



## СТАНДАРТНЫЕ МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СРЕДНЕГО РАЗМЕРА ЗЕРНА<sup>1</sup>

Данный стандарт издан под постоянным обозначением E 112; цифра, следующая сразу же за обозначением, указывает год первоначального принятия или, в случае пересмотра, год последнего пересмотра. Цифра в скобках указывает год последнего утверждения. Верхний индекс эpsilon ( $\epsilon$ ) указывает редакционные изменения со времени последнего пересмотра или повторного утверждения.

*Настоящий стандарт утвержден для применения в ведомствах Министерства обороны.*

### ВВЕДЕНИЕ

Настоящие методы определения среднего размера зерна в металлических материалах являются, прежде всего, измерительными методиками и, вследствие их чисто геометрической основы, независимы от рассматриваемого металла или сплава. В действительности, основные методы можно также использовать для оценки среднего размера зерна, кристалла или ячейки в неметаллических материалах. Метод сравнения можно применять, если структура материала приближается к внешнему виду одной из стандартных сравнительных карт. Метод секущих и планиметрический метод всегда применимы для определения среднего размера зерна. Однако, сравнительные карты нельзя использовать для измерения отдельных зерен.

### 1. Область применения

- 1.1 Данные методы испытаний относятся к измерению среднего размера зерна и включают методы сравнения, планиметрический метод (или методику Джеффри) и метод секущих. Настоящие методы испытаний могут также применяться к неметаллическим материалам со структурами, имеющими внешний вид, подобный внешнему виду металлических структур, изображенных на сравнительных картах. Настоящие методы испытаний распространяются главным образом на однофазные структуры зерна, но могут также применяться для определения среднего размера конкретного типа структуры зерна в многофазном или многокомпонентном образце.

*Авторское право ASTM International, 100 Bar Harbor Drive (Бар Харбор Драйв), PO box (почтовый ящик) C-700, West Conshohocken (Западный Коншохокен), PA (Пенсильвания), 19428-2959, United States (Соединенные Штаты Америки).*

Авторское право принадлежит ASTM Intl (все права зарегистрированы), Пятница 13 сентября, 02:12:16 EDT 2013. Загружено / распечатано OSCAR Production Group OSCAR согласно лицензионному соглашению. Никакого дальнейшего воспроизведения не разрешено.

<sup>1</sup> Данные методы испытаний находятся в юрисдикции Комитета ASTM E04 по металлографии и в сфере непосредственной ответственности Подкомитета E04.08 по размеру зерна.

Данная редакция утверждена 15 ноября 2012 г. Опубликована в январе 2013г. Первоначально утверждена в 1955 г. Последняя редакция утверждена в 2010 г. под обозначением E112 - 10. DOI: 10.1520/E0112-12.

- 1.2 Настоящие методы испытаний используются для определения среднего размера зерна образцов с одномодульным распределением площадей, диаметров или секущих отрезков. Эти распределения приблизительно логарифмически нормальные. Эти методы не включают в себя методы для характеристики природы этих распределений. Определение параметров размера зерна в образцах с распределением размера дуплексного зерна описано в Методах испытаний **E 1181**. Измерение отдельных очень крупных зерен в мелкозернистой матрице описано в Методах испытаний **E930**
- 1.3 Настоящие методы испытаний относятся только к определению плоского размера зерна, то есть описание параметров двухмерных срезов зерна, обнаруженных секущей плоскостью. Определение пространственного размера зерна, то есть, измерение размера трехмерных зерен в объеме образца выходит за пределы настоящих методов испытания.
- 1.4 Настоящие методы испытаний описывают технические приемы, выполняемые вручную с помощью либо стандартных серий градуированных изображений на карте для метода сравнения, либо простых шаблонов для методов подсчета вручную. Использование полуавтоматических цифровых планшетов или автоматических анализаторов изображения для измерений размера зерна описано в методах испытания E 1382.
- 1.5 В настоящих методах испытаний обсуждаются только рекомендованные методы испытаний и никакая содержащаяся в них информация не должна рассматриваться, как определяющие или установленные пределы приемлемости или соответствия цели испытываемых материалов.
- 1.6 Измеренные значения указываются в единицах SI (Международной системы), которые считаются стандартными. Эквивалентные дюйм-фунтовые единицы, если перечисляются, приводятся в скобках и могут быть приблизительными.
- 1.7 *Этот стандарт не ставит целью охватить все вопросы безопасности, если они имеют место, связанные с его использованием. Пользователь данного стандарта отвечает за то, чтобы установить соответствующие правила безопасности и санитарно-гигиенические правила и определить применимость регулирующих ограничений до его применения.*
- 1.8 Параграфы следуют в таком порядке:

Раздел	Номер
Область применения	<b>1</b>
Справочно-нормативные документы	<b>2</b>
Терминология	<b>3</b>
Значение и использование	<b>4</b>
Общие замечания по применению	<b>5</b>
Отбор образцов	<b>6</b>
Испытательные образцы	<b>7</b>
Калибровка	<b>8</b>
Подготовка микрофотографий	<b>9</b>
Метод сравнения	<b>10</b>
Планиметрический метод (Джеффри)	<b>11</b>
Общий метод секущих	<b>12</b>
Метод линейных секущих Хайна	<b>13</b>
Методы круговых секущих	<b>14</b>

Метод одного круга Хилларда	14.2
Метод трех кругов Абрамса	14.3
Статистический анализ	15
Образцы с неравноосными формами зерна	16
Образцы, содержащие две или более фазы или составляющие	17
Отчет	18
Точность и отклонение	19
Ключевые слова	20
Приложения:	
Основа размеров зерна стандартов ASTM	Приложение A1
Уравнения для преобразований между различными измерениями размера зерна	Приложение A2
Размер аустенитного зерна, ферритные и аустенитные стали	Приложение A3
Метод, основанный на зернистости излома	Приложение A4
Требования к деформируемой меди и сплавам на основе меди	Приложение A5
Применение к частным случаям	Приложение A6
Приложения:	
Результаты межлабораторных определений размеров зерна	Приложение X1
Вспомогательные принадлежности	Приложение X2

## 2. Справочно-нормативные документы

### 2.1 Стандарты ASTM<sup>2</sup>:

<b>E 3</b>	Методика подготовки образцов для металлографического исследования
<b>E 7</b>	Терминология, относящаяся к металлографии
<b>E 407</b>	Методика микротравления металлов и сплавов
<b>E 562</b>	Метод испытания для определения объемной доли ручным систематическим подсчетом точек
<b>E 691</b>	Методика проведения межлабораторного исследования для определения точности метода испытаний
<b>E 883</b>	Руководство по отражательному микрофотографированию E 930 Методы испытаний для оценки наибольшего зерна, наблюдаемого в шлифе (порошковый размер зерна )
<b>E 930</b>	Методы испытаний для оценки наибольшего зерна, наблюдаемого в шлифе (порошковый размер зерна )
<b>E 1181</b>	Методы испытаний для описания параметров размеров дуплексного зерна
<b>E 1382</b>	Методы испытаний для определения средних размеров зерна с помощью полуавтоматического и автоматического анализа изображений

### 2.2 Дополнения ASTM:

2.2.1 Для получения полного перечня дополнений смотрите **Приложение X2**.

## 3. Терминология

3.1 *Определения:* По определениям терминов, использованных в настоящих методах испытаний, смотрите Терминологию **E 7**.

<sup>2</sup> За справочным материалом по стандартам ASTM заходите на веб-сайт ASTM по адресу [www.astm.org](http://www.astm.org) , или свяжитесь со службой по работе с заказчиками ASTM по адресу [service@astm.org](mailto:service@astm.org). Для получения более подробной информации по «Ежегодному изданию стандартов ASTM - смотрите страницу «Общего обзора (краткого содержания) документов по стандартам» на веб-сайте ASTM

### 3.2 Определения терминов, характерных для настоящего стандарта:

#### 3.2.1 Размер зерна ASTM - размер зерна ASTM, G, первоначально определялся как:

$$N_{AE} = 2^{G-1} \quad (1)$$

где  $N_{AE}$  - количество зерен на квадратный дюйм при 100-кратном увеличении. Для получения числа на квадратный миллиметр при 1X, умножьте на 15,50.

3.2.2 *Зерно* - тот участок в пределах исходной (первоначальной) границы, наблюдаемый на двухмерной полированной плоскости, или объем, окруженный исходной (первоначальной) границей в трехмерном объекте. В материалах, имеющих двойниковые границы, двойниковые границы не учитываются, то есть, структура на любой стороне двойниковой границы принадлежит зерну.

3.2.3 *Подсчет пересечений границ зерна* - определение того, сколько раз испытательные линии проходят через или являются касательными к границам зерна (тройные точечные пересечения считаются 1-<sup>1</sup>/<sub>2</sub> пересечениями).

3.2.4 *Подсчет пересечений зерна* - определение того, сколько раз испытательные линии пересекают отдельные зерна на плоскости полировки (попадания по касательной считаются половиной пересечения; испытательные линии, которые заканчиваются в пределах зерна считаются половиной пересечения).

3.2.5 *Длина пересечений* - расстояние между двумя противоположными соседними точками пересечения границ зерна на отрезке испытательной линии, которая пересекает зерно в любом месте вследствие произвольного размещения испытательной линии.

#### 3.3 Символы:

$\alpha$	- матричное зерно в двухфазной (составной) микроструктуре.
$A$	- площадь испытания.
$\bar{A}$	- средняя площадь поперечного сечения зерна.
$Al_e$	- коэффициент удлинения зерна или коэффициент анизотропии для продольно ориентированной плоскости.
$\bar{d}$	- средний плоский диаметр зерна (Пластина III).
$\bar{D}$	- средний пространственный (объемный) диаметр зерна.
$f$	- множитель Джеффри для планиметрического метода.
$G$	- размер зерна по ASTM.
$\bar{\ell}$	- средняя линейная длина пересечения.
$\bar{\ell}_\alpha$	- средняя линейная длина пересечения матричной фазы в двухфазной (составной) микроструктуре.
$\bar{\ell}_e$	- средняя линейная длина пересечения на продольно ориентированной поверхности для несоосной структуры зерна
$\bar{\ell}_t$	- средняя линейная длина пересечения на поперечно ориентированной поверхности для несоосной структуры зерна.
$\bar{\ell}_p$	- средняя линейная длина пересечения на плоскоориентированной поверхности для несоосной структуры зерна.
$\ell_0$	- базовая длина пересечения в 32,00 мм для определения взаимоотношения между $G$ и $\ell$ (и $N_L$ ) для макроскопически или микроскопически определяемого размера зерна методом секущих
$L$	- длина испытательной линии.
$M$	- применяемое увеличение.
$M_b$	- увеличение, применяемое сериями рисунков карты.



