ГОСТ 5639—82

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

СТАЛИ И СПЛАВЫ

МЕТОДЫ ВЫЯВЛЕНИЯ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЕЛИЧИНЫ ЗЕРНА

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
М о с к в а

УДК 669.01.539.215.2:006.354 Группа В09

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

СТАЛИ И СПЛАВЫ

Методы выявления и определения величины зерна

Steels and alloys. Methods for detection and determination of grain size

ГОСТ 5639—82

МКС 77.080.20
ОКСТУ 0909

Дата введения 01.01.83

Настоящий стандарт устанавливает металлографические методы выявления и определения величины зерна сталей и сплавов.

Металлографическими методами определяют:

величину действительного зерна (после горячей деформации или любой термической обработки);

склонность зерна к росту — определением величины зерна аустенита после нагрева при температуре и времени выдержки, установленных нормативно-технической документацией на стали и сплавы;

кинетику роста зерен — определением величины зерна после нагрева в интервале температур и времени выдержки, установленных нормативно-технической документацией на стали и сплавы.

1. ОТБОР ОБРАЗЦОВ

1.1. Место отбора и количество образцов для определения величины зерна устанавливаются нормативно-технической документацией на стали и сплавы.

1.1.1. При отсутствии указаний отбор образцов для определения действительного зерна проводят произвольно; для определения склонности зерна к росту и кинетики роста отбор образцов проводят в месте отбора для механических испытаний.

1.1.2. При отсутствии указаний в нормативно-технической документации испытания проводят на одном образце.

1.2. Площадь сечения шлифа на образце должна быть не менее 1 см^2.

Для металлопродукции толщиной менее 8 мм допускается изготовление шлифов площадью менее 1 см^2.

Для определения склонности зерна к росту и кинетики роста зерна допускается отбор образцов от кованой ковшевой пробы при условии сопоставимости результатов испытаний с результатами готовой металлопродукции.

2. МЕТОДЫ ВЫЯВЛЕНИЯ ГРАНИЦ ЗЕРЕН

2.1. Границы зерен выявляются методами:

травления,

цементации,

окисления,

сетки феррита или цементита,

сетки перлита (троостита),

вакуумного термического травления.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1983
© ИПК Издательство стандартов, 2003

Метод выбирают в зависимости от химического состава стали и цели испытания.

2.1.1. Метод травления

2.1.1.1. Метод травления применяют для выявления границ действительного зерна, а также границ зерен аустенита в углеродистых и легированных сталях, закаливающихся на мартенсит или бейнит, и сталях, в которых затруднено получение ферритной или цементитной сетки.

2.1.1.2. Выявление границ действительного зерна проводят на образцах без дополнительной термической обработки.

2.1.1.3. Для выявления границ зерен аустенита температуру нагрева, время выдержки и скорость охлаждения устанавливают нормативно-технической документацией на стали и сплавы.

Если температура нагрева и время выдержки не оговорены нормативно-технической документацией, то для низкоуглеродистых сталей температура должна быть (930 ± 10) °С.

Для других сталей температура нагрева должна быть равна или на 20 °С—30 °С выше температуры закалки, установленной нормативно-технической документацией.

Время выдержки должно быть не менее 1 ч и не более 3 ч.

Для более четкого выявления границ действительного и аустенитного зерна образцы подвергают отпуску: углеродистые и низколегированные стали — при 225 °С—250 °С, легированные стали и сплавы — при 500 °С и выше в зависимости от химического состава.

2.1.1.4. С поверхности образца удаляют обезуглероженный слой, изготовляют микрошлиф и травят в реактивах, приведенных в приложении 1, или других, позволяющих четко выявить границы зерен.

Универсальный реактив для травления сталей — свежеприготовленный насыщенный при комнатной температуре водный раствор пикриновой кислоты с добавлением 1 %—10 % поверхностно-активных веществ (ПАВ) типа Синтонол или моющих веществ — «Прогресс», «Астра», шампунь «Лада» или других алкилсульфонатных соединений.

Для более четкого выявления границ зерен следует проводить переполировки с последующим травлением и подогревом реактива до 50 °С—70 °С.

2.1.2. Метод цементации

2.1.2.1. Метод цементации применяют для выявления зерен аустенита в сталях, предназначенных для цементации, и для углеродистых нецементируемых сталей с массовой долей углерода до 0,25 %.

Границы зерен выявляются в цементированном слое в виде сетки вторичного цементита.

2.1.2.2. Образцы без следов окисления и обезуглероживания нагревают при температуре (930 ± 10) °С в плотно закрытом ящике, наполненном свежим карбюризатором одного из составов:

60 % древесного угля, 40 % углекислого бария; 70 % древесного угля, 30 % углекислого натрия;

100 % готового бондюжинского карбюризатора;

100 % полукоксового карбюризатора по ГОСТ 5535.

Размер ящика выбирают в зависимости от количества образцов, расстояние между которыми в ящике должно быть не менее 20 мм.

Объем карбюризатора должен быть в 30 раз больше объема образцов.

Время выдержки после прогрева ящика — 8 ч.

Образцы после цементации охлаждают вместе с ящиком до 600 °С с различной скоростью: углеродистую сталь не более 150 °С в час, легированную — не более 50 °С в час. Скорость охлаждения образцов ниже 600 °С в час не регламентируется.

2.1.2.3. Образцы после цементации разрезают пополам или с одной стороны удаляют поверхностный слой на глубину 2—3 мм и изготовляют микрошлифы.

Для выявления сетки цементита шлифы рекомендуется травить в одном из реактивов:

3 % — 5 %-ный раствор азотной кислоты в этиловом спирте;

5 %-ный раствор пикриновой кислоты в этиловом спирте;

раствор пикрата натрия, состоящий из 2 г пикриновой кислоты, 25 г едкого натрия (каустической соды) и 100 см^3 воды (травление электролитическое, напряжение на зажимах ванны — 6—10 В, продолжительность травления — несколько секунд);

кипящий раствор пикрата натрия (травление химическое, время травления — 10—20 мин).

2.1.3. Метод окисления

2.1.3.1. Метод окисления применяют для конструкционных и инструментальных (углеродистых и легированных) сталей.

Границы зерен аустенита выявляются по сетке окислов.

2.1.3.2. Образцы с полированной поверхностью подвергают нагреву до определенной температуры и выдерживают в течение времени согласно п. 2.1.1.3. Нагрев проводят в вакууме или в защитной атмосфере.

Для окисления шлифов после выдержки, не снижая температуры, в печь подают воздух в течение 30—60 с.

Допускается применять для защиты от окисления в процессе нагрева шлифов стружку из серого чугуна, древесно-угольный порошок, водный раствор тетраборнокислого натрия и др. при условии получения результатов по величине зерна, соответствующих полученным при методе травления.

2.1.3.3. После охлаждения в воде и полировки образцы травят в одном из реактивов состава:

15 $см^3$ соляной кислоты, 75 $см^3$ этилового спирта; 1 г пикриновой кислоты, 5 $см^3$ соляной кислоты, 100 $см^3$ этилового спирта; 5 $см^3$ метанитробензолсульфокислоты, 10 $см^3$ этилового спирта.

2.1.3.2, 2.1.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.1.3.4. Перед охлаждением в воде шлиф допускается обработать в расплавленном водном растворе тетраборнокислого натрия (нагретом до температуры аустенизации) в течение 30—40 с. Границы зерен после обработки в водном растворе тетраборнокислого натрия выявляются без дополнительного травления.

2.1.4. Метод сетки феррита или цементита

2.1.4.1. Метод сетки феррита или цементита применяют для выявления границ зерен в доэвтектоидных (с массовой долей углерода до 0,6 %) и заэвтектоидных сталях соответственно.

2.1.4.2. Образцы с любым состоянием поверхности подвергают нагреву до определенной температуры и времени согласно п. 2.1.1.3.

Для образования ферритной или цементитной сетки по границам зерен образцы охлаждают до температуры 650 °С с различной скоростью в зависимости от марки стали.

Для углеродистых сталей с массовой долей углерода 0,5 % — 0,6 % скорость охлаждения 50 °С — 100 °С в час, для легированных и углеродистых заэвтектоидных — 20 °С — 30 °С в час, для сталей с массовой долей углерода 0,25 % — 0,5 % – охлаждение на воздухе.

2.1.4.3. После термической обработки образец разрезают пополам или шлифовкой удаляют поверхностный слой (обезуглероженный), полируют и травят. Зерно аустенита по сетке феррита выявляют травлением в 4 %-ном растворе азотной кислоты в этиловом спирте, по сетке цементита — травлением в реактивах, указанных в п. 2.1.2.3.

2.1.5. Метод сетки перлита (троостита)

2.1.5.1. Метод выявления границ зерен по сетке перлита (троостита) применяют для углеродистых и низколегированных сталей, близких по составу к эвтектоидным. Границы зерен выявляются темнотравящейся сеткой перлита в переходной зоне образца.

2.1.5.2. Образцы с любым состоянием поверхности подвергают нагреву при определенной температуре и времени выдержки согласно п. 2.1.1.3.

Для образования сетки перлита образцы охлаждают погружением в воду половины образца; вторая половина охлаждается на воздухе.

2.1.5.3. После термической обработки плоскость образца, перпендикулярную к переходной зоне на высоте уровня воды, шлифуют до удаления обезуглероженного слоя, полируют и травят в реактивах (3 % — 5 %-ном растворе азотной кислоты в этиловом спирте или 5 %-ном растворе пикриновой кислоты в этиловом спирте).

2.1.6. Метод вакуумного термического травления

2.1.6.1. Метод термического травления в вакууме с использованием высокотемпературных микроскопов рекомендуется для определения кинетики роста аустенитного зерна.

Метод основан на избирательном испарении металла по границам зерен при высоких температурах.

2.1.6.2. Образцы определенной формы и размеров (в зависимости от типа установки) с полированной поверхностью помещают в высокотемпературную камеру, создают вакуум 0,0133—0,00133 Па (10^{-4}—10^{-5} мм рт. ст.) и нагревают до определенной температуры.

Для подавления испарения металла с поверхности шлифа при высоких температурах (выше 900 °С) в камеру подают инертный газ (аргон, при избыточном давлении 0,03—0,05 МПа (0,3—0,5 атм.)), предварительно очищенный от кислорода и влаги.

При определении зерна аустенита в сталях с повышенным содержанием легкоокисляющихся элементов (Al, Cr и др.) рекомендуется использовать защитные экраны — геттеры из металлов, обладающих большим сродством к кислороду (Ta, Ti, Cd, Zr и др.).

2.1.6.3. Время выдержки должно быть не менее 20 мин, температура нагрева — не ниже 800 °С.

2.1.6.4. Оценка величины зерна проводится под микроскопом или на микрофотографиях.

3. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЕЛИЧИНЫ ЗЕРНА

3.1. Зерна металлов — это отдельные кристаллы поликристаллического конгломерата, разделенные между собой смежными поверхностями, называемыми границами зерен. Зерна могут быть равноосными и неравноосными. При наличии двойников зернами считают кристаллы вместе с двойниками.

