

钨、钼及其合金的烧结坯条、
棒材晶粒度测试方法

UDC 669.27 + 669
.28 - 422 : 620
.186
GB 4197 - 84

Method for measuring the average grain
size of sintered bar and rod of
tungsten molybdenum and alloys

本方法适用于钨、钼及其合金的烧结坯条、棒材晶粒度的测定。

1 定义

晶粒度即指金属及其合金材料组织中晶粒大小的尺度。用单位面积上晶粒数表示晶粒度，也可用每个晶粒截距表示。

2 仪器、设备、工具和材料

- 2.1 卧式或立式金相显微镜
- 2.2 砂轮机一台
- 2.3 金相砂纸
- 2.4 试剂：
 - a. 氢氧化钠（化学纯）
 - b. 铁氰化钾（化学纯）
 - c. 硫酸（化学纯）
 - d. 无水乙醇、甲醇
- 2.5 烧杯、帆布、呢子、绸子、氧化铬或氧化铝抛光粉
- 2.6 电解抛光装置一套
- 2.7 机械抛光机一台

3 样品制备

- 3.1 垂熔坯条应在上端标准刻度线处取样。对于棒材，应避开温变偏低的端头取样。
- 3.2 在砂轮机上磨平试样的横断面。
- 3.3 按金相磨样的方法依次在280*~03*砂纸上磨，如用机械抛光应磨到06*砂纸。
- 3.4 抛光：
 - 3.4.1 电解抛光：钨制品的电解抛光液推荐用1%~5%氢氧化钠水溶液。钼制品的电解抛光液推荐20%~30%硫酸乙醇溶液，或12.5%硫酸甲醇溶液。阴极材料用不锈钢或镍板。
 - 3.4.2 机械抛光：按机械抛光工序进行粗抛和细抛。

4 晶粒度的测试

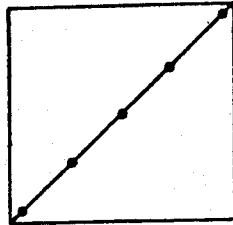
4.1 面积法是在显微镜的毛玻璃上划出 $\phi 79.8\text{mm}$ 的圆（面积为 5000mm^2 ），或面积为 5000mm^2 的矩形做为测试点。

线切割法可用测微目镜中的测微尺调不同方位，也可在显微镜的毛玻璃上划一条或均匀地划几条

等长线段做为测试点。

4.2 在 $100\times\sim 200\times$ 的放大倍数下,观察整个磨面的晶粒大小及其分布的均匀性,记下其显著特征。例如烧结孔分布的均匀性,有否裂纹等。

4.3 在烧结坯条的任一对角线上选取五个位置作为测试点,测试位置如图所示。对于棒材应沿直径方向均匀地选取五点作为测试点。



4.4 根据不同的材料选用不同的放大倍数,对于面积法应保证暗箱毛玻璃上的测试面积内晶粒数至少在50个以上。对于线切割法,每条测试线切割晶粒数不少于15个,测试线组切割晶粒总数应不少于50个。

5 晶粒度计算

5.1 面积法

按以下公式计算:

$$N = K \bar{Z} \dots\dots\dots (1)$$

其中: $\bar{Z} = \frac{\sum Z_i}{5}$
 $Z_i = z_i + \frac{1}{2}n_i$ (i 等于 1, 2, 3, 4, 5)
 $K = \frac{V^2}{5000}$

式中: N ——试样单位面积上的晶粒数, 个/ mm^2 ;
 V ——放大倍数;
 z_i ——第 i 个测试点已知面积内完整的晶粒个数;
 n_i ——第 i 个测试点与边线相割的晶粒个数;
 \bar{Z} ——五个测试点已知面积内平均晶粒个数;
 Z_i ——第 i 个测试点已知面积内晶粒个数;
 K ——放大倍数的平方与测试面积比值。

5.2 线切割法

5.2.1 测试线端头不切割整个晶粒的按 $1/2$ 个晶粒计算; 测试线通过三个晶粒晶界交点时按 $1\frac{1}{2}$ 计算; 通过两个晶粒相切处时, 按1个晶粒计算; 当晶粒的形状不规则, 测试线二次切割同一晶粉时, 仍按一个晶粒计算。

5.2.2 计算:

$$N = \frac{\pi V^2 \bar{Z}^2}{4 L^2} = \frac{\pi}{4 l^2} \dots\dots\dots (2)$$

其中: $l = \frac{L}{\bar{Z} V}$ (mm).
 $\bar{Z} = \frac{\sum Z_i}{5}$ ($i = 1, 2, 3, 4, 5$)
 式中: l ——晶粒平均截距, mm;
 L ——测试线组总长, mm;
 Z_i ——第 i 次测试线组切割晶粒总数;
 \bar{Z} ——五个测试点测试线组平均切割晶粒数。

附录 A
(补充件)

A.1 当 $C.V < 0.2$ 时晶粒度范围的计算:

$$\Delta Z_i = Z_i - \bar{Z}$$
$$s_0 = \left(\frac{\sum \Delta Z_i^2}{i-1} \right)^{\frac{1}{2}}$$

$$C.V = \frac{s_0}{\bar{Z}}$$

式中: s_0 ——均方根误差。

$C.V$ ——偏差系数。

将 $\bar{Z} \pm s_0$ 代入 (1) 式 (使用面积时) 或 (2) 式 (使用线切割法时) 可求出所测材料样品的晶粒度范围。

A.2 当 $C.V > 0.2$ 时可报实测晶粒度数值和偏差系数 $C.V$ 值。

附加说明:

本标准由电子工业部标准化研究所提出。

本标准由744厂起。

本标准主要起草人牛尚梅。

GB 4197-84