$n$	- число измеренных полей.
$N_a$	- число зерен, пересеченных испытательной линией в двухфазной (составной) микроструктуре.
$N_{Aa}$	- число зерен на мм <sup>2</sup> при 1X в двухфазной (составной) микроструктуре
$N_{AE}$	- число зерен на дюйм <sup>2</sup> при 100X
$N_{A\ell}$	- $N_A$ на ориентированной в продольном направлении поверхности для несоосной зернистой структуры.
$N_{At}$	- $N_A$ на ориентированной в поперечном направлении поверхности для несоосной зернистой структуры.
$N_{AP}$	- $N_A$ на плоско ориентированной поверхности для несоосной структуры зерна
$N_i$	- число пересечений с испытательной линией.
$N_{inside}$	- число зерен, полностью в пределах испытательной окружности.
$N_{Intercepted}$	- число зерен, пересеченных испытательной окружностью.
$N_L$	- число пересечений на единицу длины испытательной линии.
$N_{L\ell}$	- $N_L$ на продольно ориентированной поверхности для несоосной структуры зерна.
$N_{Lt}$	- $N_L$ на поперечно ориентированной поверхности для несоосной структуры зерна.
$N_{Lp}$	- $N_L$ на плоско ориентированной поверхности для несоосной структуры зерна.
$P_l$	- число пересечений границ зерна с испытательной линией.
$P_L$	- число пересечений границ зерна на единицу длины испытательной линии.
$P_{L\ell}$	- $P_L$ на продольно ориентированной поверхности для несоосной структуры зерна.
$P_{Lt}$	- $P_L$ на поперечно ориентированной поверхности для несоосной структуры зерна.
$P_{Lp}$	- $P_L$ на плоско ориентированной поверхности для несоосной структуры зерна.
$Q$	- поправочный коэффициент для оценок сравнительных таблиц с использованием нестандартного увеличения для микроскопически определяемых размеров зерна.
$Q_m$	- поправочный коэффициент для оценок сравнительных таблиц с использованием нестандартного увеличения для макроскопическим способом определяемых размеров зерна.
$S$	- стандартное отклонение.
$S_V$	- отношение площади поверхности границ зерна к объему для однофазной структуры.
$S_{V\alpha}$	- отношение площади поверхности границ зерна к объему для двухфазной (составной) структуры.
$t$	- множитель Стьюдента $t$ для определения доверительного интервала.
$V_{V\alpha}$	- объемная доля фазы в двухфазной (составной) структуре.
95 %CI	- доверительный интервал 95%.
%RA	- относительная точность в процентах.

#### 4. Значение и применение

4.1 Настоящие методы испытания содержат методы определения и правила выражения среднего размера зерна всех металлов, состоящих полностью или в основном из одной фазы. Методы испытаний могут также использоваться для любых структур, имеющих внешний вид, подобный внешнему виду металлических структур, изображенных на сравнительных картах. Тремя основными методами для оценки размера зерна являются следующие:

4.1.1 *Метод сравнения:* метод сравнения не требует подсчета зерен, отрезков или пересечений, но, как предполагает название, применяет сравнение структуры зерна с серией градуированных изображений, будь то в форме настенной карты, четких пластиковых наложений, или сетки окуляра. Здесь основное отклонение проявляется

в том, что сравнение оценок размеров зерна утверждает, что размер зерна несколько крупнее (на от  $\frac{1}{2}$  до 1  $G$  номера ниже), чем в действительности (смотрите X1.3.5). Повторяемость и воспроизводимость оценок сравнительных карт составляет обычно  $\pm 1$  размера зерна.

- 4.1.2 *Планиметрический метод*: планиметрический метод включает фактический подсчет числа зерен в пределах известной площади. Число зерен на единицу площади  $N_A$  используется для определения размера зерна ASTM,  $G$ . Точность метода зависит от числа подсчитанных зерен. Точности в  $\pm 0,25$  единицы размера зерна можно добиться при достаточном количестве усилий. Результаты не имеют отклонения, при этом повторяемость и воспроизводимость меньше, чем  $\pm 0,5$  единицы размера зерна. Точный подсчет требует разметки зерен после их подсчета.
- 4.1.3 *Метод секущих*: метод секущих включает фактический подсчет числа зерен, пересеченных испытательной линией, или числа пересечений границы зерна испытательной линией, на единицу длины испытательной линии, применяемой для подсчета средней длины линейного отрезка,  $\bar{l}$ .  $\bar{l}$  используется для определения размера зерна ASTM,  $G$ . Точность метода зависит от числа подсчитанных секущих и пересечений. Точности в  $\pm 0,25$  единицы размера зерна можно добиться при надлежащих усилиях. Результаты не имеют отклонения, при этом повторяемость и воспроизводимость меньше, чем  $\pm 0,5$  единицы размера зерна. Поскольку точный подсчет можно сделать без необходимости разметки отрезков секущих и пересечений, метод секущих быстрее, чем планиметрический метод при том же уровне точности.
- 4.2 Для образцов, состоящих из соосных зерен, метод сравнения образца со стандартной картой является наиболее удобным и достаточно точен для большинства коммерческих целей. Для более высокой степени точности в определении среднего размера зерна можно применять метод секущих или планиметрический. Метод секущих особенно полезен для структур, состоящих из удлиненных зерен.
- 4.3 В спорном случае метод секущих должен быть арбитражным методом во всех случаях.
- 4.4 Не следует делать попытки оценивать средний размер зерна сильно холоднодеформированного материала. Частично рекристаллизованные деформированные сплавы, а также легко и умеренно деформированный материал можно считать состоящим из несоосных зерен, если требуется измерение размера зерна.
- 4.5 *Индивидуальные измерения зерна не следует осуществлять на основе стандартных сравнительных карт*. Эти карты были созданы для отражения типичного логарифмически нормального распределения размеров зерна, которое происходит тогда, когда плоскость проходит через трехмерный массив зерен. Поскольку они показывают распределение размеров зерен от очень маленьких до очень больших, в зависимости от соотношения плоского сечения и трехмерного массива зерен, карты не применимы к измерению отдельных зерен.



## 5. Общие замечания по применению

- 5.1 При использовании этих методов испытания важно осознавать, что оценка среднего размера зерна не является точным измерением. Металлическая структура является совокупностью трехмерных кристаллов варьирующихся размеров и форм. Даже если все эти кристаллы были бы идентичны по размеру и форме, поперечные сечения зерен, сделанные произвольной плоскостью (поверхность наблюдения) в такой структуре, имели бы распределение площадей, варьирующееся от максимального значения до нуля, в зависимости от того, где плоскость пересекает каждый отдельный кристалл. Понятно, что никакие два поля наблюдения не могут быть совершенно одинаковыми.
- 5.2 Размер и расположение зерен в микроструктуре обычно являются совершенно случайными. Никакой номинально случайный процесс расположения тестового шаблона не может улучшить этот случайный характер, а случайные процессы могут дать плохое представление путем концентрации измерений в части образца. Под *хорошим представлением* здесь подразумевается, что все части образца должны вносить вклад в результат исследования, а не так, как иногда допускалось, что нужно выбирать поля среднего размера зерна. Визуальная выборка полей или отбрасывание предельных измерений не может исказить среднее значение, если осуществляется беспристрастными экспертами, но во всех случаях произведет превратное впечатление и даст в той или иной мере ложное представление в отношении высокой точности. Для репрезентативной выборки площадь образца делится в уме на несколько равных когерентных подзон и предварительно указанных положений стола, которые находятся примерно в середине каждой подзоны. Стол последовательно устанавливается в каждое из этих положений, и испытательный шаблон прикладывается вслепую, то есть, при выключенном свете, закрытом затворе или отведенном объективе. Не допускается никакое подправление выбранного таким образом положения. Только измерения, сделанные на выбранных таким образом полях, можно считать действительными в отношении точности и отклонения.

## 6. Отбор образцов

- 6.1 Образцы должны отбираться так, чтобы представлять средние условия в пределах плавочной партии, партии термообработки или продукции, или же чтобы определить изменения, ожидаемые поперек и вдоль изделия или детали, в зависимости от характера испытываемого материала и цели исследования. Место и частота отбора образцов должна основываться на согласованиях между производителем и пользователями.
- 6.2 Образцы не следует брать с участков, которые подверглись воздействию резания, обжигания или иных процессов, которые изменяют структуру зерна.

## 7. Испытательные образцы

- 7.1 Как правило, если структура зерна соосная, приемлема любая ориентация образца. Однако, наличие соосной структуры зерна в деформированном образце можно

определить только путем исследования плоскости полировки, параллельной оси деформации.

- 7.2 Если структура зерна на продольно ориентированном образце соосная, тогда измерения размера зерна на этой или любой другой плоскости будут эквивалентны в пределах статистической точности метода испытания. Если структура зерна не соосная, а удлиненная, тогда измерения размера зерна на образцах с разной ориентацией будут колебаться. В этом случае размер зерна следует оценивать, по крайней мере, на двух из трех основных плоскостей - поперечной, продольной и плоской (или радиальной и поперечной для круглого прутка) и усреднять, как описано в Разделе 16, для получения среднего размера зерна. Если используются направленные испытательные линии, а не испытательные окружности, подсчет пересечений на несоосных зернах в толстых или тонких листовых образцах можно осуществлять с помощью только двух основных испытательных плоскостей, а не всех трех, как требуется для планиметрического метода.
- 7.3 Подлежащая полировке поверхность должна быть достаточно большой по площади, чтобы позволить производить измерение, по крайней мере, пяти полей при требуемом увеличении. В большинстве случаев, за исключением тонколистовых или проволочных образцов, достаточной является минимальная площадь полированной поверхности в 160 мм<sup>2</sup> (0,25 дюйма<sup>2</sup>).
- 7.4 Образец должен быть разрезан, подготовлен для исследования (если необходимо), отшлифован и отполирован согласно рекомендованным процедурам Методики E3. Образец должен быть протравлен с помощью реактива, такого как обозначено в перечне Методики E407, для очерчивания большинства или всех границ зерен (смотрите также Приложение A3).

#### ТАБЛИЦА 1 Предлагаемые сравнительные карты для металлических материалов

ПРИМЕЧАНИЕ 1: Эти рекомендации основаны на обычной практике в промышленности. Для образцов, подготовленных по специальным технологиям, соответствующие сравнительные эталоны следует выбирать на основании структурно-внешнего вида в соответствии с пунктом 8.2.

Материал	Номер пластины	Основное увеличение
Алюминий	I	100X
Медь и сплавы на основе меди (смотрите Приложение A4)	III или IV	75X, 100X
Железо и сталь:		
Аустенитная	II или IV	100X
Ферритная	I	100X
Цементированная	IV	100X
Нержавеющая	II	100X
Магний и сплавы на основе магния	I или II	100X
Никель и сплавы на основе никеля	II	100X
Суперпрочные сплавы	I или II	100X
Цинк и сплавы на основе цинка	I или II	100X

## 8. Калибровка

- 8.1 Используйте объект-микрометр для определения истинного линейного увеличения для каждого объектива, окуляра и мехов



(фотоаппарата) или настройки фокусного расстояния, используемого в пределах  $\pm 2\%$ .