3.2. Величина зерна — средняя величина случайных сечений зерен в плоскости металлографического шлифа — определяется методами:

визуального сравнения видимых под микроскопом зерен с эталонами шкал, приведенных в приложении 2, с определением номера зерна;

подсчета количества зерен, приходящихся на единицу поверхности шлифа, с определением среднего диаметра и средней площади зерна;

подсчета пересечений границ зерен отрезками прямых с определением среднего условного диаметра в случае равноосных зерен, количества зерен в 1 мм^3 в случае неравноосных зерен;

измерения длин хорд под микроскопом или с использованием микрофотографий с определением относительной доли зерен определенного размера;

ультразвуковым.

Указанные методы применяют для оценки величины зерна, имеющего форму, близкую к равноосной.

Метод подсчета пересечений границ зерен применяется для оценки величины зерна удлиненной формы.

В случае определения величины зерна в разнозернистой структуре средние размеры (диаметр, площадь зерна) не являются характеристиками оценки структуры.

3.3. Метод определения величины зерна сравнением с эталонными шкалами

3.3.1. Величину зерна методом сравнения определяют при увеличении 100×. Допускается применение увеличения 90—105×.

После просмотра всей площади шлифа выбирают несколько типичных мест и сравнивают с эталонами, приведенными в шкалах приложения 2. Сравнение можно проводить, наблюдая изображение в окуляре микроскопа, на матовом стекле или фотоснимке.

3.3.2. Шкалы 1—3 представлены десятью эталонами в виде схематизированной сетки, ограничивающей размеры зерен. Эталоны приведены в виде круга диаметром 79,8 мм, что соответствует площади 5000 мм^2 или натуральной площади на шлифе 0,5 мм^2.

Эталоны составлены так, что при увеличении 100× номера зерен G соответствуют числовым показателям величины зерна по уравнению $m = 8 \times 2^G$, где m — количество зерен на 1 мм^2 площади шлифа.

3.3.3. Средние численные значения площади зерна, числа зерен в 1 мм^3, диаметра и условного диаметра, а также числа зерен на площади в 1 мм^2, соответствующие эталонам шкалы G (−3) — 14, приведены в табл. 1.

Таблица 1

Номер зерна G	Средняя площадь сечения зерна a, мм^2	Число зерен на площади 1 мм^2 m			Среднее число зерен в 1 мм^3 N_v	Средний диаметр зерна d_m, мм	Средний условный диаметр зерна d_L, мм
		минимальное	среднее	максимальное			
—3	1	0,75	1	1,5	1	1,0	0,875
—2	0,5	1,5	2	3	2,8	0,707	0,650
—1	0,25	3	4	6	8	0,5	0,444
0	0,125	6	8	12	22,6	0,353	0,313
1	0,0625	12	16	24	64	0,250	0,222
2	0,0312	24	32	48	181	0,177	0,157
3	0,0156	48	64	96	512	0,125	0,111
4	0,00781	96	128	192	1448	0,088	0,0783
5	0,00390	192	256	384	4096	0,062	0,0553
6	0,00195	384	512	768	11585	0,044	0,0391

Продолжение таблицы 1

Номер зерна G	Средняя площадь сечения зерна a, мм^2	Число зерен на площади 1 мм^2 m			Среднее число зерен в 1 мм^3 N_v	Средний диаметр зерна d_m, мм	Средний условный диаметр зерна d_L, мм
		минимальное	среднее	максимальное			
7	0,00098	768	1024	1536	32768	0,031	0,0267
8	0,00049	1536	2048	3072	92682	0,022	0,0196
9	0,000244	3072	4096	6144	262144	0,015	0,0138
10	0,000122	6144	8192	12288	741485	0,011	0,0099
11	0,000061	12288	16384	24576	2097152	0,0079	0,0069
12	0,000030	24576	32768	49152	5931008	0,0056	0,0049
13	0,000015	49152	65536	98304	16777216	0,0039	0,0032
14	0,000008	98304	131072	96608	47449064	0,0027	0,0027

3.3.4. Шкалы 1 и 2 используют для оценки величины зерна во всех сталях и сплавах, шкалу 3 — для аустенитных, в которых после травления выявились двойники.

3.3.5. Если размер зерна в образце выходит за пределы эталонов шкал с номерами 1—10, пользуются другими увеличениями. Для перевода номера эталона при увеличении 100× пользуются табл. 2 или дополнительными шкалами 1, 2.

Таблица 2

Увеличение	Номера зерен при 100×																	
	—3	—2	—1	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
25×	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	—	—	—	—	—	—	—	—
50×	—	—	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	—	—	—	—	—	—
200×	—	—	—	—	—	—	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	—	—
400×	—	—	—	—	—	—	—	—	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
800×	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	1	2	3	4	5	6	7	8

Если при оценке величины зерна применяют увеличение, отличающееся от указанных в табл. 2 и дополнительных шкалах 1, 2, то следует пользоваться графиком, приведенным на чертеже, позволяющим определить значение поправочного коэффициента K для пересчета увеличения микроскопа g на увеличение 100×

$$K = 6{,}64 \ln \frac{g}{100}.$$

Номер зерна находят по формуле

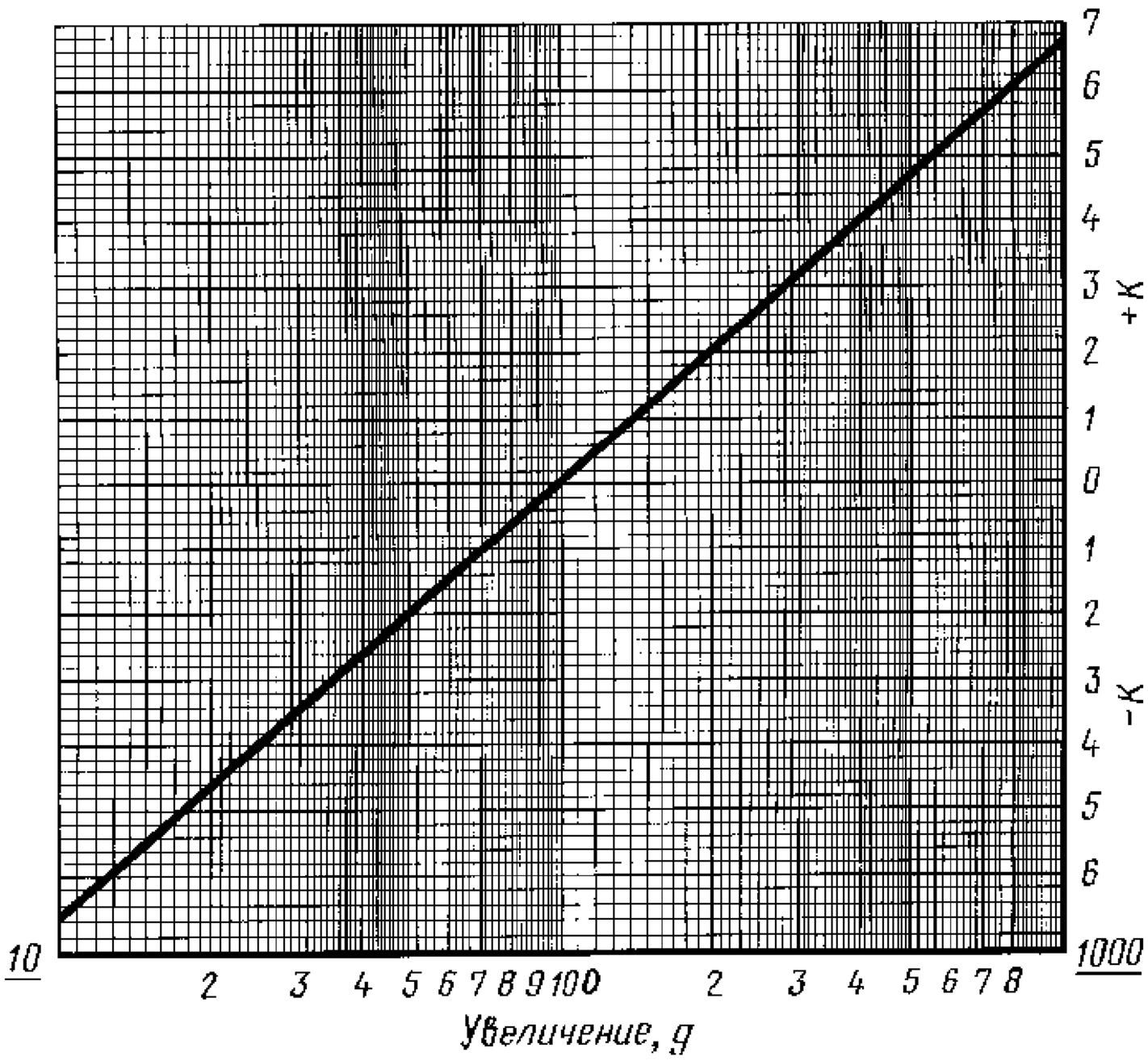
$$G = M \pm K,$$

где M — номер зерна при увеличении микроскопа g.

3.3.6. За однородную структуру принимают структуру, соответствующую одному из эталонов шкалы. Такая структура оценивается одним номером.

Разнозернистой структурой считают структуру, в которой имеются зерна, отличающиеся от основного (преобладающего) номера, соответствующего определенному эталону шкалы, более чем на 1 номер и занимающую на шлифе площадь более 10 %. Такая структура оценивается двумя или более номерами, которые записываются в порядке уменьшения занимаемых ими площадей, например: G_6, G_4.

При необходимости указывают относительную площадь в процентах, занимаемую зернами каждого из этих номеров, например: G_6 (65 %), G_4 (35 %).



3.3.7. Расхождение оценок величины зерна методом сравнения должно быть не более одного номера.

3.4. Метод подсчета зерен

3.4.1. Метод заключается в определении количества зерен на единице поверхности шлифа (1 мм^2) и расчете средней площади зерна и среднего диаметра зерен.

3.4.2. Подсчет зерен проводят на матовом стекле камеры микроскопа или на микрофотографиях, в которых поле зрения ограничивают одной из плоских фигур: окружностью диаметром 79,8 мм или квадратом со стороной 70,7 мм, или прямоугольником с размерами сторон 65×77, 60×83, 55×91 или 50×100 мм, что соответствует 0,5 мм^2 поверхности шлифа при увеличении 100×.

3.4.2.1. Подсчитывают число зерен, попавших внутрь выбранной фигуры (n_1), и число зерен, пересеченных ее границами (n_2) (см. приложение 3).

Общее количество зерен (n_{100}) на площади 0,5 мм^2 шлифа при увеличении 100× подсчитывают по формуле

$$n_{100} = n_1 + \frac{n_2}{2} \text{ — для круга;}$$

$$n_{100} = n_1 + \frac{n_2}{2} - 1 \text{ — для прямоугольника или квадрата.}$$

Количество зерен m, приходящихся на 1 мм^2 площади шлифа, определяют по формуле $m = 2n_{100}$.

