

晶粒度检验

晶粒度是晶粒尺寸大小的量度，是金属材料的重要显微组织参量。

- 晶粒度检验：借助金相显微镜测定钢中实际晶粒度和奥氏体晶粒度。**
- 晶粒度检验包括组织显示和晶粒度测定两部分。**
- 奥氏体晶粒度显示是晶粒度检验工作中的难点。**

F钢与A钢的奥氏体晶粒度 形成及显示

对于铁素体钢

奥氏体晶粒的显示方法：

国家标准GB/T6394-2002《金属平均晶粒度测定法》规定可使用渗碳法、氧化法、铁素体网法、渗碳体网法、直接淬硬法、网状珠光体法、相关法、模拟渗碳法等。

1 渗碳法

❖ 适用范围： $C \leq 0.25\%$ 的碳素钢及合金钢

❖ 具体步骤：

- 将试样在 $930 \pm 10 \text{ } ^\circ\text{C}$ 渗碳、并保温6h，渗碳层 $\geq 1\text{mm}$ ，并使其表层有过共析成分。
- 缓冷后在渗碳层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。

❖ **晶粒度的显示：由沉积在晶粒边界上的渗碳体显示**

- 浸蚀剂：**
- 1) 3%-4%硝酸酒精溶液**
 - 2) 5%苦味酸溶液**
 - 3) 沸腾的碱性苦味酸钠水溶液**

2 氧化法

- ❖ 适用范围： $w(C) = 0.25\% - 0.60\%$ 的碳钢和合金钢
- ❖ 一般采用气氛氧化法，步骤如下：
 - 经抛磨（用400粒度或 $15\mu\text{m}$ ）的试样抛光面朝上置于空气炉中加热（ $w(C) \leq 0.35\%$ 时，加热温度 $900^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ ； $w(C) > 0.35\%$ 时，加热温度为 $860^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ ），保温1h，然后水冷。
 - 根据氧化情况可将试样倾斜 $10^\circ \sim 15^\circ$ 进行研磨和抛光，直接在显微镜上测定晶粒度。也可在真空中加热并保温，空气中冷却或缓冷，使晶界氧化，同样进行上述处理后测定奥氏体晶粒大小的方法为真空法。
- ❖ 晶粒度显示：用15%盐酸酒精溶液

3 铁素体网法

- ❖ 适用范围：含碳量为0.25%–0.60%的碳素钢和合金钢。
- ❖ 具体步骤：
 - 对于 ($w(C) \leq 0.35\%$ 时，加热温度 $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ ， $w(C) > 0.35\%$ 时，加热温度为 $860^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$) 至少保温30min，然后空冷或水冷。
 - 经磨制和侵蚀，显示出沿原奥氏体晶界分布的铁素体网。

❖ 晶粒度显示：

- 碳量较高的碳素钢和超过0.40%的合金钢，需调整冷却方式。建议将试样在淬火温度下保持至少30min后使温度降至 $730^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$ ，保温10min，然后淬油或淬水。
- 试样再经磨制和侵蚀，显示出沿原奥氏体晶界分布的铁素体网。
- 腐蚀剂：
 - 1) 3%-4%硝酸酒精溶液
 - 2) 5%苦味酸酒精溶液。

4 渗碳体网法

❖ 适用范围：过共析钢（碳含量大于1%）。

❖ 处理步骤：

- 试样一般在 $820^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 下加热，并至少保温30min后随炉缓冷，便在奥氏体晶界上析出渗碳体网。
- 试样磨制、侵蚀后，显示沿晶界析出渗碳体网的原始奥氏体晶粒形貌。

❖ 晶粒度显示： 3%-4%硝酸酒精溶液
5%苦味酸酒精溶液。

5 直接淬硬法

- ❖ 适用范围：直接淬火硬化钢（碳 $<1.0\%$ 的碳素钢合金钢）
- ❖ 处理步骤：
 - C $\leq 0.35\%$ 时，加热温度 $900^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$ ，C $> 0.35\%$ 时，加热温度为 $860^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$ ；保温1h；淬火，得马氏体组织。
 - 试样经磨制和侵蚀后，便可显示出完全淬硬为马氏体的原始奥氏体晶粒形貌。

❖ 晶粒度显示:

方法1: 腐蚀前在 $230^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$ 回火15min, 以改善对比度。