- 8.2 Пользуйтесь линейкой с миллиметровой шкалой для определения фактической длины прямых испытательных линий или диаметра испытательных окружностей, используемых в качестве сеток.

## 9. Подготовка микрофотоснимков

- 9.1 Когда для оценки среднего размера зерна используются микрофотоснимки, их следует готовить в соответствии с Руководством **E 883**.

## 10. Методика сравнения

- 10.1 Методика сравнения должна применяться к полностью рекристаллизованным или литым материалам с соосными зёрнами.

- 10.2 Когда оценки размера зерна выполняются более удобным методом сравнения, повторные проверки отдельными лицами, а также межлабораторные испытания показали, что если внешний вид эталона не приближается достаточно хорошо к внешнему виду образца, могут иметь место погрешности. Для уменьшения таких погрешностей сравнительные карты представлены в следующих четырех категориях:<sup>3</sup>

- 10.2.1 *Пластина I* - раздвойникованные зёрна (плоское травление). Включает размеры зерна 00,0,  $\frac{1}{2}$ , 1,  $1\frac{1}{2}$ , 2,  $2\frac{1}{2}$ , 3,  $3\frac{1}{2}$ , 4,  $4\frac{1}{2}$ , 5,  $5\frac{1}{2}$ , 6,  $6\frac{1}{2}$ , 7,  $7\frac{1}{2}$ , 8,  $8\frac{1}{2}$ , 9,  $9\frac{1}{2}$ , 10 при 100-кратном увеличении.

- 10.2.2 *Пластина II* - двойниковые зёрна (плоское травление). Включает размеры зерна 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 при 100-кратном увеличении.

- 10.2.3 *Пластина III* - двойниковые зёрна (контрастное травление). Включает номинальные диаметры зерна 0,200, 0,150, 0,120, 0,090, 0,070, 0,060, 0,050, 0,045, 0,035, 0,025, 0,020, 0,015, 0,010, 0,005 мм при 75-кратном увеличении.

- 10.2.4 *Пластина IV* - аустенитные зёрна в стали (Мак-Квейд-Эн). Включает размеры зерна 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 при 100-кратном увеличении.

- 10.3 В **Таблице 1** перечислен ряд материалов и сравнительных карт, которые предлагаются для использования при оценке среднего размера зерна. Например, для двойниковой меди и латуни с контрастным травлением пользуйтесь Пластиной III.

**ПРИМЕЧАНИЕ 1:** Примеры эталонов размера зерна с Пластин I, II, III и IV представлены на **Рис.1, Рис. 2, Рис. 3 и Рис. 4**.

- 10.4 Оценка микроскопически установленного размера зерна обычно производится путем прямого сравнения при том же самом увеличении, что и соответствующая карта. Выполните это путем сравнения спроецированного изображения или микрофотографического снимка представительного поля испытательного образца с микрофотографиями

<sup>3</sup> Пластины I, II, III и IV имеются в Главном управлении ASTM. Закажите принадлежности **ADJE11201P** (Пластина I), **ADJE11202P** (Пластина II), **ADJE11203P** (Пластина III) и **ADIE11204P** (Пластина IV). Имеется также комбинация всех четырех пластин. Закажите дополнение **ADJE112PS**.

соответствующих стандартных гранулометрических рядов, или же с их соответствующими копиями либо диапозитивами, и выберите микрофотоснимок, который наиболее близко соответствует изображению испытательного образца, или интерполируйте между двумя эталонами. Регистрируйте этот оцененный размер зерна как размер зерна ASTM или диаметр зерна изображения на карте, которое наиболее точно соответствует изображению испытательного образца, или же как интерполированное значение между двумя стандартными картинками на карте.

- 10.5 Хорошая оценка со стороны наблюдателя необходима для того, чтобы выбрать используемое увеличение, правильный размер площади (число зерен), а также число и местоположение в образце представительных шлифов и полей для оценки характеристик или среднего размера зерна. Недостаточно визуально выбрать то, что кажется зонами среднего размера зерна. Рекомендации по выбору соответствующих зон для всех методик упомянуты в пункте 5.2.
- 10.6 Оценки размера зерна следует производить на трех или более представительных зонах каждого сечения образца.
- 10.7 Когда размер образцов зерна выходит за пределы диапазона, охваченного стандартными фотографиями, или когда 75-кратное или 100-кратное увеличение не является достаточным, можно применять другие увеличения для сравнения, используя соотношения, приведенные в **Примечании 2** и **Таблице 2**. Можно отметить, что альтернативные увеличения являются обычно простыми кратными основных увеличений.

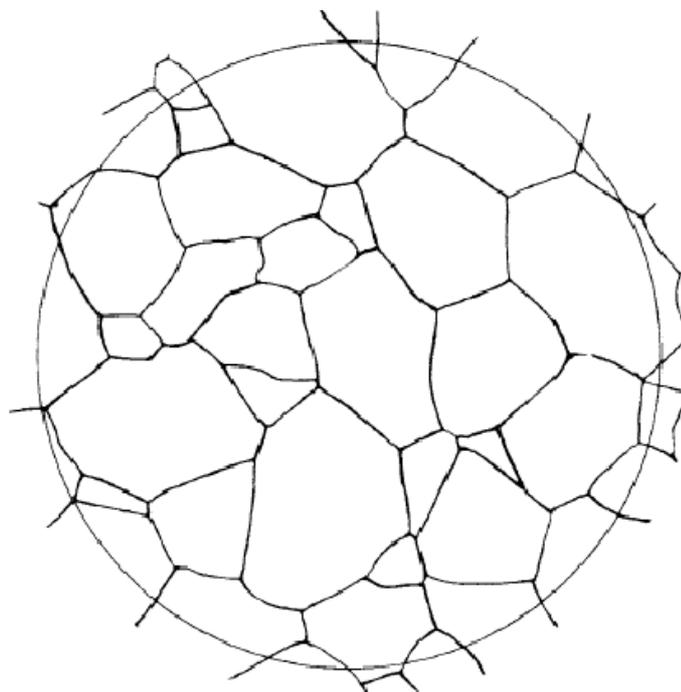
**ПРИМЕЧАНИЕ 2:** Если размер зерна передается в номерах ASTM, удобно пользоваться соотношением:

$$Q = 2 \log_2 (M/M_b) = 6,64 \log_{10} (M/M_b) \quad (2)$$

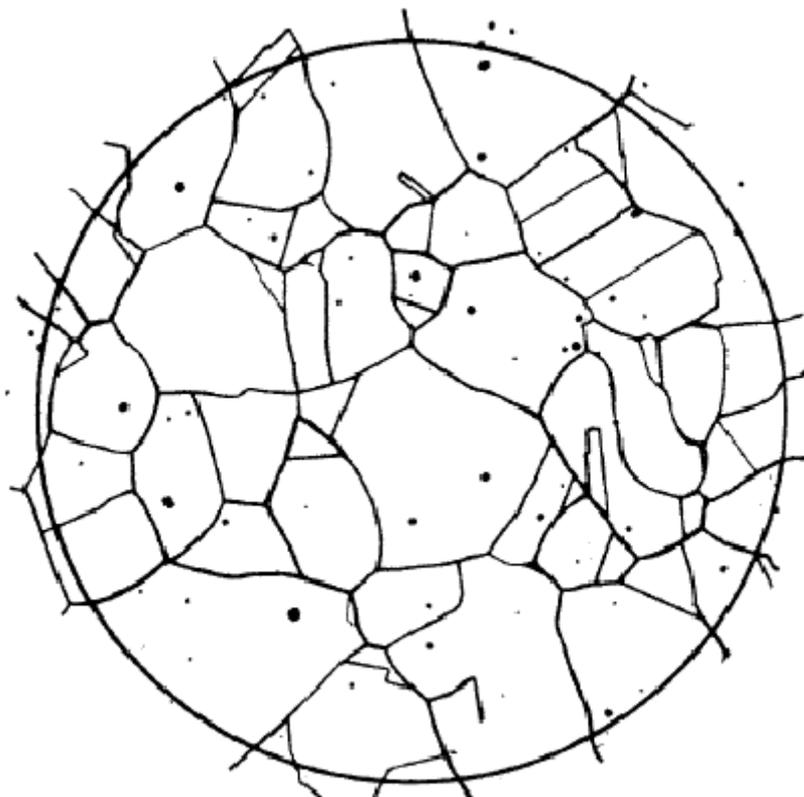
где  $Q$  = поправочный коэффициент, который прибавляется к предполагаемому размеру микрзерна образца, видимому при увеличении,  $M$ , вместо базового увеличения,  $M_b$  (75-кратного или 100-кратного), чтобы получить истинный размер зерна ASTM. Таким образом, для 25-кратного увеличения истинный размер зерна ASTM на четыре номера меньше, чем размер соответствующей микрофотографии при 100-кратном увеличении ( $Q = -4$ ). Подобным образом, для 400-кратного увеличения истинный размер зерна ASTM на четыре номера больше ( $Q = +4$ ), чем размер соответствующей микрофотографии при 100-кратном увеличении. Аналогично этому, для 300-кратного увеличения истинный размер зерна ASTM на четыре номера больше, чем размер соответствующей микрофотографии при 75-кратном увеличении.

<sup>4</sup> Диапозитивы разных размеров зерен на Пластинах I имеются в Главном управлении ASTM. Заказ дополнений: [ADJE112TS](#) для комплекта. Диапозитивы группировок индивидуальных размеров зерна предоставляются по требованию. Заказ дополнений: [ADJE11205T](#) (Размер зерна 00), [ADJE11206T](#) (Размер зерна 0), [ADJE11207T](#) (Размер зерна 0,5), [ADJE11208T](#) (Размер зерна 1,0), [ADJE11209T](#) (Размер зерна 1,5), [ADJE11210T](#) (Размер зерна 2,0), [ADJE11211T](#) (Размер зерна 2,5), [ADJE11212T](#) (Размеры зерна 3,0, 3,5 и 4,0), [ADJE11213T](#) (Размеры зерна 4,5, 5,0 и 5,5), [ADJE11214T](#) (Размеры зерна 6,0, 6,5 и 7,0), [ADJE11215T](#) (Размеры зерна 7,5, 8,0 и 8,5) и [ADJE11216T](#) (Размеры зерна 9,0, 9,5 и 10,0). Карты, иллюстрирующие размеры зерна от 00 до 10 имеются только на пленке 8% на 11 дюймов (от 215,9 на 279,4 мм). Диапозитивы для Пластины II, III и IV не существуют.

- 10.8 Небольшое число зерен на поле в крупном конце серии карт, то есть, размер 00, и очень маленький размер зерен в мелком конце делают затруднительным точное сравнение оценок. Когда размер зерен образца попадает в любой конец диапазона карт, более достоверное сравнение можно произвести путем замены увеличений так, чтобы размер зерна лежал ближе к центру диапазона.
- 10.9 Использование диапозитивов<sup>4</sup> или отпечатков эталонов со стандартом и неизвестным, помещенных рядом друг с другом, следует предпочесть применению сравнения настенных карт со спроецированными изображениями на экране микроскопа.