3.4.2.2. При использовании другого увеличения, отличающегося от 100×, число зерен m, приходящихся на 1 мм^2 поверхности шлифа, определяют по формуле

$$m = 2\left(\frac{g}{100}\right)^2 n_g ,$$

где n_g — общее количество зерен, находящихся внутри фигуры, ограничивающей поле зрения на шлифе или фотографии при увеличении g.

Увеличение подбирают из расчета, чтобы на поверхности было не менее 50 зерен.

3.4.2.3. Подсчет зерен проводят не менее чем в трех характерных местах шлифа и по полученным результатам рассчитывают среднеарифметическое значение.

3.4.2.4. Среднюю площадь сечения зерна (a) в мм^2 определяют по формуле

$$a = \frac{1}{m}.$$

3.4.2.5. Средний диаметр зерна (d_m) в мм определяют по формуле

$$d_m = \frac{1}{\sqrt{m}}.$$

3.4.2.6. Сравнением полученных значений m, a и d_m со значениями соответствующих параметров в табл. 1 определяют номер величины зерна G.

Пример подсчета количества зерен на единицу поверхности шлифа приведен в приложении 3.

3.4.2.7. Допускаемые расхождения результатов трех определений при подсчете количества зерен не должны превышать 50 %.

3.5. Методы подсчета пересечений границ зерен

3.5.1. Метод состоит в подсчете зерен, пересеченных отрезком прямой, и определении среднего условного диаметра — в случае равноосных зерен или количества зерен в 1 мм^3 — в случае неравноосных зерен.

3.5.2. Подсчет пересечений зерен в обоих случаях проводят на матовом стекле микроскопа или микрофотографиях, на которых проводят несколько отрезков произвольной длины (например 80 или 100 мм при увеличении 100×, что соответствует длине 0,8 или 1 мм на шлифе). Длину отрезков выбирают с таким расчетом, чтобы каждый из них пересекал не менее 10 зерен, при этом увеличение подбирают так, чтобы на исследуемой поверхности было не менее 50 зерен. Подсчитывают точки пересечений отрезков прямых линий с границами зерен. Зерна на концах прямой, не пересеченные ею целиком, принимают за одно зерно.

Определяют суммарную длину отрезков L, выраженную в миллиметрах натуральной величины на шлифе, и суммарное число пересеченных зерен N.

Измерения проводят не менее чем в пяти характерных местах шлифа.

Допускаемые расхождения результатов пяти определений при подсчете пересечений должны быть не более 50 %.

3.5.3. Подсчет количества пересечений равноосных зерен проводят на двух взаимно перпендикулярных отрезках прямых, проведенных в каждом из пяти мест шлифа (см. приложение 4).

Средний условный диаметр зерна (d_L) в мм вычисляют по формуле

$$d_L = \frac{L}{N},$$

где L — суммарная длина отрезков, мм;

N — общее число зерен, пересеченных отрезками длиной L.

3.5.4. Число неравноосных зерен в 1 мм^3 шлифа определяют на шлифах, изготовленных вдоль и поперек главной оси симметрии. В этом случае отрезки прямых проводят параллельно осям симметрии (см. приложение 4).

Среднее число неравноосных зерен (N_v) в 1 мм^3 объема шлифа вычисляют по формуле

$$N_v = 0{,}7 N_x N_y N_z,$$

где 0,7 — коэффициент, учитывающий неравноосность зерен;

N_x — количество пересечений границ зерен на 1 мм длины в продольном направлении (вдоль оси вытянутых зерен);

N_y — количество пересечений границ зерен на 1 мм длины в поперечном направлении;

N_z — количество пересечений границ зерен на 1 мм длины в перпендикулярном направлении.

3.5.5. Метод подсчета пересечений границ зерен в быстрорежущей стали (метод Снейдер-Графа) состоит в подсчете пересечений зерен и определении среднего их числа на отрезке 63,5 мм при увеличении 500× и на отрезке 127 мм при увеличении 1000×.

Определение величины зерен обычно проводят на закаленных образцах не менее чем в 5 местах шлифа.

Результатом определения является среднее количество пересеченных зерен.

Зависимость между средним числом пересеченных зерен на отрезке 63,5 мм при увеличении 500 × или на отрезке 127 мм при увеличении 1000×, соответствующим номером зерна по шкале и условной классификацией величины зерна приведена в табл. 3.

Таблица 3

Среднее число пересеченных зерен	Номер зерна	Величина зерна
15 и выше	11—13 и выше	Очень мелкие
12—15	10	Мелкие
9—11	9	Средние
1—8	8—3	Крупные

3.6. Метод измерения длин хорд

3.6.1. Метод основан на измерении линейных размеров отрезков — хорд, отсекаемых в зернах прямыми линиями, и применяется для определения величины зерна в разнозернистой структуре.

3.6.2. Измерения длин хорд проводят:

непосредственно под микроскопом при помощи окуляра с линейкой (метод подвижного шлифа) по одной или нескольким линиям в произвольном направлении на шлифе;

на микрофотографии, при этом соблюдают условия п. 3.5.2.

Измерения проводят не менее чем в пяти наиболее типичных полях зрения, при этом в каждом поле зрения проводят не менее трех прямых в произвольном направлении.

Общее количество измерений зависит от однородности величины зерна, требуемой точности и достоверности результатов.

Так, например, при принятой достоверности 90 % и ошибке 10 % общее количество пересеченных зерен должно быть не менее 250, при достоверности 90 % и ошибке 5 % — не менее 1000.

3.6.3. Значения длин хорд относят к определенной размерной группе. Рекомендуется величину линейных размеров в группах представлять в виде геометрического ряда с коэффициентом 1,45. В этом случае размерные группы соответствуют размерам зерен — номерам (G) по среднему условному диаметру.

Подсчитывают количество длин хорд каждого размера по всем линиям.

Определяют относительную долю зерен в процентах с определенной длиной хорды по формуле

$$\frac{l \cdot n}{\Sigma l_i \cdot n_i} 100\%,$$

где l — длина хорды, мм;

n — количество зерен с длиной хорды l;

$\Sigma l_i \cdot n_i$ — общая длина хорд, мм.

$$\Sigma l_i \cdot n_i = l_1 \cdot n_1 + l_2 \cdot n_2 + l_3 \cdot n_3 \ldots .$$

В соответствии с законами математической статистики могут быть также подсчитаны следующие параметры: средний условный диаметр (средний размер хорды $\overline{l}$), среднеквадратическое отклонение от среднего (S), коэффициент вариации (δ) и др. При этом средний условный диаметр не является характеристикой разнозернистой структуры (см. п. 3.3.6).

Пример определения величины зерна в разнозернистой структуре приведен в приложении 5.

3.7. Для определения величины зерна готовых изделий применяется ультразвуковой метод. Сущность метода, способ подготовки эталонных образцов, оборудование и методика контроля приведены в приложении 6.

3.8. Результаты выявления и определения величины зерна записывают в протокол, форма которого приведена в приложении 7.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Рекомендуемое

Реактивы для выявления границ зерен в сталях и сплавах методом травления

Состав реактива	Область применения	Способ травления
Насыщенный при комнатной температуре раствор пикриновой кислоты с добавками 1 %—5 % поверхностно-активных веществ типа «синтонол», шампунь «Лада» и др.	Универсальный	Химическое травление
100 см³ насыщенного водного раствора пикриновой кислоты, 6 капель соляной кислоты (конц.) или 3 капли азотной кислоты (конц.), 2 см³ ПАВ (раствор отфильтровать)	Универсальный	Химическое травление
100 см³ насыщенного водного раствора пикриновой кислоты, 0,6 г хлористой меди, 0,1 % ПАВ	Универсальный	Химическое травление
100 см³ насыщенного водного раствора пикриновой кислоты, 1,6 г хлористой меди, 0,5 % ПАВ	Универсальный	Химическое травление
1—5 см³ азотной кислоты, до 100 см³ этилового спирта	Углеродистые стали	Химическое травление
2—5 г пикриновой кислоты, 100 см³ этилового спирта	Углеродистые стали	Химическое травление
5 г пикриновой кислоты, 100 см³ этилового спирта, 0,5 % ПАВ	Углеродистые стали	Химическое травление
2 г пикриновой кислоты, 2—4 см³ азотной кислоты, до 100 см³ этилового спирта	Углеродистые стали	Химическое травление
0,005 %—0,01 % поваренной соли, 5%—8 % синтола, 2 %—4 % сульфоамидопарафина, остальное — насыщенный водный раствор пикриновой кислоты	Низко-, средне- и высокоуглеродистые стали	Химическое травление
10—15 см³ азотной кислоты, до 100 см³ этилового спирта	Высоколегированные, мартенситные и быстрорежущие стали	Химическое травление от нескольких секунд до 10—30 мин
20 см³ соляной кислоты, 1 г хлористой меди, 65 см³ этилового спирта, 15 см³ дистиллированной воды	Быстрорежущие и высоколегированные стали	Химическое травление — 2—10 мин
1,5 см³ соляной кислоты, 1 г хлорного железа, 100 см³ этилового спирта	Углеродистые, низколегированные и быстрорежущие стали	Химическое травление
50 см³ соляной кислоты, 25 см³ серной кислоты, 10 г сернокислой меди, 50 см³ воды	Стали аустенитного и мартенсито-аустенитного класса	Химическое травление. Смачивание поверхности шлифа ватным тампоном
10 см³ соляной кислоты, 3 см³ азотной кислоты, 87 см³ метилового спирта	Аустенитные, мартенситные и мартенсито-ферритные и быстрорежущие стали, сплавы на никелевой основе	Электролитическое травление: $\tau = 10$ с $V = 5—12$ В Химическое травление — 2—10 мин
10 г щавелевой кислоты, 90 см³ воды	Мартенситные и нержавеющие стали	Электролитическое травление: $Q = 0,4—0,8$ до 1,5 *а*/см² $\tau = 0,5—1$ мин $t = 20$ °С
Концентрированная азотная кислота	Нержавеющие стали	Электролитическое травление: $V = 20$ В при обратной полярности
15 г сернокислого железа, 85 см³ воды	Мартенситные стали	$Q = 0,6—0,7$ *а*/см² $\tau = 2$ мин $t = 20$ °С

