相同的数目下,截线法的相对准确度要优于平面法。对于截线法,获得大约 400 个截线或截点数能达到 10%的 RA,而对于平面法,需要大约 700 个截线或截点数能达到 10%的 RA。重复性和可再现性随着晶粒或截线段数目增加而提高,相同数目下,截线法的效果要优于平面法。

19.13 为了获得准确的计数,面积法需要在晶粒上做记号,而截线法则不需要。截线法使用 简单快捷。而且测试表明截线法有着更好的统计精度,因此推荐用截线法。

19.14 单个操作者重复测量晶粒度公差可到±0.1G,一组操作者晶粒度公差可到±0.5G。

20 关键词

20.1 ALA 晶粒尺寸;各相异性指数;面积分数;ASTM 晶粒度;校准;等轴晶粒;腐蚀剂;晶界;晶粒;晶粒尺寸;截线数;截线长度;截点数;非等轴晶;孪生晶界

附录

(强制性信息)

A1 ASTM 晶粒度级别数的基础

A1.1.1 术语和符号的描述

N=晶粒个数平均数

一般术语晶粒度普遍用于评定晶粒大小或和几种测量方法中,通常使用长度、面积或体积。使用的晶粒 度级别数表示的晶粒度与测量方法和计量单位无关。图 6,表 2 和表 4 中阐明计算 G 的方程式,附录 A2 中提供了普遍使用测量方法的关系。方程中的测量值如下:

A1.1.1.1N=已知测定区域 A 的晶粒截面数,L=已知测定网格的长度。M=放大率

A1.1.1.2 调整放大率后, 是单位面积( $mm^2$ )内的晶粒个数(1 倍), $N_L$ 测试线上单位长度 (mm) 上截线的数目(1 倍), $P_L$  是单位长度 (mm)测试线与晶界相交数(1 倍)。

A.1.1.1.3 
$$\bar{l} = \frac{1}{N_A} = \frac{1}{P_L}$$
,  $\bar{l}$  是单位长度(mm) (1 倍)的平均截距

A1.1.1.4 是测试网格平均面积,平均晶粒直径 是 的平方根。

A1.1.1.5 l,t,p 写在下面当评定非等轴晶粒结构的晶粒大小时,三个下标代表了三个主要平面。 L 是纵向面。T 是横向面。P 是法向面。三个面互相垂直。每个平面上有两个互相垂直的主要方向。

A1.1.1.6n 是视场个数

A1.1.1.7 另外以下特殊符号在随后的方向式中列出

## 截面法

A1.2.1.米制单位 l是 100X下平均截距, 是 1X下 平均截距,单位 mm。

G=0 . =32

#### 面积法

英制单位  $N_{AF}$  是 100X 每平方英寸的晶粒数

A2 晶粒度各种测量值的计算

A2.1 放大率的改变—如果在放大率为 M 下观察的到晶粒度,需要换算成在 MB 放大率 (100X 或 1X),根据以下方法计算:

A2.1.1 面积法:

$$N_{\scriptscriptstyle A} = N_{\scriptscriptstyle A0} (M \, / \, M_{\scriptscriptstyle b})^2$$

 $N_A$ 是放大倍数为 $M_b$ 的晶粒数

截点法

 $N_i = N_{io}(M/M_b)$ 

 $N_i$  是放大倍数为  $M_b$  的截点数

A2.1.3 长度  $l = l_0 M_b / M$ 

l 是放大倍数为 $M_{h}$ 的长度

A.2.1.4ASTM 晶粒级别数 $G = G_0 + Q$ 这里

$$Q = 2\log(M/M_b) = 2(\log_2 M - \log_2 M_b) =$$

是放大倍数为 $M_{h}$ 的平均晶粒级别数

A2.1.5  $N_A$ 1X 每平方毫米的晶粒数  $N_{AE}$ 100X 每平方英寸的晶粒数 换算关系为:

A2.2 其他换算关系式可由以下方程式算出: A 截面上的平均晶粒

A2.2.2

圆晶粒平均截距:

A2.3 以下给出其他有用的换算式:

A2.3.1

体积直径(空间的)