**РИС. 1 Пример недвойниковых зерен (плоское травление) из Пластины I, размер зерна № 3 при 100-кратном увеличении.**



**РИС. 2** Пример двойниковых зерен (плоское травление) из Пластины II, размер зерна № 3 при 100-кратном увеличении.



**РИС. 3** Пример двойниковых зерен (контрастное травление) из Пластины III, размер зерна 0,090 мм при 75-кратном увеличении.



**РИС. 4** Пример аустенитных зерен в стали из Пластины IV, размер зерна № 3 при 100-кратном увеличении.

**ТАБЛИЦА 2 Соотношения микроскопически определенных размеров зерна с помощью Пластины III при разных увеличениях**
**ПРИМЕЧАНИЕ 1**

 Первая строка – средний диаметр зерна,  $d$ , в мм; в скобках – эквивалент размера зерна стандартов ASTM, G.

**ПРИМЕЧАНИЕ 2**

Увеличение для Пластины III является 75-кратным (данные ряда 3).

Увели- чение	Номер рисунка карты (Пластина III)													
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
25X	0,015 (9,2)	0,030 (7,2)	0,045 (6,0)	0,060 (5,2)	0,075 (4,5)	0,105 (3,6)	0,135 (2,8)	0,150 (2,5)	0,180 (2,0)	0,210 (1,6)	0,270 (0,8)	0,360 (0)	0,451 (0/00)	0,600 (00 +)
50X	0,0075 (11,2)	0,015 (9,2)	0,0225 (8,0)	0,030 (7,2)	0,0375 (6,5)	0,053 (5,6)	0,0675 (4,8)	0,075 (4,5)	0,090 (4,0)	0,105 (3,6)	0,135 (2,8)	0,180 (2,0)	0,225 (1,4)	0,300 (0,5)
75X	0,005 (12,3)	0,010 (10,3)	0,015 (9,2)	0,020 (8,3)	0,025 (7,7)	0,035 (6,7)	0,045 (6,0)	0,050 (5,7)	0,060 (5,2)	0,070 (4,7)	0,090 (4,0)	0,120 (3,2)	C, 150 (2,5)	0,200 (1,7)
100X	0,00375 (13,2)	0,0075 (11,2)	0,0112 (10,0)	0,015 (9,2)	0,019 (8,5)	0,026 (7,6)	0,034 (6,8)	0,0375 (6,5)	0,045 (6,0)	0,053 (5,6)	0,067 (4,8)	0,090 (4,0)	0,113 (3,4)	G,150 (2,5)
200X	0,0019 (15,2)	0,00375 (13,2)	0,0056 (12,0)	0,0075 (11,2)	0,009 (10,5)	0,013 (9,6)	0,017 (8,8)	0,019 (8,5)	0,0225 (8,0)	0,026 (7,6)	0,034 (6,8)	0,045 (6,0)	0,056 (5,4)	0,075 (4,5)
400X	—	0,0019 (15,1)	0,0028 (14,0)	0,0038 (13,1)	0,0047 (12,5)	0,0067 (11,5)	0,0084 (10,8)	0,009 (10,5)	0,012 (10,0)	0,0133 (9,5)	0,0168 (8,8)	0,0225 (8,0)	0,028 (7,3)	0,0375 (6,6)
500X	—	—	0,0022 (14,6)	0,003 (13,7)	0,00375 (13,1)	0,00525 (12,1)	0,0067 (11,5)	0,0075 (11,1)	0,009 (10,6)	0,010 (10,3)	0,0133 (9,5)	0,018 (8,7)	0,0225 (8,0)	0,03 (7,1)

**ТАБЛИЦА 3 Соотношения макроскопического размера зерна для однородных, произвольно ориентированных соосных зерен**
**ПРИМЕЧАНИЕ 1:**

Макроскопически определенные размеры зерна M-12.3, M-13.3, M-13.8 и M-14.3 таким образом соответствуют микроскопически определенным размерам зерна (G) 00, 0, 0,5 и 1,0

No. размера макрозерна	$N_A$ зерен/ Единица площади		A Средняя площадь зерна		$\bar{d}$ Средний диаметр		$\bar{l}$ Средний отрезок		$\bar{M}$	$\bar{N}$
	К-во./мм <sup>2</sup>	К-во./дюйм <sup>2</sup>	мм <sup>2</sup>	дюйм <sup>2</sup>	мм	дюйм	мм	дюйм	мм-1	100 мм
M-0	0,0008	0,50	1290,3	2,00	35,9	1,41	32,00	1,2	0,031	3,13
M-0.5	0,0011	0,71	912,4	1,41	30,2	1,19	26,91	1,0	0,037	3,72
M-1.0	0,0016	1,00	645,2	1,00	25,4	1,00	22,63	0,89	0,044	4,42
M-1.5	0,0022	1,41	456,2	0,707	21,4	0,841	19,03	0,74	0,053	5,26
M-2.0	0,0031	2,00	322,6	0,500	18,0	0,707	16,00	0,63	0,063	6,25
M-2.5	0,0044	2,83	228,1	0,354	15,1	0,595	13,45	0,53	0,074	7,43
M-3.0	0,0062	4,00	161,3	0,250	12,7	0,500	11,31	0,44	0,088	8,84
M-3.5	0,0088	5,66	114,0	0,177	10,7	0,420	9,51	0,37	0,105	10,51
M-4.0	0,0124	8,00	80,64	0,125	8,98	0,354	8,00	0,31	0,125	12,50
M-4.5	0,0175	11,31	57,02	0,0884	7,55	0,297	6,73	0,26	0,149	14,87
M-5.0	0,0248	16,00	40,32	0,0625	6,35	0,250	5,66	0,22	0,177	17,68
M-5.5	0,0351	22,63	28,51	0,0442	5,34	0,210	4,76	0,18	0,210	21,02
M-6.0	0,0496	32,00	20,16	0,0312	4,49	0,177	4,00	0,15	0,250	25,00
M-6.5	0,0701	45,26	14,26	0,0221	3,78	0,149	3,36	0,13	0,297	29,73
M-7.0	0,099	64,00	10,08	0,0156	3,17	0,125	2,83	0,11	0,354	35,36
M-7.5	0,140	90,51	7,13	0,0110	2,67	0,105	2,38	0,093	0,420	42,05
M-8.0	0,198	128,0	5,04	7,812	2,25	88,4	2,00	78,7	0,500	50,00
M-8.5	0,281	181,0	3,56	5,524	1,89	74,3	1,68	66,2	0,595	59,46
M-9.0	0,397	256,0	2,52	3,906	1,59	62,5	1,41	55,7	0,707	70,71
M-9.5	0,561	362,1	1,78	2,762	1,33	52,6	1,19	46,8	0,841	84,09
M-10.0	0,794	512,0	1,26	1,953	1,12	44,2	1,00	39,4	1,00	100,0
M-10.5	1,122	724,1	0,891	1,381	0,994	37,2	0,841	33,1	1,19	118,9
M-11.0	1,587	1024,1	0,630	0,977	0,794	31,2	0,707	27,8	1,41	141,4
M-11.5	2,245	1448,2	0,0445	0,690	0,667	26,3	0,595	23,4	1,68	168,2
M-12.0	3,175	2048,1	0,315	0,488	0,561	22,1	0,500	19,7	2,00	200,0
M-12.3	3,908	2521,6	0,256	0,397	0,506	19,9	0,451	17,7	2,22	221,9
M-12.5	4,490	2896,5	0,223	0,345	0,472	18,6	0,420	16,6	2,38	237,8
M-13.0	6,349	4096,3	0,157	0,244	0,397	15,6	0,354	13,9	2,83	282,8
M-13.3	7,817	5043,1	0,128	0,198	0,358	14,1	0,319	12,5	3,14	313,8
M-13.5	8,979	5793,0	0,111	0,173	0,334	13,1	0,297	11,7	3,36	336,4
M-13.8	11,055	7132,1	0,091	0,140	0,301	11,8	0,268	10,5	3,73	373,2
M-14.0	12,699	8192,6	0,079	0,122	0,281	11,0	0,250	9,84	4,00	400,0
M-14.3	15,634	10086,3	0,064	0,099	0,253	9,96	0,225	8,87	4,44	443,8

**ТАБЛИЦА 4 Соотношения размеров зерна, рассчитанные  
для равнородных, произвольно ориентированных соосных зерен**

Размер зерна, G	$N_A$ зерен/ единица площади		$\bar{A}$ Средняя площадь зерна		$\bar{d}$ Средний диаметр		$\bar{\ell}$ Средний отрезок		$\bar{N}_L$
	К-во/ двойм <sup>2</sup> при 100X	К-во/мм <sup>2</sup> при 1X	мм <sup>2</sup>	μм <sup>2</sup>	мм	μм	мм	μм	К-во/мм
00	0,25	3,88	0,2581	258064	0,5080	508,0	0,4525	452,5	2,21
0	0,50	7,75	0,1290	129032	0,3592	359,2	0,3200	320,0	3,12
0,5	0,71	10,96	0,0912	91239	0,3021	302,1	0,2691	269,1	3,72
1,0	1,00	15,50	0,0645	64516	0,2540	254,0	0,2263	226,3	4,42
1,5	1,41	21,92	0,0456	45620	0,2136	213,6	0,1903	190,3	5,26
2,0	2,00	31,00	0,0323	32258	0,1796	179,6	0,1600	160,0	6,25
2,5	2,83	43,84	0,0228	22810	0,1510	151,0	0,1345	134,5	7,43
3,0	4,00	62,00	0,0161	16129	0,1270	127,0	0,1131	113,1	8,84
3,5	5,66	87,68	0,0114	11405	0,1068	106,8	0,0951	95,1	10,51
4,0	8,00	124,00	0,00806	8065	0,0898	89,8	0,0800	80,0	12,50
4,5	11,31	175,36	0,00570	5703	0,0755	75,5	0,0673	67,3	14,87
5,0	16,00	248,00	0,00403	4032	0,0635	63,5	0,0566	56,6	17,68
5,5	22,63	350,73	0,00285	2851	0,0534	53,4	0,0476	47,6	21,02
6,0	32,00	496,00	0,00202	2016	0,0449	44,9	0,0400	40,0	25,00
6,5	45,25	701,45	0,00143	1426	0,0378	37,8	0,0336	33,6	29,73
7,0	64,00	992,00	0,00101	1008	0,0318	31,8	0,0283	28,3	35,36
7,5	90,51	1402,9	0,00071	713	0,0267	26,7	0,0238	23,8	42,04
8,0	128,00	1984,0	0,00050	504	0,0225	22,5	0,0200	20,0	50,00
8,5	181,02	2805,8	0,00036	356	0,0189	18,9	0,0168	16,8	59,46
9,0	256,00	3968,0	0,00025	252	0,0159	15,9	0,0141	14,1	70,71
9,5	362,04	5611,6	0,00018	178	0,0133	13,3	0,0119	11,9	84,09
10,0	512,00	7936,0	0,00013	126	0,0112	11,2	0,0100	10,0	100,0
10,5	724,08	11223,2	0,000089	89,1	0,0094	9,4	0,0084	8,4	118,9
11,0	1024,00	15872,0	0,000063	63,0	0,0079	7,9	0,0071	7,1	141,4
11,5	1448,15	22446,4	0,000045	44,6	0,0067	6,7	0,0060	5,9	168,2
12,0	2048,00	31744,1	0,000032	31,5	0,0056	5,6	0,0050	5,0	200,0
12,5	2896,31	44892,9	0,000022	22,3	0,0047	4,7	0,0042	4,2	237,8
13,0	4096,00	63488,1	0,000016	15,8	0,0040	4,0	0,0035	3,5	282,8
13,5	5792,62	89785,8	0,000011	11,1	0,0033	3,3	0,0030	3,0	336,4
14,0	8192,00	126976,3	0,000008	7,9	0,0028	2,8	0,0025	2,5	400,0