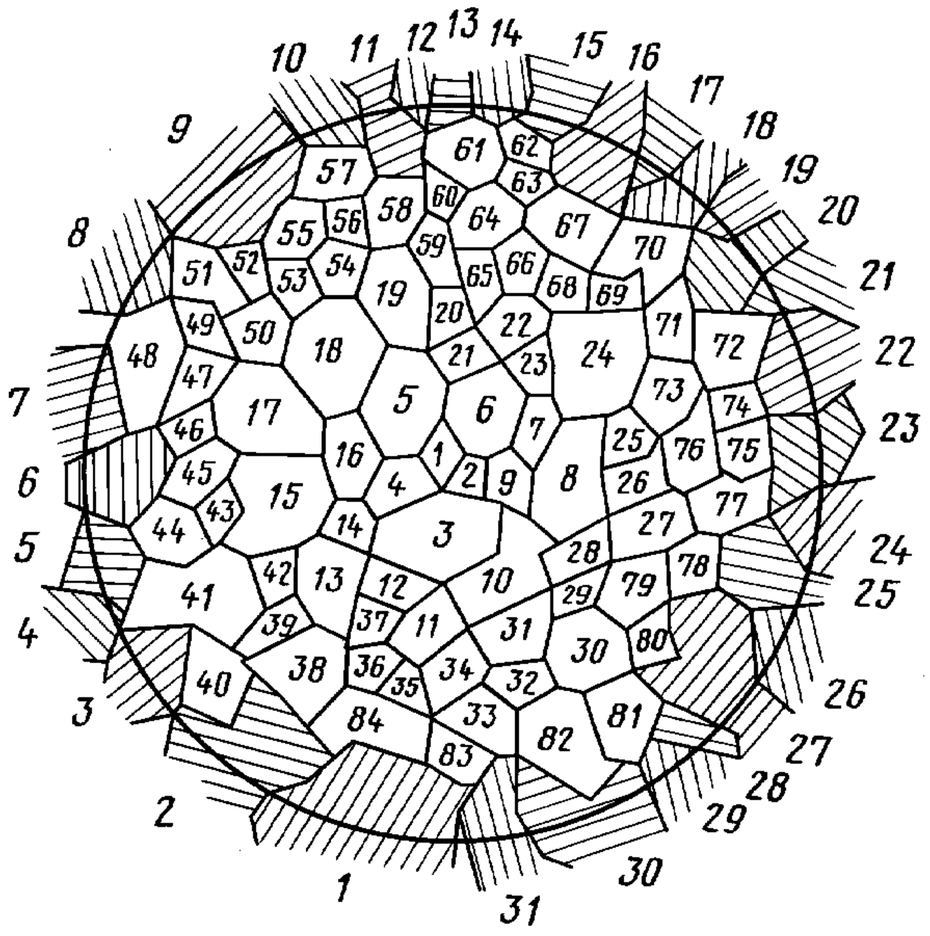
Продолжение

Состав реактива	Область применения	Способ травления
3 г хлористого железа, 10 см^3 соляной кислоты, 90 см^3 этилового спирта	Аустенитные стали	Химическое травление
60—90 см^3 азотной кислоты, 40—10 см^3 воды	Аустенитные стали	Электролитическое травление: τ = 15—30 с V = 20—30 В
20 г медного купороса, 100 см^3 соляной кислоты, 100 см^3 этилового спирта или воды (раствор Марбле)	Сплавы на никелевой и железо-никелевой основе	Химическое травление, электролитическое травление: τ = 10—15 с V = 12—15 В

*ПРИЛОЖЕНИЕ 3**
Справочное

ПРИМЕР ПОДСЧЕТА КОЛИЧЕСТВА ЗЕРЕН НА ЕДИНИЦУ ПОВЕРХНОСТИ ШЛИФА И РАСЧЕТА СРЕДНЕЙ ПЛОЩАДИ И СРЕДНЕГО ДИАМЕТРА ЗЕРНА

На чертеже приведен один из трех наиболее характерных участков шлифа при увеличении 100×.



Диаметр окружности 79,8 мм.

Площадь на шлифе 0,5 мм².

Запись результатов подсчета количества зерен в трех наиболее характерных участках шлифа при увеличении 100×.

Номер поля зрения	Количество зерен		Общее количество зерен на площади 0,5 мм² n_{100}	Количество зерен на 1 мм² m	Средняя площадь зерна a, мм²	Средний диаметр d_m, мм
	внутри окружности n_1	пересеченных окружностью n_2				
1	84	31	$84+\frac{31}{2}=99{,}5$	$2\cdot 99{,}5=199$	$\frac{1}{199}=0{,}0050$	$\frac{1}{\sqrt{199}}=0{,}071$
2	86	32	$86+\frac{32}{2}=102$	$2\cdot 102=204$	$\frac{1}{204}=0{,}0049$	$\frac{1}{\sqrt{204}}=0{,}069$
3	79	31	$79+\frac{31}{2}=94{,}5$	$2\cdot 94{,}5=189$	$\frac{1}{189}=0{,}0052$	$\frac{1}{\sqrt{189}}=0{,}073$
				$m=197$	$a=0{,}0051$	$d_m=0{,}071$

* Приложение 2 — см. бандероль.

ПРИЛОЖЕНИЕ 4
Справочное

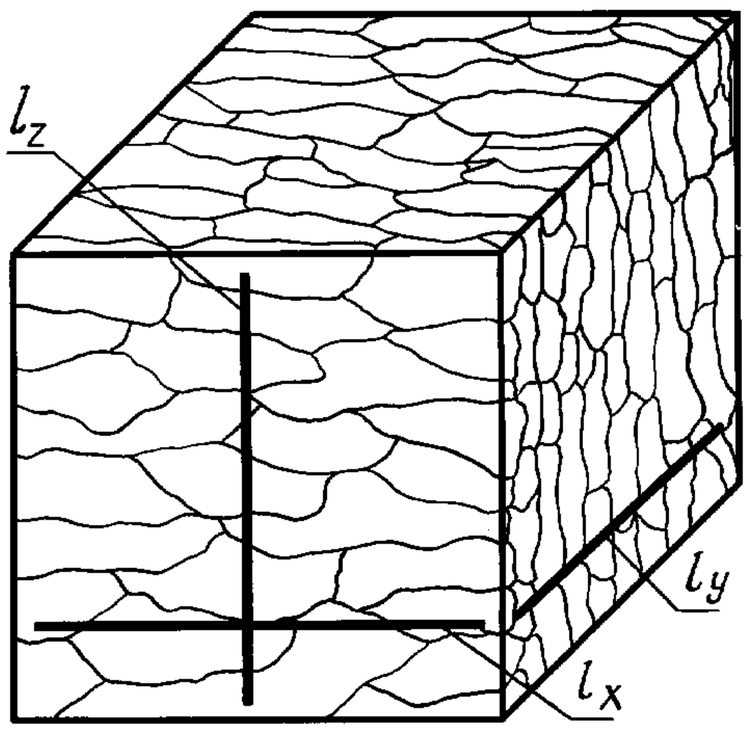
ПРИМЕРЫ ПОДСЧЕТА ПЕРЕСЕЧЕНИЙ ЗЕРЕН

Расчет среднего условного диаметра (равноосные зерна) представлен в виде табл. 1.

Таблица 1

Количество полей зрения	Общая длина отрезков при l = 0,6 мм	Число пересечений в каждом поле зрения на двух прямых					Общее число пересечений	Средний условный диаметр d_L, мм	Номер зерна по шкале G
		1	2	3	4	5			
5	$5 \cdot 2 \cdot 0{,}6 = 6{,}0$	35	37	39	37	41	188	$\frac{6{,}0}{188} = 0{,}0319$	7

Расчет количества зерен в 1 мм^3 шлифа (неравноосные зерна)



На чертеже представлена схема проведения прямых линий по трем направлениям на двух шлифах.

Запись результатов подсчета числа пересечений зерен в пяти наиболее характерных участках шлифа при увеличении 100× (длина линий 50 мм, что соответствует длине на шлифе 0,5 мм) приведена в табл. 2.

Таблица 2

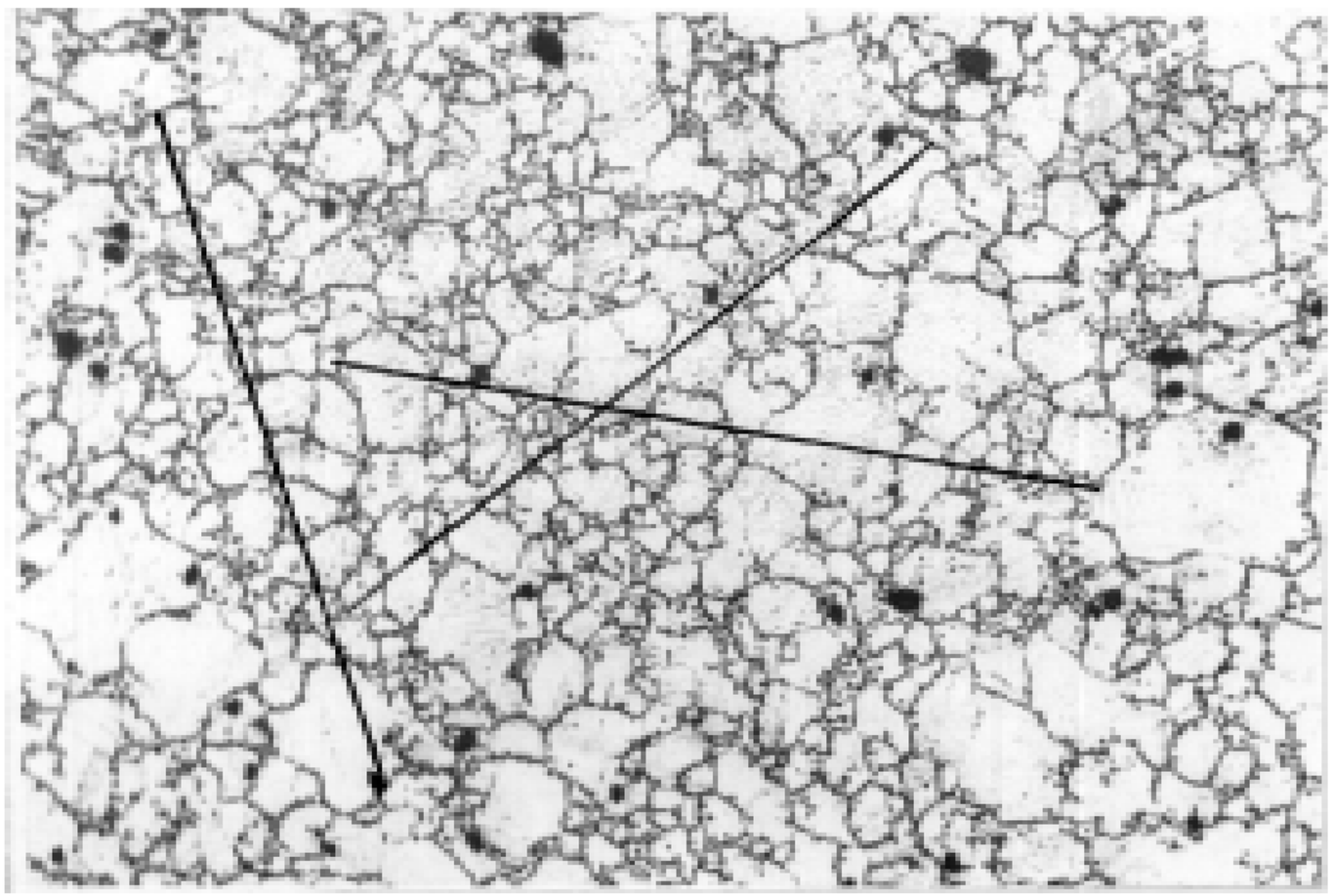
Номер поля зрения	Число пересечений границ на 1 мм			Количество зерен в 1 мм^3 N_V	Номер зерна G
	N_x	N_y	N_z		
1	16	30	24	8064	—
2	14	28	22	6036,8	—
3	16	30	22	7392	—
4	14	26	20	5096	—
5	16	32	24	8601,6	—
Среднее из 5	15,2	29,2	22,4	6959,41	5

Примечание. Если подсчет ведется при увеличении, отличающемся от 100×, то длину отрезков делят на применяемое увеличение, остальной расчет ведется, как и при увеличении 100×.