A2.3.2 单相结构中晶界表面积的体积比 $S_v$  =

两相结构中晶界表面积的体积比 $S_{v\alpha}$ 

A3.铁素体和奥氏体钢的奥氏体晶粒尺寸

A3.1 范围 不同的材料经过特殊的处理和工艺可以获得不同的晶粒特征。

A3.2 奥氏体晶粒尺寸

A3.2.1 铁素体钢——如果没有特别说明,奥氏体晶粒尺寸步骤如下:

A3.2.1.1 相关程序(碳钢和合金钢)——测试条件需和实际应用时热处理相关。加热温度不

超过正常热处理温度  $50^{0}$ F( $14^{\circ}$ C),保温时间不能超过 50%,热处理气氛相同。冷却速度和处理方法有关,微观检验参照表 1。

A3.2.1.2 渗碳 (碳钢和合金钢,碳含量一般低于 0.25%) — 这个程序一般在做 Mcquaid-enn 测试中用到。如果没有特别说明,渗碳温度在  $1700\pm25^0$ F(927 $\pm14$ °C),时间 8 小时或者渗碳厚度大约 0.050 英寸(1.27mm)

#### A4 断裂晶粒尺寸法

- A4.1 这种方法来源于 ARPI 和 Shepherd 通过断口老分析前奥氏体晶粒尺寸(参见注脚 11), 碳钢和合金钢的渗碳处理也可以用这种方法。
- A4.2 1 到 10 共十种断口分别对应在 ASTM 的晶粒度。断口的形状注明最相近的标准的数字,可以插入半个数字。如果断口有两种不同的断裂图案,还可以标出两个数字。
- A4.3 试样可以通过敲打自由端、三点弯曲其它的方法得到。在弄断之间可以进行刻槽或冷冻处理以获得平坦的断口。其它信息参见 VANDER VOORE(10)
- A4.4 试样主要由马氏体组成。允许适量的残留碳化物存在。但是其它的相变产物如贝氏体、珠光体和铁素体的批量存在会改变断口形貌,使方法失效。马氏体工具钢的过度回火也会改变断口形貌使评判失效。方法使用于淬火试样和轻度回火试样。扁平的脆性断口的结果最为准确。
- A4.5 研究表明断口晶粒尺寸和金相法的结果符合良好。对于大多数工具钢来说,断口晶粒度的范围在金相晶粒度 G 的  $\pm 1$  级。
- A4.6 断口法判断的晶粒度不能小于 10。断口法判断的晶粒度大于 1 级不能采用本法。

- A5.1 对于锻铜及铜合金,必须按下列程序:
- A5.1.1 按 E3 准备试样
- A5.1.2 比较法应进行对比平面Ⅲ进行腐蚀,如果进行平面腐蚀,参见平面 Ⅱ.
- A5.1.3 晶粒尺寸应表示为平均晶粒直径,单位 mm。
- A5.1.4 混合晶粒尺寸(测试方法参见 E1181)经常在热加工金属中出现。应该表示为面积百分数和直径,比如,50% 0.015mm 和 50% 0.070mm.

A5.1.5 为了符合晶粒尺寸特定值的大小

晶粒尺寸 计算或观测值范围

大于 0.055mm

最近的倍数 0.005

A6 特殊情况的应用

A6.1 不同的金属和材料行业有许多不同的晶粒尺寸测量的特定方法。本表标准列出了方法并不意味着那些特定的方法被取消,只要经验证明相应的方法能够满足特定的使用情况。但是强烈推荐应用 15 节列出的统计程序来处理这些传统方法产生的数据以确认它们的置信区间能够符合现有的需求。

A6.2 这些特定方法产生的数据并不能方便地与表 4 重的常用尺寸范围相对应。这些可以通过当场与使用场合的固有的平均值或在长期使用中获得的平均值相比较来判断。但是强烈推荐这些方法在初次使用前应广泛论证并转换成相应的 ASTM 晶粒度。当晶粒度是由截线法或面积法得来的,直接就表明其 ASTM 晶粒度。如果使通过表 4 或附录 A1、A2 转换而来的,应说明相当于 ASTM 晶粒度 No.x。