- 10.10 Никакого особого значения не следует придавать тому факту, что разные наблюдатели часто получают несколько отличные результаты при условии, что разные результаты попадают в пределы доверительного интервала, реально ожидаемого при используемой методике.
- 10.11 Тогда, когда оператор делает повторные проверки на том же образце, используя метод сравнения, существует возможность того, что они будут поставлены под сомнение первой их оценкой. Этот недостаток можно при необходимости преодолеть изменениями в увеличении путем растягивания мехов, или же перестановкой объектива или окуляра между оценками (1).<sup>5</sup>
- 10.12 Произведите оценку макроскопически определенных размеров зерна (очень крупных) путем прямого сравнения при однократном увеличении надлежащим образом подготовленного образца или фотографии представительного поля образца с фотографиями стандартных гранулометрических рядов (стандартных серий размеров зерна), показанных на Пластине I (для недвойникового материала) и Пластин II и III (для двойникового материала). Поскольку фотографии стандартных гранулометрических рядов (серий размеров зерна) были сделаны при увеличении в 75 и 100 диаметров, установленные таким образом размеры зерна не попадают в стандартные гранулометрические ряды (серии размеров зерна) стандартов ASTM и поэтому, предпочтительно, должны выражаться либо как диаметр среднего зерна, либо как один из размеров макрозерна, перечисленных в Таблице 3. Для более мелких макроскопических размеров зерна может оказаться предпочтительным использование более сильного увеличения и коэффициента погрешности, представленного в Примечании 3, особенно в том случае, если желательно сохранить этот способ отчетности.

<sup>5</sup> Цифры жирным шрифтом в скобках относятся к перечню ссылок, прилагаемому к настоящим методам испытания.

ПРИМЕЧАНИЕ 3: Если размер зерна передается в размерах макрозерна стандартов ASTM, удобно пользоваться соотношением:

$$Q_m = 2 \log_2 M = 6,64 \log_{10} M \quad (3)$$

где  $Q_m$  = поправочный коэффициент, который прибавляется к кажущемуся размеру макрозерна образца, видимому при увеличении  $M$ , вместо однократного (1X) увеличения, чтобы получить истинный размер макрозерна стандартов ASTM. Таким образом, для двукратного увеличения (2X) истинный размер макрозерна ASTM на два номера выше ( $Q = +2$ ), а для четырехкратного увеличения (4X) истинный размер макрозерна на четыре номера выше ( $Q = +4$ ), чем размер соответствующей фотографии.

- 10.13 Методику сравнения следует применять для оценки размера аустенитного зерна в ферритной стали после испытания Макквейда-Эн (смотрите [Приложения А3, А3.2](#)) или после обнаружения аустенитных зерен иными способами (смотрите [Приложения А3, А3.3](#)). Делайте измерение размера зерна путем сравнения микроскопических изображений при 100-кратном увеличении с картой стандартного размера зерна на Пластине IV для зерен, проявленных при испытании Макквейда-Эн (смотрите [Приложение А3](#)); для измерения аустенитных зерен, проявленных другими средствами (смотрите [Приложение А3](#)), измеряйте путем сравнения микроскопического изображения с пластиной, имеющей наиболее сравнимую структуру, наблюдаемую на Пластинах I, II или IV.
- 10.14 Так называемый «Метод излома для определения размера зерна по Шеферду» для оценки размера зерна по внешнему виду излома закаленной стали (2) включает в себя сравнение исследуемого образца с комплектом стандартных изломов.<sup>6</sup> Было обнаружено, что произвольно пронумерованные гранулометрические ряды (серии размеров зерна) излома очень сходны с соответственно пронумерованными размерами зерна стандартов ASTM, представленными в Таблице 4. Это совпадение делает размеры зерна излома взаимозаменяемыми с размерами аустенитного зерна, измеренными микроскопически. Размеры, наблюдаемые микроскопически, следует считать основным стандартом, поскольку их можно определить с помощью измерительных приборов.

## 11. Планиметрический метод (или метод Джеффри) (3)

- 11.1 В планиметрическом методе впишите окружность или прямоугольник известной площади (обычно 5000 мм<sup>2</sup> для упрощения расчетов) на микроснимок, монитор или на экран металлографического микроскопа с матовым стеклом. Выберите увеличение, которое даст для подсчета, по крайней мере, 50 зерен в поле. Когда изображение будет надлежащим образом сфокусировано, подсчитайте число зерен в пределах этой площади. Сумма всех зерен, полностью входящих в известную площадь, плюс половина числа зерен, пересеченных окружностью площади, дает число, эквивалентное полным зернам, измеренным при используемом увеличении, в пределах площади. Если умножить это число на множитель Джеффри  $f$  во второй колонке [Таблицы 5](#) напротив соответствующего увеличения, результат будет числом зерен на квадратный миллиметр NA. Просчитайте как минимум три поля, чтобы гарантировать достоверное среднее значение. Число зерен на квадратный миллиметр при 1X, NA рассчитывается из формулы:

<sup>6</sup> Фотографию стандартных изломов по Шеферду можно получить управления ASTM. Приложение к заказу: ADJE011224.

**ТАБЛИЦА 5 Соотношение между используемым увеличением и множителем Джеффри,  $f$ , для площади 5000 мм<sup>2</sup> (окружность диаметром 79,8 мм) ( $f = 0,0002 M^2$ )**

Используемое увеличение, $M$	Множитель Джеффри, $f$ , для получения зерен/мм <sup>2</sup>
1	0,0002
10	0,02
25	0,125
50	0,5
75 <sup>A</sup>	1,125
100	2,0
150	4,5
200	8,0
250	12,5
300	18,0
500	50,0
750	112,5
1000	200,0

$$N_A = f(N_{Inside} + N_{Intercepted}/2) \quad (4)$$

где  $f$  – множитель Джеффри (смотрите Таблицу 5),  $N_{Inside}$  – число зерен, полностью находящихся внутри испытательной окружности и  $N_{Intercepted}$  – число зерен, которые пересекают испытательную окружность. Средняя площадь зерна  $A$  является обратной величиной к  $N_A$ , то есть  $1/N_A$ , тогда как средний диаметр зерна  $d$ , как указано на Пластине III (смотрите 10.2.3) – это квадратный корень из  $A$ . Этот диаметр зерна не имеет физической значимости, поскольку он представляет сторону квадратного зерна площади  $A$ , а поперечные сечения зерен не являются квадратными.

- 11.2 Для получения точного подсчета числа зерен, полностью находящихся в пределах испытательной окружности, и числа зерен, пересекающих окружность, необходимо промаркировать зерна на шаблоне, например, жирным карандашом или ручкой с войлочным пишущим узлом. Точность планиметрического метода зависит от числа подсчитанных зерен (смотрите Раздел 19). Однако число зерен в пределах испытательной окружности не должно превышать примерно 100, поскольку подсчет становится утомительным и неточным. Опыт рекомендует поступать так, чтобы увеличение, которое дает около 50 зерен в пределах испытательной окружности, было почти оптимальным в отношении точности подсчета на поле. Из-за необходимости разметки зерен для получения точного подсчета планиметрический метод менее эффективен, чем метод секущих (смотрите Раздел 12).
- 11.3 Поля следует выбирать произвольно, без смещения, как описано в пункте 5.2. Не пытайтесь выбрать поля, которые кажутся типичными. Выбирайте поля вслепую и отбирайте их из разных местоположений на плоскости полировки.
- 11.4 По первоначальному определению, микроскопически определенный размер зерна размером номер 1 имеет 1.000 зерен/дюйм<sup>2</sup> при 100-кратном увеличении, что значит 15.500 зерен/мм<sup>2</sup> при однократном увеличении (1X). Для участков, отличных от стандартной окружности, определите фактическое число зерен на квадратный миллиметр  $N_A$ , и найдите ближайший размер из Таблицы 4. Размер зерна ASTM  $G$  можно рассчитать из  $N_A$  (число зерен на мм<sup>2</sup> при 1X) с помощью Уравнения 1 в Таблице 6.

**ТАБЛИЦА 6 Уравнения размера зерна, связывающие измеренные параметры с микроскопически определенным размером зерна ASTM, G**

- Примечание 1: Определите размер зерна стандартов ASTM, G, используя нижеследующие уравнения:
- Примечание 2: Второе и третье уравнения применяются для однофазовых структур зерна.
- Примечание 3: Чтобы преобразовать микрометры в миллиметры, разделите на 1000.
- Примечание 4: Подсчитанное значение G исходит из того, что 1 соответствует размеру зерна стандартов ASTM G = 00.

Уравнение		Единицы
$G = (3.321928 \log_{10} \bar{N}_A) - 2.954$	$N_A$	в мм <sup>-2</sup>
$G = (6.643856 \log_{10} \bar{N}_L) - 3.288$	$\bar{N}_L$	в мм <sup>-1</sup>
$G = (6.643856 \log_{10} P_L) - 3.288$	$P_L$	в мм <sup>-1</sup>
$G = (-6.643856 \log_{10} \ell) - 3.288$	$\ell$	в мм

11.5 При этом подходе предполагается, что в среднем половина зерен, пересекающих испытательную окружность, находятся в пред . Такое предположение является действительным для прямой линии, проходящей через зернистую структуру, но не обязательным для кривой линии. Отклонение, возникающее при таком предположении, увеличивается по мере уменьшения количества зерен внутри испытательной окружности. Если количество зерен внутри испытательной окружности равно, как минимум, 50, отклонение составляет примерно 2%.

11.5.1 Существует простой способ (4) избежать появления такого отклонения независимо от количества зерен внутри тест-объекта -используйте квадратный или прямоугольный испытательный участок. Однако, процедура подсчета должна быть немного изменена. Во-первых, предполагается, что зерна, пересекающие каждый из четырех углов, составляют в среднем одну четвертую в пределах объектов и три четвертых за его пределами. Вместе такие четырехугольные образцы составляют одно зерно в пределах испытательного блока.