ПРИЛОЖЕНИЕ 5
Справочное

ПРИМЕР ОЦЕНКИ ВЕЛИЧИНЫ ЗЕРЕН В РАЗНОЗЕРНИСТОЙ СТРУКТУРЕ МЕТОДОМ ИЗМЕРЕНИЯ ДЛИН ХОРД

На чертеже при увеличении 400× представлена одна из пяти микрофотографий с проведенными на ней произвольно тремя отрезками прямых, каждый длиной приблизительно 60 мм, так, чтобы концы отрезков заканчивались на границах зерен. Всего на пяти фотографиях проведено 15 отрезков суммарной длиной приблизительно 900 мм.



Протяженность и число линий в пяти полях зрения выбрано с учетом пересечений ~ 250 зерен. Результаты измерений представлены в таблице.

Номер размерной группы	Предельные размеры в группах 400×, мм	Истинные размеры, мм	Длина измеренных хорд l_i, мм	Количество хорд данного размера n_i	$l_i \cdot n_i$ по каждому размеру, мм	$l_i \cdot n_i$ по каждой размерной группе, мм	Относительная доля длин хорд, занимаемых данной размерной группой $\frac{l_i \cdot n_i}{\Sigma l_i \cdot n_i}$, %
1	1,00—1,45	0,0025—0,0036	1,0	25	25	25	2,73
2	1,45—2,10	0,0036—0,0052	1,5 2,0	23 35	34,5 70,0	104,5	11,40
3	2,10—3,05	0,0052—0,0076	2,5 3,0	21 42	52,5 126	178,5	19,47
4	3,05—4,42	0,0076—0,0110	3,5 4,0	15 14	52,5 56	108,5	11,83
5	4,42—6,40	0,0110—0,0160	4,5 5,0 5,5 6,0	6 22 1 13	27 110 5,5 78	220,5	24,05
6	6,40—9,28	0,0160—0,0232	6,5 7,0 7,5 8,0 8,5 9,0	2 4 3 4 1 5	13 28 22,5 32 8,5 45	149	16,25

Продолжение

Номер размерной группы	Предельные размеры в группах 400×, мм	Истинные размеры, мм	Длина измеренных хорд l_i, мм	Количество хорд данного размера n_i	$l_i \cdot n_i$ по каждому размеру, мм	$l_i \cdot n_i$ по каждой размерной группе, мм	Относительная доля длин хорд, занимаемых данной размерной группой $\frac{l_i \cdot n_i}{\Sigma l_i \cdot n_i}$, %
7	9,28—13,46	0,0232—0,0336	9,5	—	—		
			10,0	2	20		
			10,5	—	—		
			11,0	1	11	79,5	8,67
			11,5	1	11,5		
			12	2	24		
			12,5	—	—		
			13	1	13		
8	13,46—19,52	0,0336—0,0488	14,5	1	14,5	51,5	5,60
			18	1	18		
			19	1	19		
				246	917	917	100

Из приведенных данных следует, что в структуре исследуемого металла присутствуют зерна с размером хорд от 0,0036 до 0,0232 мм. При этом наибольшее количество зерен (с учетом соседних групп) приходится на две размерные группы: 0,0110—0,0160 мм (*G*9) и 0,0052—0,0076 мм (*G*11).

Полученные результаты используются для определения среднеквадратического отклонения (*S*) от размера средней хорды и коэффициента вариации (δ), которые вычисляют по формуле

$$S = \sqrt{\frac{1}{\Sigma n - 1} \Sigma n (l - \overline{l})^2},$$

где n — общее количество всех измеренных хорд, равное Σn_i;

$\overline{l}$ — средняя длина хорды, вычисляемая по формуле

$$\overline{l} = \frac{\Sigma l_i \cdot n_i}{\Sigma n_i}.$$

Коэффициент вариации вычисляют по формуле

$$\delta = \frac{S}{\overline{l}}.$$

ПРИЛОЖЕНИЕ 6
Рекомендуемое

УЛЬТРАЗВУКОВОЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЕЛИЧИНЫ ЗЕРНА

1. Ультразвуковой метод, применяемый для определения средней величины зерна, основан на зависимости затухания ультразвуковых колебаний в поликристаллическом материале от размеров зерна.

2. Определение величины зерна проводится в рэлеевской области рассеяния ультразвука.

3. Частота ультразвуковых колебаний выбирается в соответствии с условием

$$4 \le \frac{\lambda}{d} \le 15,$$

где λ — длина волны ультразвуковых колебаний в материале, мм;

d — средний диаметр зерна, мм.

4. Для определения величины зерна используют ультразвуковые структурные анализаторы, а также ультразвуковые дефектоскопы.

5. Величину зерна определяют по коэффициенту затухания эхоимпульсным методом по ГОСТ 21120 или относительным методом.

6. Для определения величины зерна ультразвуковым методом предварительно устанавливают зависимость затухания ультразвуковых колебаний от величины зерна на испытательных образцах.

7. Испытательные образцы должны быть изготовлены на предельно допустимые номера зерна в соответствии с приложением 2 и табл. 1 настоящего стандарта.

Испытательные образцы должны быть изготовлены на каждую марку стали или сплава, которую подвергают контролю ультразвуковым методом. Они должны иметь ту же толщину (или диаметр) и ту же чистоту поверхности, что и контролируемый металл.

8. Шероховатость *Ra* контактной поверхности должна быть не более 2,5 мкм по ГОСТ 2789.

ПРИЛОЖЕНИЕ 7
Рекомендуемое

ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

В протоколе испытания указывают:
марку стали или сплава;
метод выявления и определения величины зерна;
номер величины зерна;
средний диаметр, мм;
средний условный диаметр, мм;
среднюю площадь сечения зерна, мм^2;
количество зерен в 1 мм^3.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.08.82 № 3394

3. ВЗАМЕН ГОСТ 5639—65

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер подпункта, приложения
ГОСТ 2789—73	Приложение 6
ГОСТ 5535—76	2.1.2.2
ГОСТ 21120—75	Приложение 6

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

6. ИЗДАНИЕ (август 2003 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1987 г. (ИУС 6—87)

Редактор *Л. И. Нахимова*
Технический редактор *О. Н. Власова*
Корректор *Н. И. Гаврищук*
Компьютерная верстка *А. П. Финогеновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 04.07.2003. Подписано в печать 02.10.2003. Усл. печ. л. 2,32 + вкл. 2,32.
Уч.-изд. л. 1,50 + вкл. 2,40. Тираж 136 экз. С 12218. Зак. 1645.

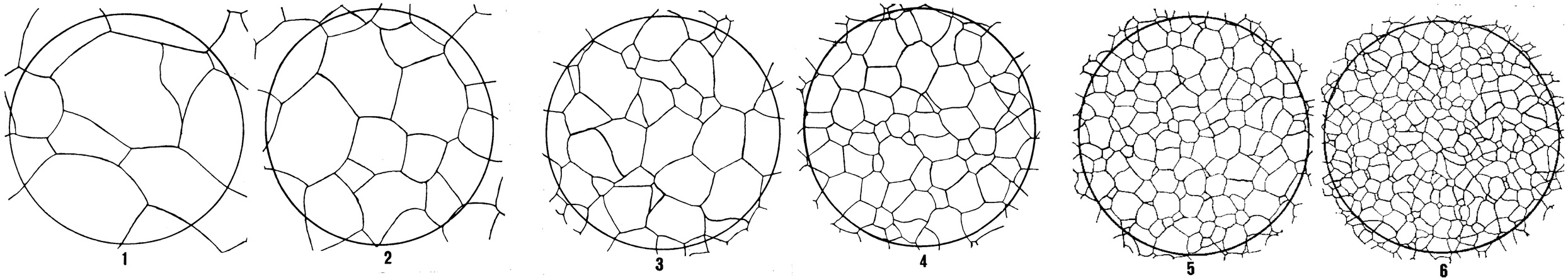
ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, 248021 Калуга, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

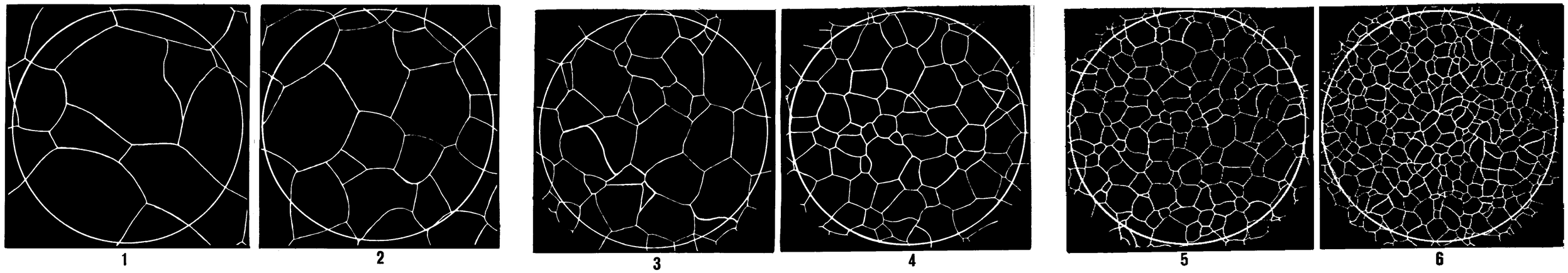
ШКАЛЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЕЛИЧИНЫ ЗЕРНА

Увеличение 100×

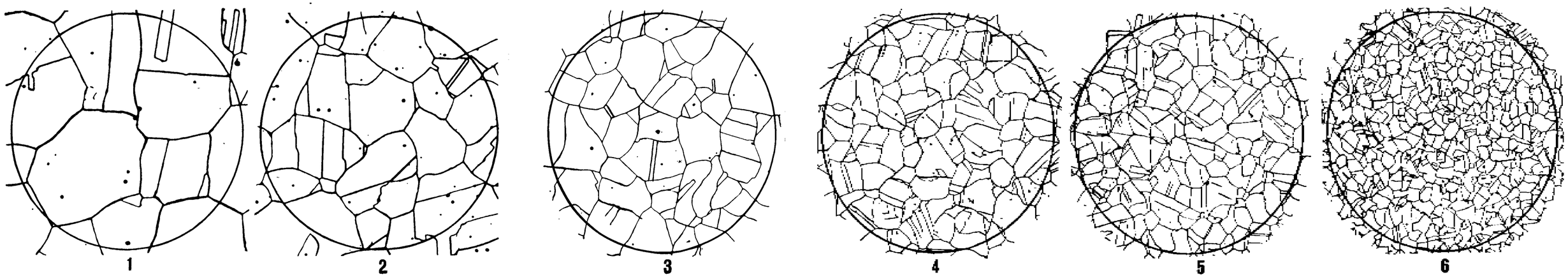
Шкала 1 (номера зерен 1—6)