A6.3 举例:

A6.3.1 Snyder 和 Graff 程序(11)用来对工具钢的奥氏体晶粒尺寸的评判。这是 Heyn 截线 法的特定版本,(13.1)即一条 5 英寸(127mm)的测试线在 1000X 下平均截线的个数。Snyder 和 Graff 晶粒度乘以 7.874 就表示每平方毫米的  $N_L$ 数,如表 4 所示。例如,Snyder 和 Graff No.15 相当于 ASTM 晶粒度 10.5。由于这个方法的精密度不能获得 2%的计数,5 英寸(127mm)的测试线可被 127mmde 测试线所代替,而以前的数据仍有效。乘以 8 倍,直接可得到在 8 条测试线上的  $N_L$ 数。15 节介绍的置信区间也可用于单条测试线的评估,也可以对每个区域固定数量测试线的评估。

## 附件

### (非强制性文件)

#### X1。多个实验室决定晶粒尺寸的结果

X1.1 这份多个实验室的测试程序是用来指导建立对晶粒尺寸测量方法准确和偏差的评定。 测量方法用图表比较法、面积法、截点法进行。

#### X1.2 过程

- X1.2.1 对两个不同的铁素体不锈钢进行显微拍照,其中一个试样在不同的放大倍数下拍四张,另一个试样在不同的放大倍数下拍三张,然后用图版一图表法、面积法和截点法来进行对晶粒尺寸的分类。奥氏体锰钢试样晶粒浸蚀后晶界的图案也可以用此三种方法来进行分类。在晶界清晰且完全显示的情况下,仅仅用比较法来进行分类。
- X1.2.2 在面积法中,评定者需要一个 8-10 英寸的塑料模板、5 个 79.8mm 直径的测试圆盘、一个油脂性的铅笔。在截点法中,仅仅需要一个三圆模板。
- X1.2.3 在面积法中,模板放在照片上敲紧防止移动,因为圆格和显微照片的尺寸接近,测量者之间格子的放置应该非常一致。在截点法中,测量者随机的把格子放在照片上 5次,相对于面积法来说,这种方法认为可以减少变动性。

#### X1.3 结果

- X1.3.1 表 X1.1 和图 X1.2 表示用面积法和截点法对标记为 A 和 B 的两个铁素体不锈钢,根据显微照片的放大功能对晶粒尺寸的分类。三个人对图表进行了测量分析。如图所示,两组微观图片紧密分布的,在 400 倍的放大倍数下,面积法时单位面积上晶粒数目为 30 到 35 个,截点法时每三圆上有 40 到 50 个截点。
- X1.3.2 图 X1.3 和 X1.4 表示的是测量的相对准确性百分数随着晶粒数目的变化是怎样变化

- 的。图 X1.3 指的是计算的截点数,图 X1.4 包括所有的测量数据。面积法时有大于 700 个晶粒、截点法时有大约 400 个晶界时,RA 的百分数为小于等于 10%。在面积法时,必须把晶粒在模板上划分出来,而截点法就不需要,所以可见截点法比面积法效率更高。
- X1.3.3 图 X1.1 和 X1.2 表示的是对根据 E691 重复性和重现性分析的结果。在这方面通常截点法比面积法更好。
- X1.3.4 图 X1.5 各个测量者对每张显微照片根据面积法和截点法对晶粒尺寸的分类,数据沿着一条直线分散随机分布,这就表明这两种方法在晶粒尺寸的测量上没有偏差。
- X1.3.5 每种显微照片都可认为在两种方法下对晶粒尺寸进行分类,一种是按照照片的放大倍数,第二种是比如在 100 放大倍数下进行分类。运用比较法时,认为每张显微照片都是放大 100 倍的,截点法和面积法的数据也是在此假设下计算的数据。图 X1.6 和 X1.7 表示的是在 100 倍放大倍数下,比较法的分类相对于面积法和截点法的分类。可以看出数据不是随机分散分布在一条直线上,这清楚表明图表比较法是有偏差的,尤其是在 0.5 到 1G 单位以下,没有面积法和截点法准确。这种偏差的来源正在研究中