11.5.2 Без учета четырехугольных зерен подсчет ведется с помощью  $N_{,,,\wedge}$ , количества зерен, которые полностью находятся внутри блока, и  $N_{\text{пересек}}$ , количества зерен, которые пересекаются четырьмя сторонами блока. Уравнение 4 теперь выглядит так:

$$N_A = (M^2/A) (N_{\text{Inside}} + 0,5 N_{\text{Intercepted}} + I) \quad (5)$$

где  $M$  - увеличение,  $A$  - площадь тест-объекта в мм<sup>2</sup>, а  $N_A$  -количество зерен на квадратный миллиметр при 1X. Произвольно выберите поля, как описано в 11.3. Рекомендуется, чтобы достаточное количество полей определялось таким образом, чтобы в общей сложности насчитывалось ~700 зерен, что, как правило, обеспечивает 10% относительную точность (см. Приложение X1, пункт X1.3.2).

11.5.3 Средняя площадь зерна,  $\bar{A}$ , является обратной величиной к  $N_A$ , а средний диаметр зерна,  $d$ , - это квадратный корень из  $\bar{A}$ , как описано в 11.1. Размер зерна по стандарту ASTM, G, можно определить с помощью данных Таблицы 4, или рассчитать из  $N_A$  с помощью Уравнения (1) в Таблице 6.

## 12. Общие методы секущих

- 12.1 Методы секущих более удобны для использования, чем планиметрический метод. Эти методы поддаются использованию с разными механическими вспомогательными средствами. Настоятельно рекомендуется, чтобы во время применения всех методов секущих использовалось, по крайней мере, ручное счетное устройство, чтобы предотвратить обычные ошибки в подсчете и избежать отклонения, которое может произойти в том случае, когда счет оказывается больше или меньше, чем предполагалось.
- 12.2 Методы секущих рекомендуются, в частности, для всех структур, которые отклоняются от однородной соосной формы. Для анизотропических структур существуют методы, предназначенные для того, чтобы либо осуществить отдельные оценки размера в каждом из трех основных направлений, либо традиционно оценивать средний размер, в зависимости от того, что может оказаться удобным.
- 12.3 Не существует прямой математической взаимосвязи между размером зерна стандартов ASTM,  $G$ , и средней линейной секущей, в отличие от точного взаимоотношения между  $G$ ,  $N_{AE}$ ,  $N_A$  и  $\bar{A}$  (Ур. 1) для планиметрического метода. Соотношение (6)

$$\ell = \left( \frac{\pi}{4} \bar{A} \right)^{1/2} \quad (6)$$

между средней линейной секущей,  $\ell$ , и средней площадью зерна,  $\bar{A}$ , является точным для окружностей, но не совсем точным для структуры однородных соосных зерен (смотрите A2.2.2). Соответственно, соотношение между размером зерна ASTM,  $G$ , и средней линейной секущей было определено так, что ASTM № 0 имеет средний размер секущей точно 32,00 мм для шкалы классификации макроскопически определенного размера зерна и 32,00 мм в поле зрения при 100-кратном увеличении для шкалы классификации микроскопически определенного размера зерна. Таким образом

$$G = 2 \log_2 \frac{\ell_0}{\ell} \quad (7)$$

$$G = 10.00 - 2 \log_2 \bar{\ell} \quad (8)$$

$$G = 10.00 + 2 \log_2 \bar{N}_L \quad (9)$$

где  $\ell_0$  составляет 32 мм,  $\bar{\ell}$  и  $\bar{N}_L$  выражаются в миллиметрах при 1X или числе секущих на мм для макроскопически определенных размеров зерна и в миллиметрах или числе на мм на поле при 100-кратном увеличении для микроскопически определенных размеров зерна. С помощью этой шкалы измеренные размеры зерна находятся в пределах примерно 0,01 единиц  $G$  размеров зерна, определенных планиметрическим методом, то есть, вполне в пределах точности методов испытания. Дополнительные подробности, касающиеся соотношений размеров зерна, приводятся в [Приложении A1](#) и [Приложении A2](#).

- 12.4 Среднее расстояние пересечения,  $\bar{\ell}$ , измеренное на плоском сечении, является несмещенной оценкой среднего расстояния пересечения в пределах сплошного материала в измеряемом направлении или в диапазоне измеряемых направлений. Отношение площади поверхности по границам зерна к объему точно выражается формулой  $S_v = 2N_L$ , когда  $N_L$  усредняется по трем размерам. Эти соотношения независимы от формы зерна.

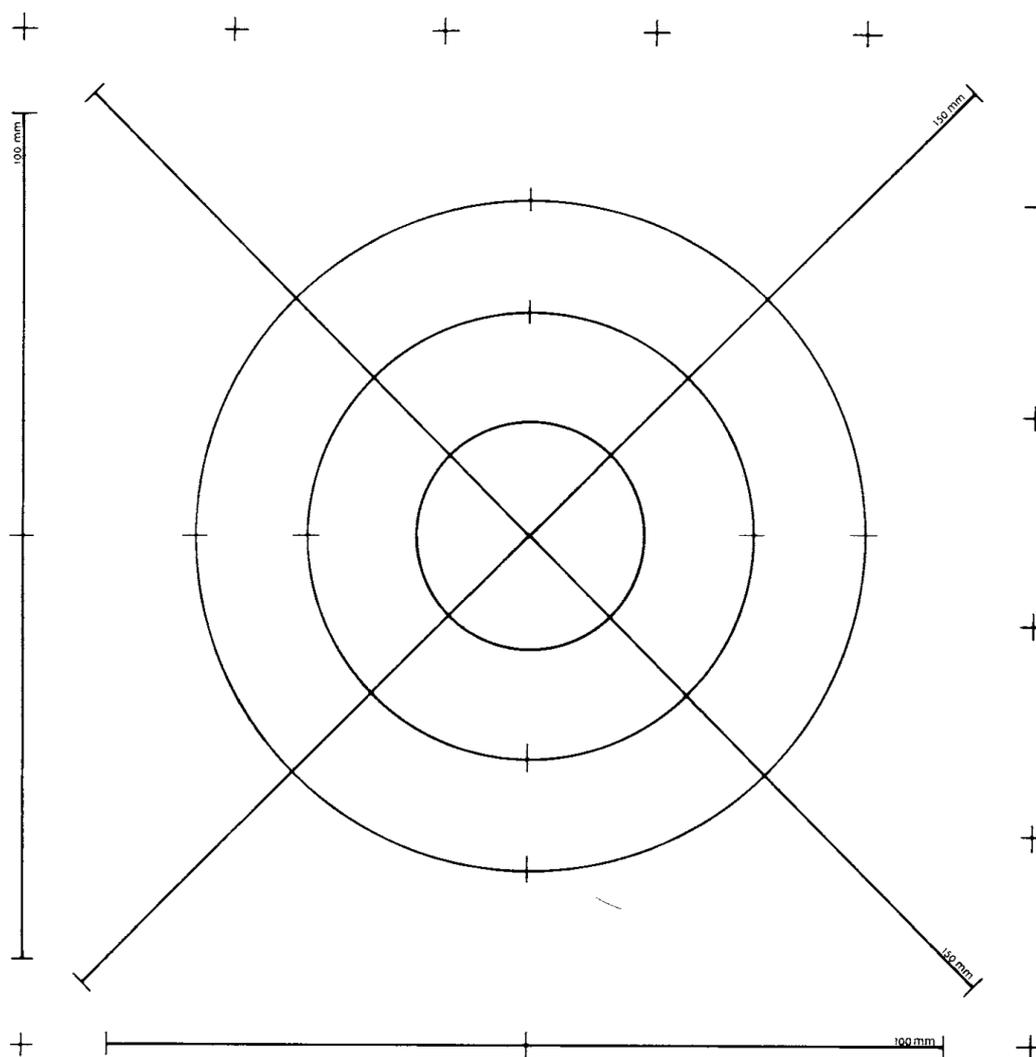
**13. Метод линейных секущих Хайна (4)**

- 13.1 Оцените средний размер зерна путем подсчета (на экране с матовым стеклом, на микрофотоснимке представительного поля образца, на мониторе или на самом образце) числа зерен, пересеченных одной или более прямых линий, достаточно длинных для того, чтобы дать по крайней мере 50 пересечений. Желательно выбрать сочетание длины испытательной линии и увеличение так, чтобы одно поле дало требуемое количество пересечений. Одно такое испытание позволит номинально произвести оценку размера зерна до ближайшего целого размера стандартов ASTM в испытываемом месте. Для того, чтобы получить требуемую точность, следует учитывать дополнительные линии в предварительно определенном массиве. Точность оценок размера зерна методом секущих зависит от числа подсчитанных пересечений зерна (смотрите [Раздел 19](#)). Поскольку концы прямых испытательных линий будут, в большинстве случаев, лежать внутри зерен (смотрите [14.3](#)), точность будет уменьшена, если среднее количество на испытательную линию будет небольшим. Если возможно, используйте либо более длинные испытательные линии, либо более слабое увеличение.
- 13.2 Выполните подсчеты сначала на количестве полей от трех до пяти, выбранных вслепую и широко отдаленных друг от друга для того, чтобы получить приемлемое среднее значение для образца. Если кажущаяся точность этого среднего значения (рассчитанная, как показано в [Разделе 15](#)) не отвечает требованиям, выполните подсчеты на достаточном количестве дополнительных полей, чтобы получить точность, требуемую для среднего значения образца.
- 13.3 *Секущая* - это сегмент испытательной линии, перекрывающий одно зерно. *Пересечение* - это точка, где испытательная линия разрезается границей зерна. Подсчитывать можно и то, и другое с идентичными результатами в однофазном материале. При подсчете секущих все сегменты в конце испытательной линии, которые проникают в зерно, считаются как половина секущей. При подсчете пересечений конечные точки испытательной линии не являются пересечениями и не учитываются, за исключением тех случаев, когда оказывается, что конец точно касается границы зерна, когда следует учитывать  $\frac{1}{2}$  пересечения. Пересечения по касательной к границе зерна следует считать как одно пересечение. Пересечение, явно совпадающее с соединением трех зерен, следует считать за  $1\frac{1}{2}$ . При неправильных формах зерен испытательная линия может создать два пересечения с разными частями того же зерна вместе с третьим пересечением со вторгающимся зерном. Следует учитывать два дополнительных пересечения.
- 13.4 Воздействия умеренного отклонения от соосной структуры можно избежать, производя подсчет пересечений на группе линий, содержащей линии, имеющие четыре или более ориентаций. Можно использовать четыре прямые линии, см. [Рис. 5<sup>7</sup>](#). Форма таких групп не является критической при условии, что все части поля измеряются примерно с равным весом. Поэтому непригодной является группа линий, расходящихся из общей точки. Число пересечений следует подсчитывать для всей группы, а единичные значения  $N_L$  и  $\ell$  определяются для каждой группы как одно целое.
- 13.5 Для четко несоосных структур, таких как деформированные металлы, можно получить больше информации, проводя отдельные определения размера вдоль группы параллельных линий, которые совпадают со всеми тремя направлениями образца. Обычно используются продольные и поперечные сечения образца с добавлением, при необходимости, нормального сечения. Любую из 100-миллиметровых линий, изображенных на [Рисунке 5<sup>7</sup>](#), можно накладывать пять раз с помощью параллельных перемещений, помещая пять знаков «+» в той же точке на изображении. В качестве альтернативы можно сделать и использовать прозрачную испытательную сетку с параллельными испытательными линиями известной длины, расположенными симметрично с промежутками.