腐蚀剂: 苦味酸 1g、HCl (密度1.19): 5ml、
乙醇: 95ml

方法2: 试样为淬硬态或在 $530^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$ 下回火。

腐蚀剂: 饱和苦味酸水溶液加少量环氧乙烷聚合物。

6 网状珠光体法

❖ 适用范围：共析钢或共析成分附近的钢

❖ 处理步骤：

- 适当的棒状样进行局部淬火，形成一不完全淬硬的小区域。
- 磨制、侵蚀后，此区域内原奥氏体晶界将有少量的细珠光体呈网络，显示出原始奥氏体晶粒形貌。

❖ 晶粒度显示：

腐蚀剂：1) 3%-4%硝酸酒精溶液

2) 5%苦味酸酒精溶液

对于奥氏体钢

- ❖ 其奥氏体晶粒度取决于原热处理状态
- ❖ 其晶粒度显示：
 - 稳定材料：采用电解腐蚀法（试样为阳极、常温、体积分数为60%的浓硝酸水溶液为电解液）。
 - 不稳定材料：为避免敏化温度（480–700 °C）析出硫化物，改善晶粒边界显现，建议用显示碳化物的腐蚀剂。

晶粒度的测定

GB/T6394-2002中规定测量平均晶粒度的方法有：**比较法、面积法、截点法。**

取 样

- 在交货状态材料上切取，数量及部位按相应标准或技术条件。
- 切取试样要避开剪切、加热影响的区域。
- 尺寸：圆形（直径）：10mm -12mm
- 方形（边长）：10mm×10mm
- 渗碳处理的钢材试样应去除脱碳层和氧化层

晶粒度的测定方法

1、比较法：与标准系列评级图对比来评定平均晶粒度。

❖ 适用于有等轴晶粒的再结晶材料或铸态材料。

❖ 本标准有4个系列的标准评级图：

- I. 无孪晶晶粒（浅腐蚀）100倍；
- II. 有孪晶晶粒（浅腐蚀）100倍；
- III. 有孪晶晶粒（深腐蚀）75倍；
- IV. 钢中奥氏体晶粒（渗碳法）100倍。
- 各级别的适用范围见下表：

表1 常用材料使用的标准系列图片

系列图片号	适用范围
I	<ol style="list-style-type: none">1) 铁素体钢的A晶粒（用氧化法、直接淬硬法、F网法、Fe₃C网法及其他方法显示A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、超强合金
II	<ol style="list-style-type: none">1) 奥氏体钢的A晶粒（有孪晶的）2) 铁素体钢的铁素体晶粒有孪晶的）3) 镁和镁合金、镍和镍合金、锌和锌合金、超强合金
III	铜和铜合金
IV	<ol style="list-style-type: none">1) 渗碳钢的A晶粒2) 奥氏体钢的A晶粒（无孪晶的）

❖ 晶粒度的评定：

1) 放大倍数与标准评级图相同时，直接比较。

2) 当用其他放大倍数评级时，可对照表格：

（基准放大倍数有75倍的、100倍的）

3) 若用表格中亦无的放大倍数测量时，应按下式换算：

$$G = G' + 6.643 \lg M/M_b$$

式中： G—晶粒度级别

G'—评出的晶粒度级别

M —测评时的放大倍数

M_b —基准放大倍数

2、面积法：通过计算给定面积网格内晶粒数N来确定晶粒度级别。

❖ 晶粒数N的计算：

- 用5000mm²的圆形网置于晶粒图形上；
- 选放大倍数M使网内晶粒数为50个；
- 计算落入数N_内和切割数N_交，该面积内的晶粒数N为：
$$N = N_{内} + (N_{交}/2) - 1$$

❖ 计算试样检测面上每mm²内晶粒数n：

$$n = M^2 \times N/A$$

式中：M—所用的放大倍数

N—放大M时，面积为A的网格内晶粒计数

❖ 晶粒度级别数：G=3.321 928 lgn-2.954

3、截点法：统计给定长度的测试线段(或网格)与晶粒边界相交截点数 P 来确定晶粒度级别 G 。

❖ 有直线截点法和圆截点法。

❖ 非均匀等轴晶粒的各种组织应使用截点法

❖ 截点法的测定：

• 测平均截距

• 计算平均晶粒度级别 G

❖ 测量网格:使用500mm测量网格

❖ 直线截点法:

- 选择适当的网格长度及放大倍数,最少截50个点;
- 计点方法:终点接触到晶界计0.5,线段与晶界相切计1,与三晶粒汇合点重合计1.5;
- 应选3至5个视场测量.

❖ 单圆截点法:

- 试样不同位置晶粒度有明显差别时使用
- 圆网格的周长通常为100mm、200mm、250mm
- 选择合适的M,使每个圆周产生35个截点左右
- 网格通过三个晶粒汇合点时计2个截点

❖ 三圆截点法

晶粒度的数值表示

- ❖ 若用一个数表示，则这种晶粒度级别占90%以上。
- ❖ 若采用跨两个或三个级别的方式进行标记，则晶粒度不均匀。如7~8级或7~5级、前一个数字表示的晶粒度级别占晶粒的大多数，后一个数字表示的晶粒度占晶粒的少数。