Шкала 2 (номера зерен 1—6)

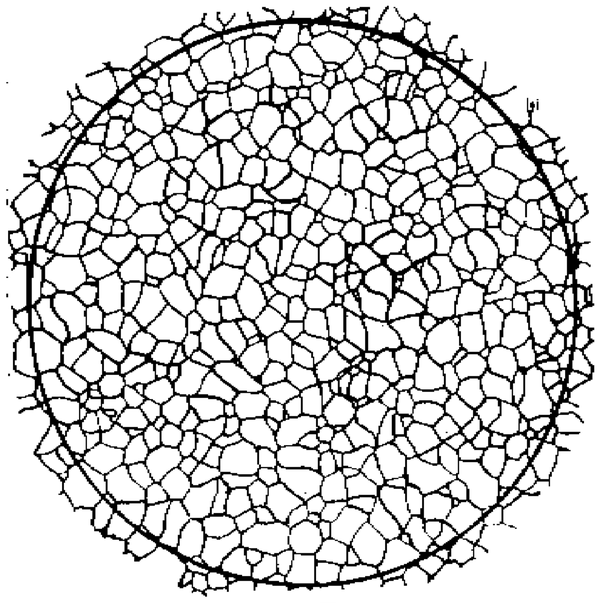


Шкала 3 (номера зерен 1—6)

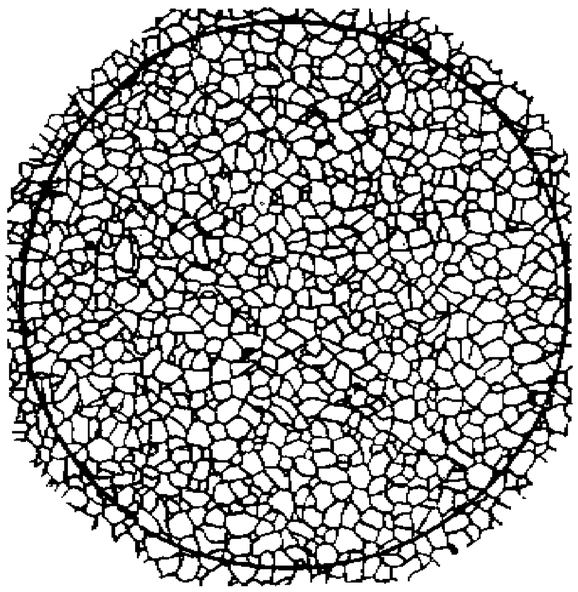


Продолжение приложения 2

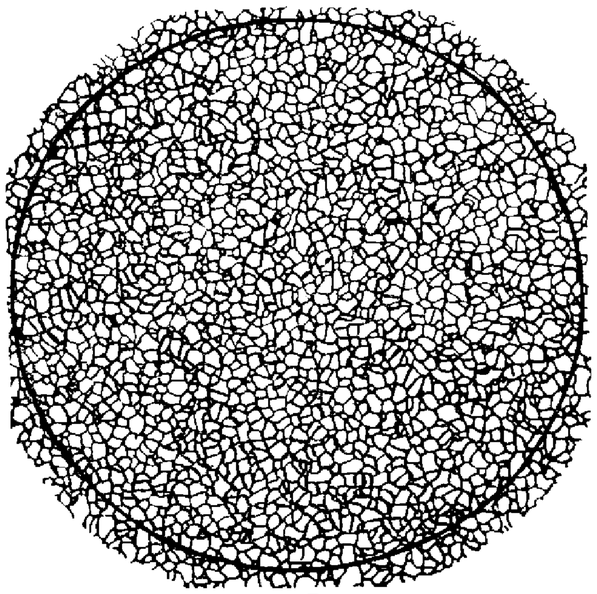
Шкала 1 (номера зерен 7—10)



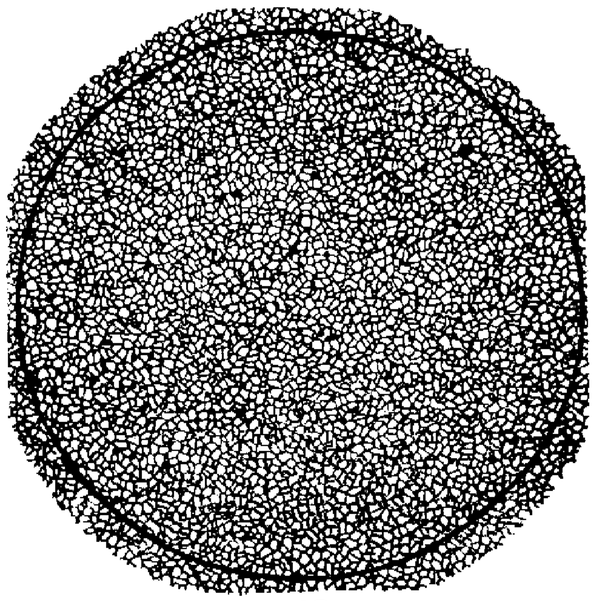
7



8

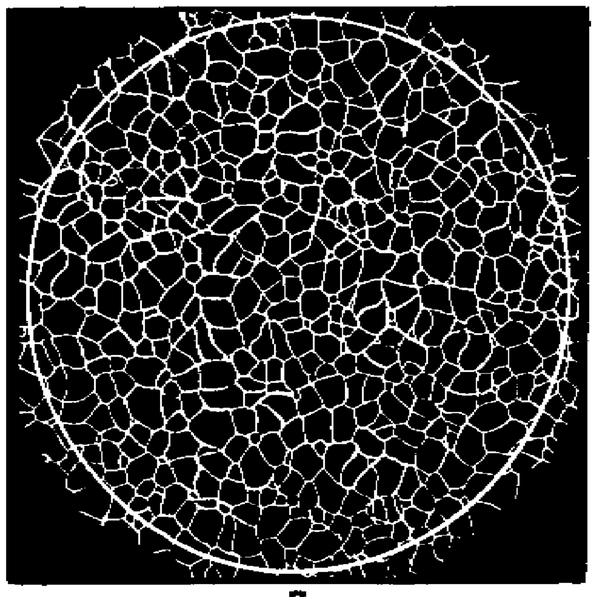


9

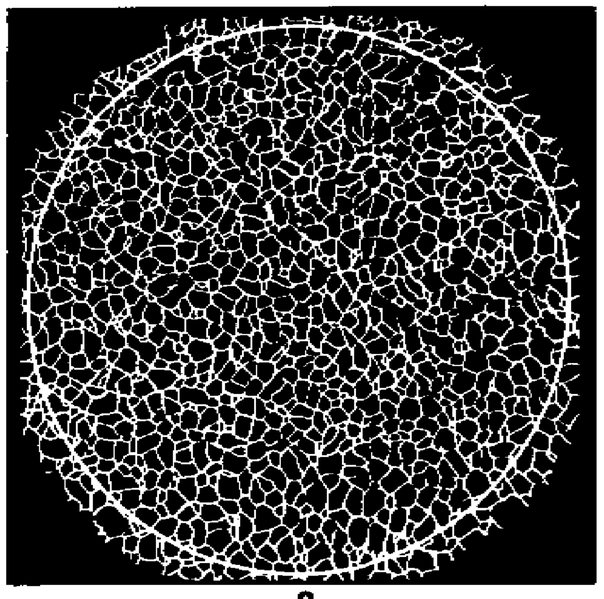


10

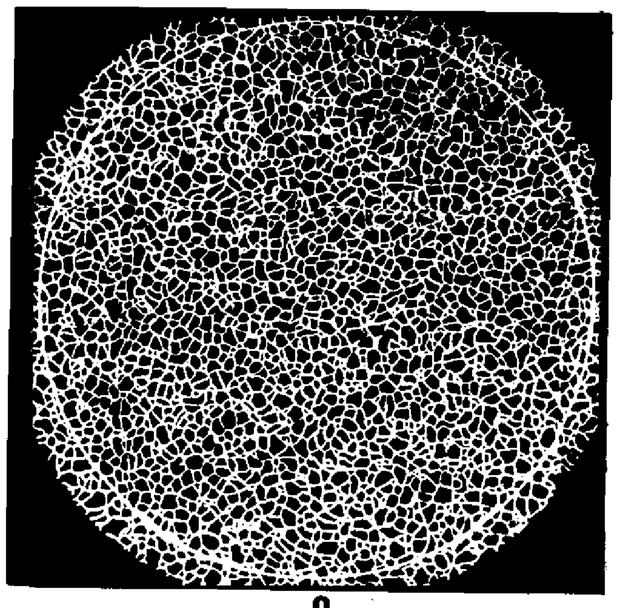
Шкала 2 (номера зерен 7—10)