<sup>7</sup> Диапозитив истинного размера [Рис. 5](#) можно получить из Главного управления ASTM, Приложение к заказу: ADJE11217F.

## 14. Метод круговых секущих

- 14.1 Использование круговых, а не прямых испытательных линий, было поддержано Ундервудом (6), Хиллардом (7) и Абрамсом (8). Круговые испытательные массивы автоматически компенсируют отклонения от соосных форм зерна без превышения веса любой местной части поля. Сомнительные пересечения на концах испытательных линий игнорируются. Метод круговых секущих наиболее подходит для использования в качестве постоянной стандартной ручной методики для оценки размера зерна при контроле качества.
- 14.2 *Методика одной окружности Хилларда (7):*
- 14.2.1 Когда форма зерна не является соосной, а искажена деформацией или иными процессами, получение среднего значения линейной секущей с помощью прямых испытательных линий требует усреднения значений, полученных в разнообразных направлениях. Если это не выполнено тщательно, может внедриться отклонение. Использование окружности в качестве испытательной линии устраняет эту проблему, поскольку окружность проверит все направления одинаково и без отклонения.
- 14.2.2 Можно использовать круг любого размера известной длины окружности. Обычно удобны окружности 100, 200 или 250 мм. Диаметр измерительной окружности ни в коем случае не должен быть меньше, чем наибольшие наблюдаемые зерна. Если испытательная окружность меньше, чем примерно трехкратная средняя линейная секущая, распределение числа секущих или пересечений на поле не будет распределением Гаусса. Кроме того, использование маленьких испытательных окружностей довольно неэффективно, поскольку должны оцениваться очень многие поля, чтобы получить высокую степень точности. Небольшая контрольная отметка обычно ставится в вершине окружности для указания места начала и окончания подсчета. Слепую наложите выбранную окружность на микроскопическое изображение при известном удобном увеличении и подсчитайте число границ зерен, пересекающих круг для каждого наложения. Прикладывайте окружность только один раз к каждому полю зрения, добавляя поля репрезентативно до тех пор, пока не будет получена достаточная итоговая сумма для того, чтобы дать требуемую точность. Колебание в подсчетах на каждое применение испытательной окружности уменьшается с увеличением размера окружности и, конечно же, подвергается влиянию однородности распределения по размеру зерна.
- 14.2.3 Как при всех методах секущих, точность измерения увеличивается с увеличением числа подсчетов (смотрите Раздел 19). Точность основывается на стандартном отклонении подсчетов числа секущих или пересечений на поле. Как правило, для данной структуры зерна стандартное отклонение улучшается с увеличением подсчетов на каждое применение окружности и общего подсчета (то есть, числа наложений). Хиллардом были рекомендованы такие условия испытаний, которые дают около 35 подсчетов на окружность при слепом наложении испытательной окружности на столь большую площадь образца, насколько возможно, до тех пор, пока не будет получено желаемое число подсчетов.
- 14.3 *Метод трех окружностей Абрамса (8)*
- 14.3.1 На основании экспериментальных данных относительно того, что совокупно 500 подсчетов на образец дают обычно приемлемую точность, Абрамс разработал специальную методику для стандартной классификации среднего размера зерна коммерческих сталей. Применение критерия хи-квадрат на реальных данных продемонстрировало, что отклонение подсчета секущих близко к нормальному, что позволяет применять наблюдения по статистике нормальных распределений.



ПРИМЕЧАНИЕ 1: Если воспроизводится для выполнения прямых линий отмеченной длины:  
Прямые линии всего: 500 мм

Круги:	Окружность, мм	Диаметр, мм
	250,0	79,58
	166,7	53,05
	<u>83,3</u>	26,53
	Всего 500,0	

ПРИМЕЧАНИЕ 2: Смотрите ссылку 9.

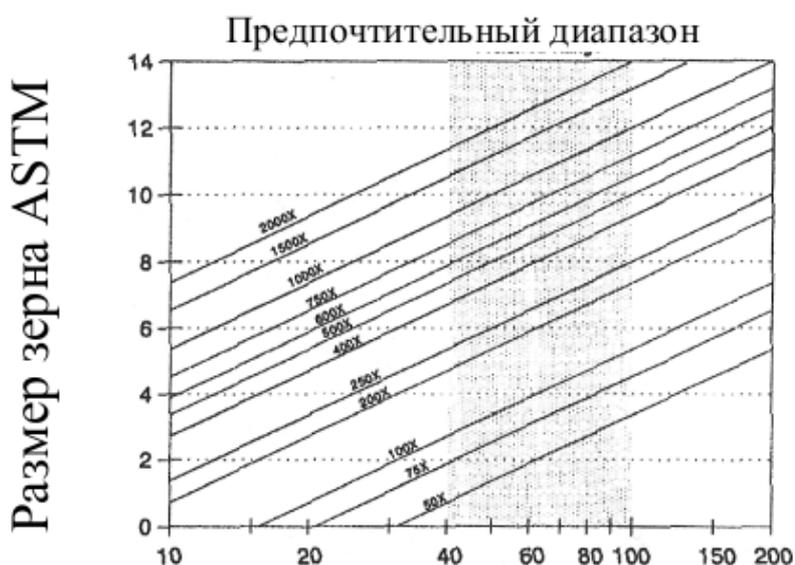
**РИС. 5 Испытательный шаблон для подсчета секущих**

Таким образом, и мера изменчивости, и предел достоверности результата рассчитываются для каждого определения среднего размера зерна.

- 14.3.2 Испытательный шаблон состоит из трех концентрических и равноотстоящих окружностей, имеющих общую длину окружности 500 мм, как показано на Рис. 5. Прикладывайте последовательно этот шаблон по крайней мере к пяти выбранным вслепую и широко отстоящим полям, регистрируя отдельно подсчет пересечений на шаблон для каждого из испытаний. Затем определите среднюю линейную секущую, ее стандартное отклонение, 95% доверительного предела и процент относительной точности. Для большей части работы относительная точность в 10% или менее представляет приемлемую степень точности.

14.3.3 Если рассчитанная относительная точность неприемлема для данного применения, подсчитайте дополнительные поля до тех пор, пока рассчитанная процентная относительная точность не станет приемлемой. Специальной методикой является следующая:

14.3.2.1 Исследуйте структуру зерна и выберите увеличение, которое даст от 40 до 100 секущих или пересечений на размещение испытательной сетки из трех окружностей. Поскольку нашей целью является получение всего примерно от 400 до 500 подсчетов, идеальное увеличение будет такое, которое дает около 100 подсчетов на размещение. Однако, по мере увеличения подсчетов на размещение от 40 до 100, более вероятными становятся ошибки в подсчетах. Поскольку структура зерна будет несколько варьироваться от поля к полю, следует выбрать, по крайней мере, пять широко отстоящих полей. Некоторые металлографические микроскопы чувствуют себя более удобно, подсчитывая 10 полей с количеством подсчетов на поле примерно от 40 до 50. Для большинства структур зерна общий подсчет 400-500 секущих или пересечений на количестве полей от 5 до 10 дает лучшую относительную точность, чем 10%. На **Рис. 6** изображено отношение между средним числом секущих и размером микроскопически определенного зерна стандартов ASTM, в зависимости от увеличения.



**РИС. 6 Средний подсчет секущих на 500 мм испытательного шаблона**

14.3.2.2 Выберите вслепую одно поле для измерения и наложите испытательный шаблон на изображение. Диапозитив шаблона можно накладывать непосредственно на матовое стекло или на микрофотоснимок, когда требуется долговременные данные. Прямой подсчет с помощью правильно подобранной по размеру сетки в окуляре допускается, но здесь может быть вполне ожидаемым то, что некоторые операторы сочтут затруднительным правильный подсчет при рекомендованной плотности подсчета. Полностью подсчитайте каждую окружность по очереди с помощью счетного устройства с ручным управлением, чтобы суммировать общее число пересечений границ зерна с испытательным шаблоном. Необходимо ручное счетное устройство для того, чтобы избежать смещения к нереальному соответствию между наложениями или к желаемому результату и уменьшить ошибки памяти. Оператор должен избегать подсчета в уме. Когда используется суммирующий счетчик, считайте любое пересечение окружности со слиянием трех зерен за два, а не как правильное значение в 1½; вносимая погрешность очень незначительна.

14.3.3 Для каждого подсчета поля рассчитайте  $N_L$  или  $P_L$  по формуле:

$$\bar{N}_L = \frac{N_i}{L/M} \quad (10)$$

$$\bar{P}_L = \frac{P_i}{L/M} \quad (11)$$

где  $N_i$  и  $P_i$  – это числа секущих или пересечений, подсчитанных на поле,  $L$  – полная длина испытательной линии (500 мм) и  $M$  –увеличение.

- 14.3.4 Рассчитайте среднее значение линейной секущей для каждого поля,  $\bar{\ell}$ , по формуле:

$$\bar{\ell} = \frac{1}{\bar{N}_L} = \frac{1}{\bar{P}_L} \quad (12)$$

Среднее значение  $n$  определений  $N_L$ ,  $P_L$  или  $\bar{\ell}$  используется для определения микроскопически измеренного размера зерна стандартов ASTM с помощью уравнений в **Таблице 6**, данных, изображенных графически на **Рис. 6**, или данных в **Таблице 4**:

**ТАБЛИЦА 7 Внутренние множители 95% достоверности,  $t$**

Число полей, $n$	$t$	Число полей, $n$	$t$
5	2,776	13	2,179
6	2,571	14	2,160
7	2,447	15	2,145
8	2,365	16	2,131
9	2,306	17	2,120
10	2,262	18	2,110
11	2,228	19	2,101
12	2,201	20	2,093

## 15. Статистический анализ

- 15.1 Никакое определение среднего размера зерна не может быть точным измерением. Таким образом, никакое определение не будет полным без расчета также и точности, в пределах которой определенный размер может, как правило, вполне достоверно, считаться представляющим фактический средний размер зерна исследуемого образца. В соответствии с общепотребительной инженерной практикой настоящий раздел допускает такую нормальную достоверность, чтобы представить ожидание того, что фактическая ошибка будет в пределах установленной неопределенности 95% времени.