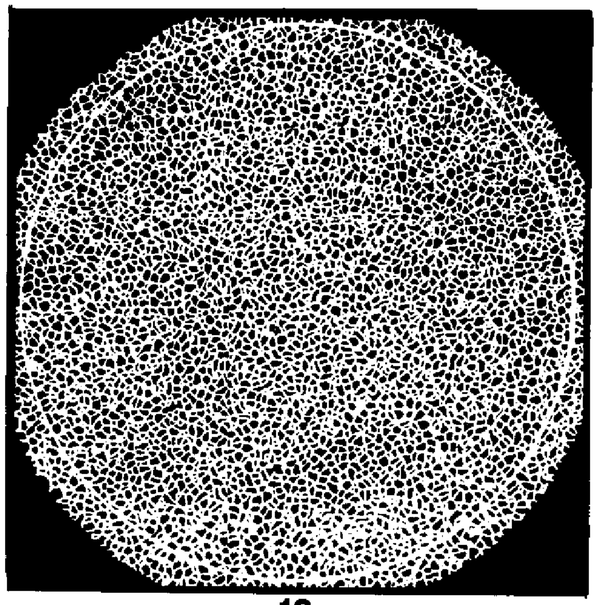
7



8

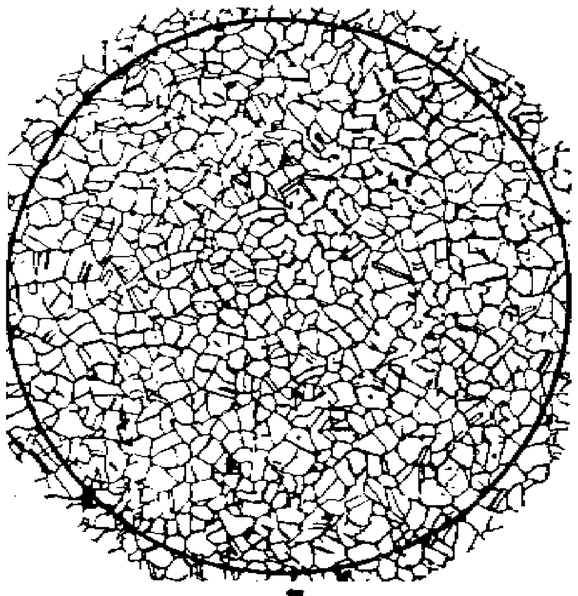


9

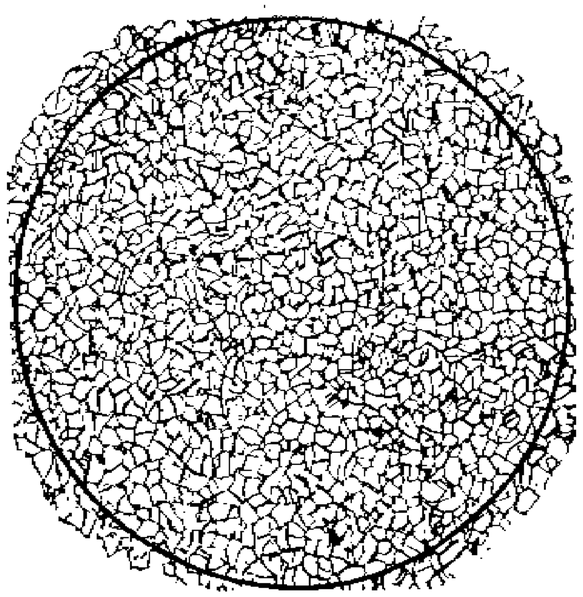


10

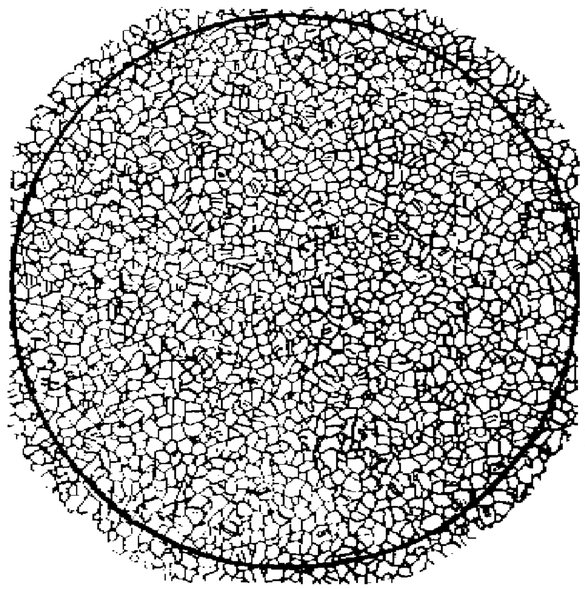
Шкала 3 (номера зерен 7—10)



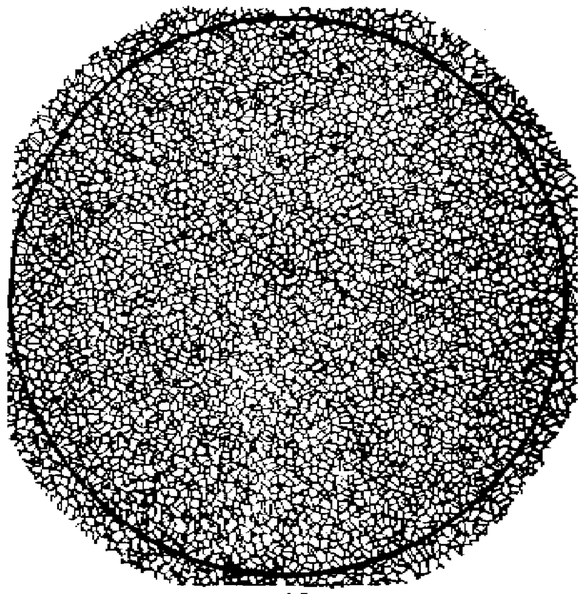
7



8



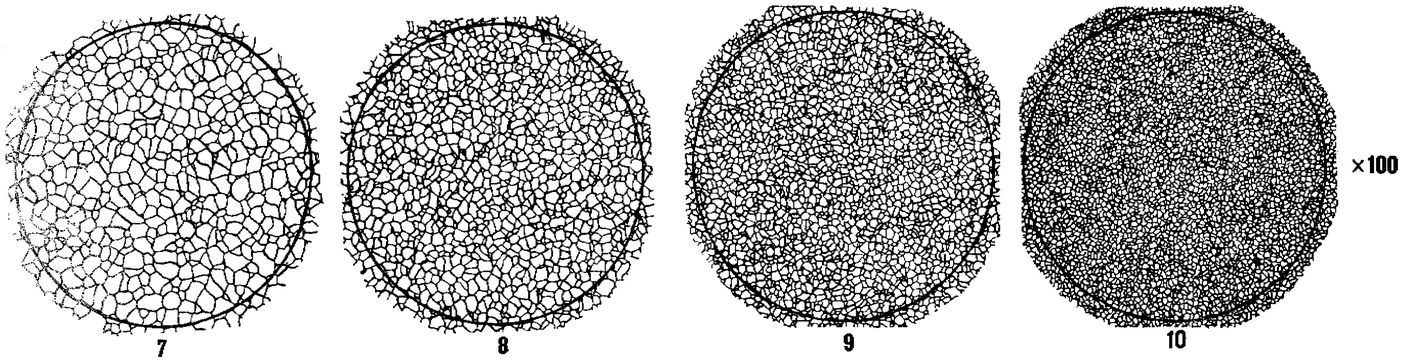
9

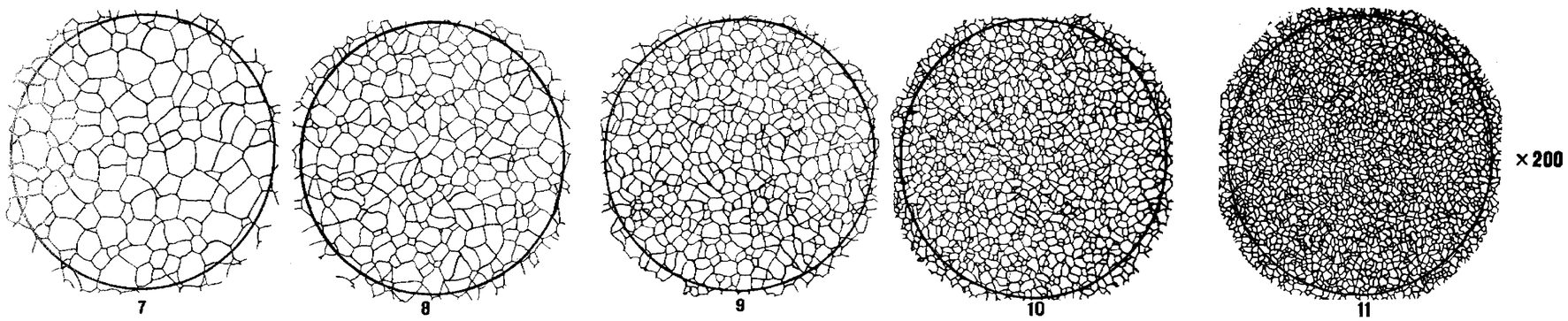


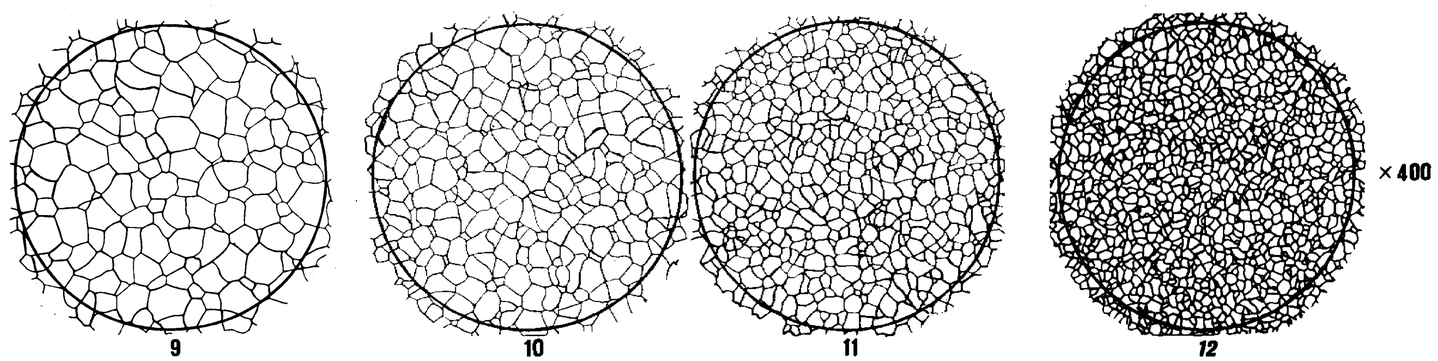
10

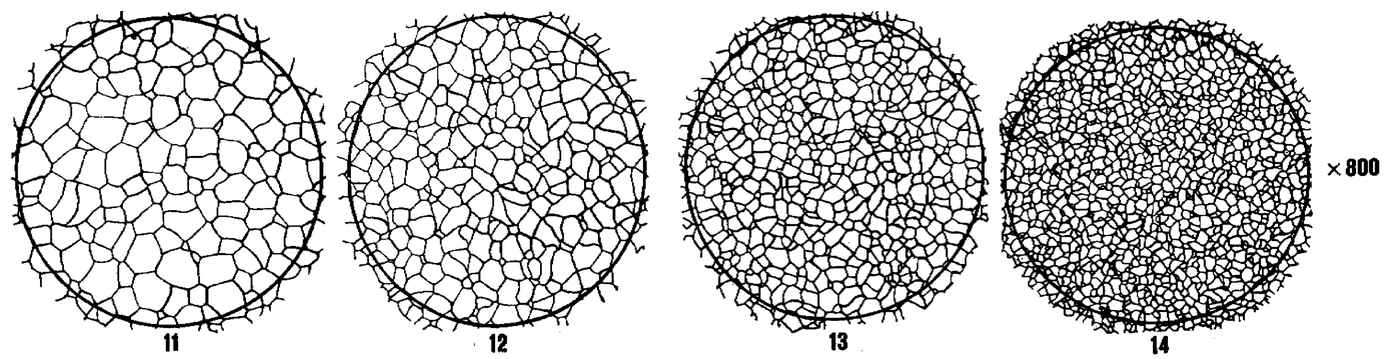
ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ШКАЛА 1 ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЕЛИЧИНЫ МЕЛКОГО ЗЕРНА

Увеличение 100, 200, 400, 800×







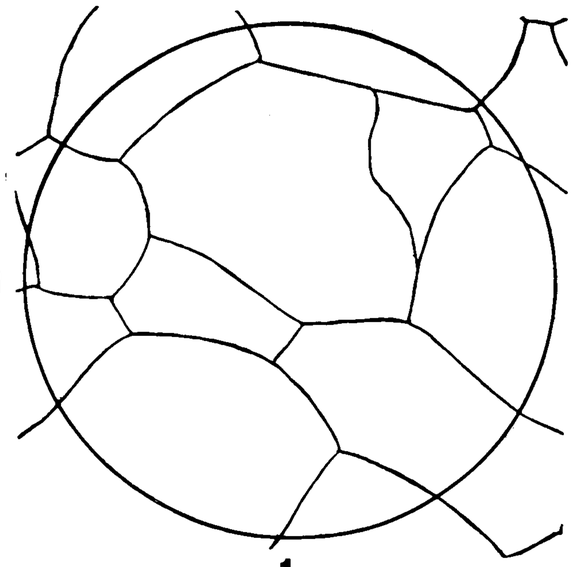


Продолжение приложения 2

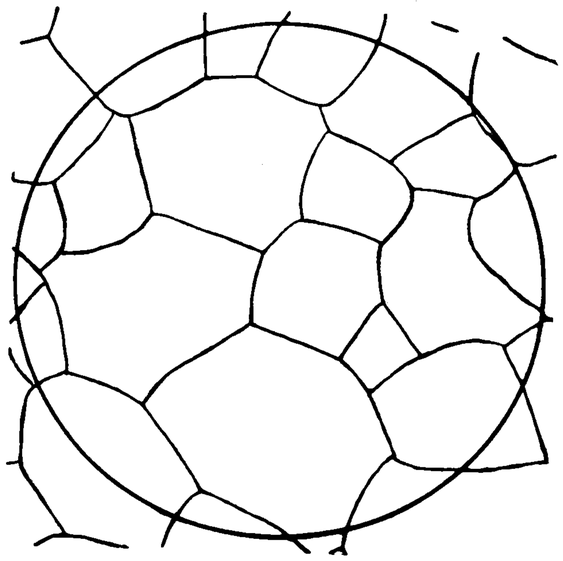
ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ШКАЛА 2 ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЕЛИЧИНЫ КРУПНОГО ЗЕРНА

Увеличение 100, 50, 25×

×100

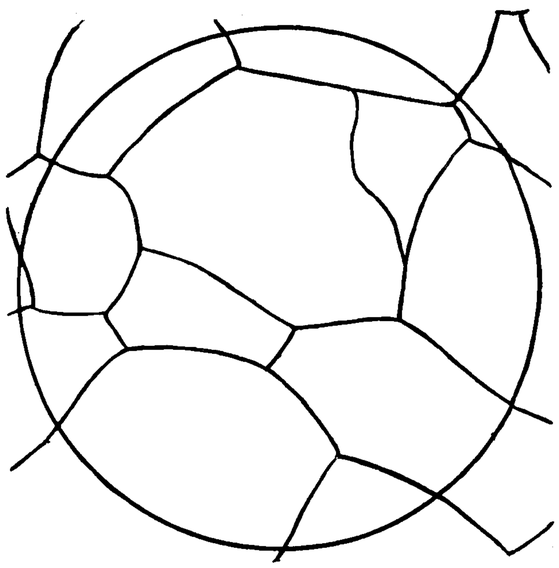


1

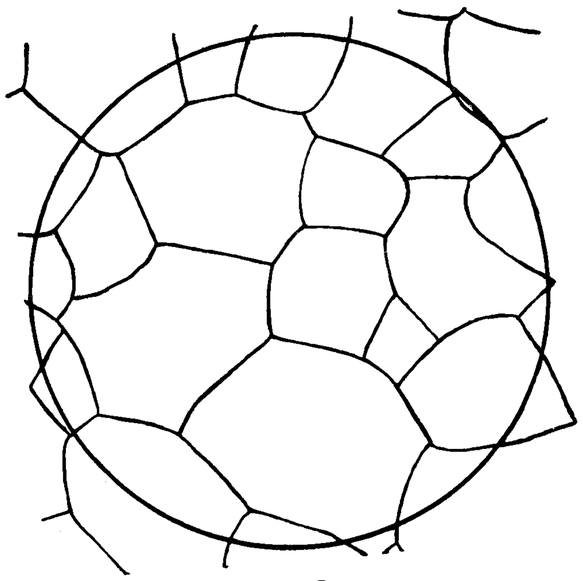


2

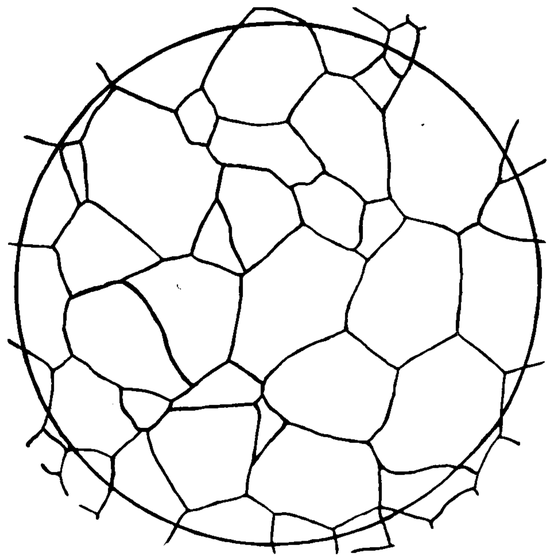
×50



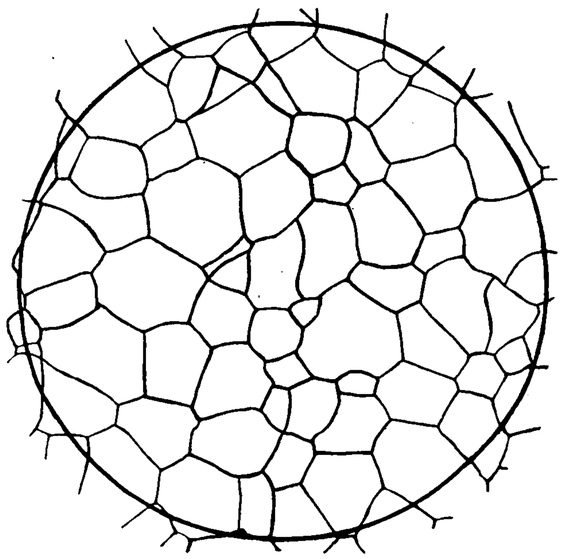
−1



0

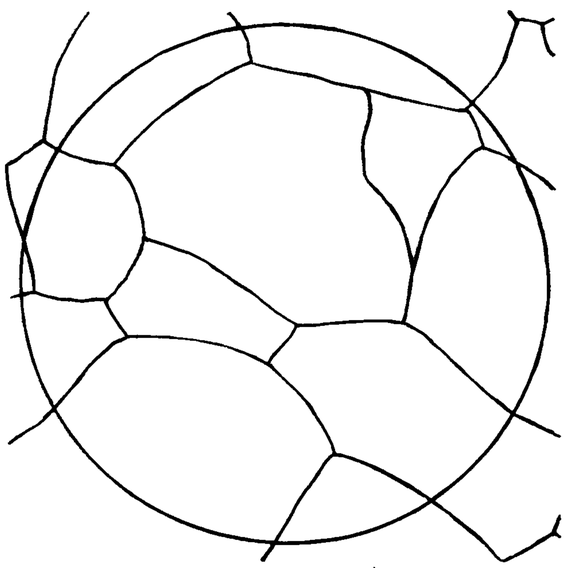


1

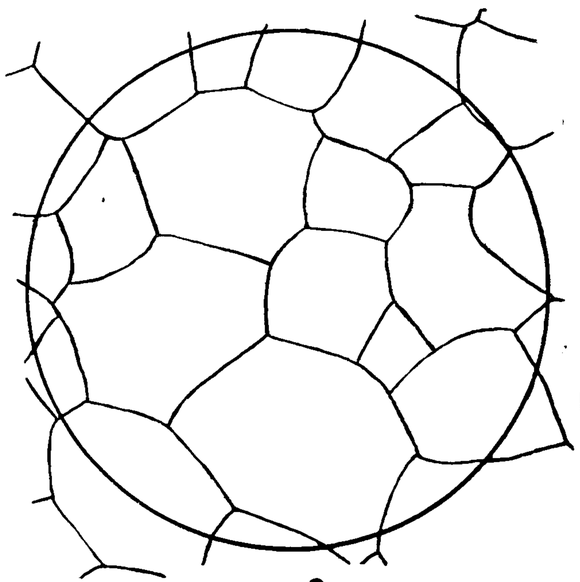


2

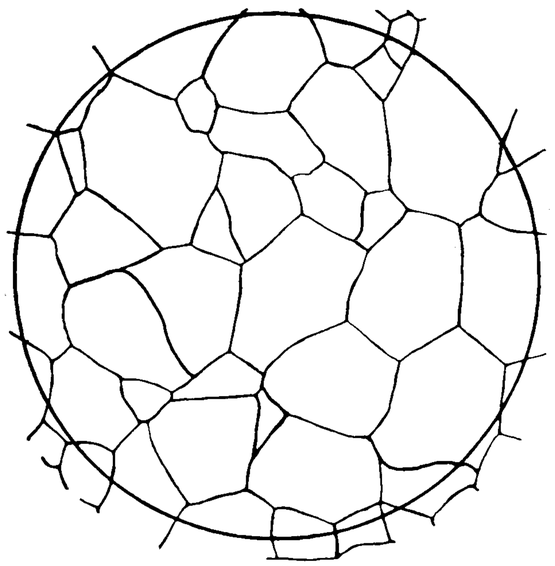
×25



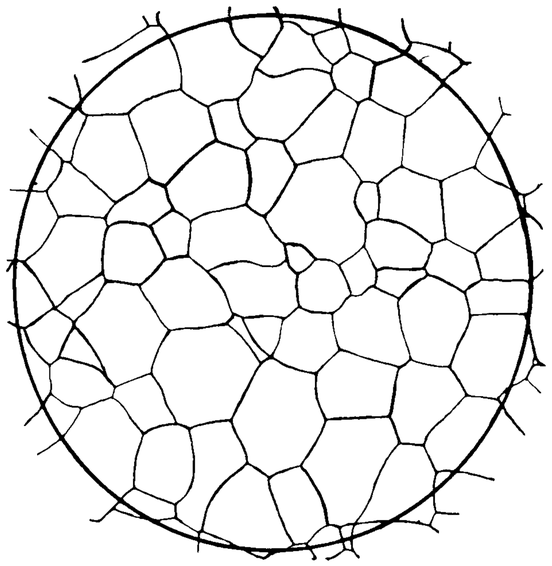
−3



−2



−1



0