- 15.1.1 Многие образцы имеют, в известной мере, изменения в размере зерна от одного поля зрения к другому, причем это изменение несет ответственность за основную часть неопределенности. При ручных методах для получения требуемой точности минимальное усилие объясняет индивидуальные подсчеты, точность которых сравнима с этой естественной изменчивостью (6). Высокая местная точность, которая может быть получена механическими методами, часто дает только небольшое увеличение общей точности, если не измеряется много полей, однако она помогает отличить естественную изменчивость от неточностей подсчета.

- 15.2 После измерения требуемого числа полей рассчитайте среднее значение  $N_A$  или  $\bar{\ell}$  из значений отдельного поля по формуле:

$$\bar{X} = \frac{\sum X_i}{n} \quad (13)$$

где  $X_i$  является отдельным значением,  $\bar{X}$  - средним значением и  $n$  –числом измерений.

- 15.3 Рассчитайте стандартное отклонение отдельных измерений согласно обычному уравнению:

$$s = \left[ \frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n - 1} \right]^{1/2} \quad (14)$$

15.4 Рассчитайте 95% интервала достоверности, 95% CI каждого измерения согласно формуле:

$$95\% \text{ CI} = \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}} \quad (15)$$

где  $\cdot$  означает операцию умножения. В [Таблице 7](#) перечислены значения  $t$  как функции  $n$ .

15.5 Рассчитайте относительную точность измерений в процентах, % RA, путем деления значения 95% CI на среднее значение и выражения результатов в процентах, то есть:

$$\% \text{ RA} = \frac{95\% \text{ CI}}{\bar{X}} \cdot 100 \quad (16)$$

15.6 Если % RA считается слишком высокой для планируемого применения, следует измерить большее количество полей и повторить расчеты пунктов [15.1-15.5](#). Как общее правило, 10%RA (или ниже) считается приемлемой точностью для большинства целей.

15.7 Преобразуйте среднее значение  $\bar{N}_A$  или  $\ell$  в размер зерна ASTM, G, с помощью [Таблицы 4](#) или Уравнений в [Таблице 6](#).

## 16. Образцы с несоосными формами зерна

16.1 Если форма зерна была изменена обработкой так, что зерна не являются больше соосными по форме, измерения размера зерна следует производить на продольной ( $\ell$ ), поперечной ( $t$ ) и плоско ориентированной ( $p$ ) поверхностях для прямоугольного прутка, материала толстого или тонкого типа. Для круглых прутков используются радиальные продольные и поперечные срезы. Если отклонение от соосной формы не слишком большое (смотрите [16.2.2](#)), удовлетворительная оценка размера зерна может определяться с помощью продольного образца и круговой испытательной сетки. Если для анализа используются направленные испытательные линии, можно сделать измерения в трех основных направлениях с помощью только двух из трех основных испытательных плоскостей.

### 16.2 Планиметрический метод:

16.2.1 Если форма зерна является не соосной, а удлиненной, делайте подсчеты зерен на каждой из трех основных плоскостей, то есть, плоскостях полировки на продольной, поперечной и плоско-ориентированной поверхностях. Определите число зерен на  $\text{мм}^2$  при  $1X$  на продольной, поперечной и плоско-ориентированной поверхностях,  $\bar{N}_{A\ell}$ ,  $\bar{N}_{At}$  и  $\bar{N}_{Ap}$ , соответственно, и рассчитайте среднее число зерен на единицу площади  $N_A$ , из трех значений  $N_A$  с основных плоскостей:

$$\bar{N} = \left( \bar{N}_{A\ell} \cdot \bar{N}_{At} \cdot \bar{N}_{Ap} \right)^{1/3} \quad (17)$$

где  $\cdot$  означает операцию умножения, а черта над каждым количеством указывает среднее значение.

16.2.2 Удовлетворительную оценку размера зерна можно сделать только из  $N_{A\ell}$ , если отклонение от соосной формы не является чрезмерным (соотношение геометрических размеров 3:1).

16.2.3 Рассчитайте G из среднего значения  $N_A$  из средних значений, полученных на каждом поле. Проведите статистический анализ ([15.1-15.5](#)) только на индивидуальных измерениях на каждом поле.

**16.3 Метод секущих:**

16.3.1 Для оценки размера зерна структур с несоосными зернами, измерения можно выполнять с помощью круговых испытательных сеток или произвольно размещенных испытательных линий на каждой из трех основных испытательных плоскостей, или с помощью направленных испытательных линий в любых трех или шести из основных направлений, используя две или три основные испытательные плоскости, смотрите **Рис. 7**. Для образцов, где отклонение от соосной формы не сильное (соотношение геометрических размеров 3:1), удовлетворительную оценку размера зерна можно сделать с помощью круговой испытательной сетки только на продольной плоскости.

16.3.2 Размер зерна можно определить из измерений среднего числа пересечений границ зерна на единицу длины,  $P_L$ , или среднего числа пересеченных зерен на единицу длины  $N_L$ . Оба способа дают одинаковые результаты для однофазной структуры зерна.  $P_L$  или  $N_L$  можно определить с помощью либо испытательных окружностей на каждой из основных плоскостей, либо направленных испытательных линий или в трех, или в шести основных испытательных направлениях, показанных на **Рис. 7**.

16.3.3 Для случая произвольно определенных значений  $\bar{P}_L$  или  $\bar{N}_L$  на трех основных плоскостях подсчитайте среднее значение по формуле:

$$\bar{P} = (\bar{P}_{L\ell} \cdot \bar{P}_{Ll} \cdot \bar{P}_{Lp})^{1/3} \quad (18)$$

или по формуле:

$$\bar{N} = (\bar{N}_{L\ell} \cdot \bar{N}_{Ll} \cdot \bar{N}_{Lp})^{1/3} \quad (19)$$

В качестве альтернативы, рассчитайте  $\bar{\ell}_\ell$ ,  $\bar{\ell}_l$  и  $\bar{\ell}_p$  из значений  $\bar{P}_L$  или  $\bar{N}_L$  на каждой плоскости с помощью **Уравнения 12**. Затем рассчитайте общее среднее значение  $\bar{\ell}$  из формулы:

$$\bar{\ell} = (\bar{\ell}_\ell \cdot \bar{\ell}_l \cdot \bar{\ell}_p)^{1/3} \quad (20)$$

16.3.4 Если направленные испытательные линии используются в основных направлениях на основных плоскостях, только две из основных плоскостей требуются для выполнения прямого подсчета в трех основных направлениях и получения оценки размера зерна.

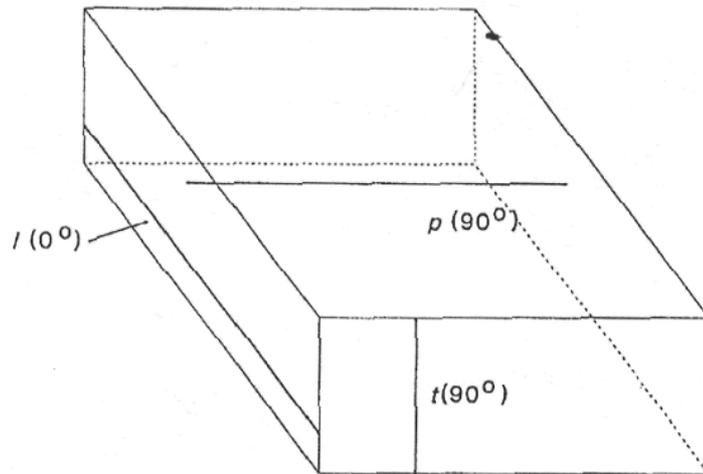
16.3.5 Дополнительную информацию о форме зерна можно получить путем определения  $\bar{\ell}$  параллельно ( $0^\circ$ ) и перпендикулярно ( $90^\circ$ ) оси деформации на продольно ориентированной поверхности. Коэффициент удлинения зерна или коэффициент анизотропии,  $AI$ , можно определить из формулы:

$$AI_\ell = \bar{\ell}_{\ell(0^\circ)} / \bar{\ell}_{\ell(90^\circ)} \quad (21)$$

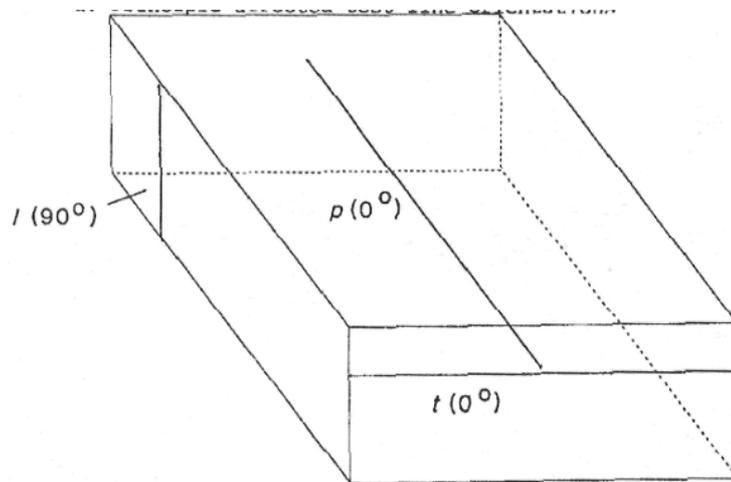
16.3.5.1 Трехмерный средний размер и форма зерна также могут определяться значениями прямой средней линейной секущей на трех основных плоскостях. Эти значения выражались бы как:

$$\bar{\ell}_{\ell(0^\circ)} : \bar{\ell}_{\ell(90^\circ)} : \bar{\ell}_{\ell(90^\circ)} \quad (22)$$

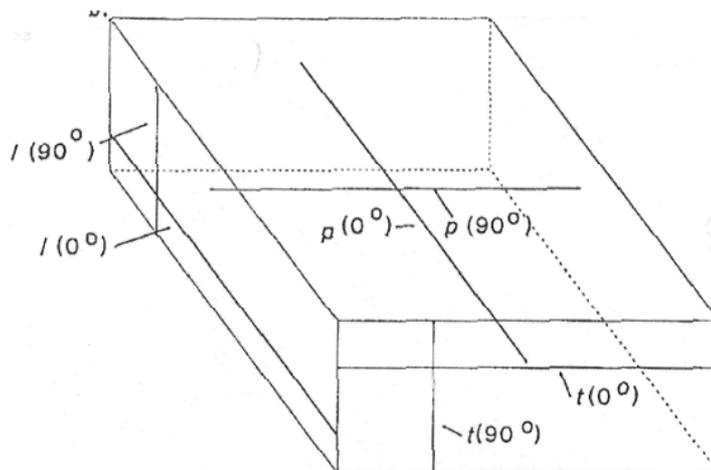
16.3.5.2 Еще один подход, который можно применить, - это нормализация трех результатов путем деления каждого на значение наименьшего с результатами, выраженными как отношения.



а. Основная ориентация направленных испытательных линий



б. Альтернативная ориентация направленных испытательных линий



с. Все шесть ориентаций направленных испытательных линий

**ПРИМЕЧАНИЕ 1:** Измерения образцов типа прямоугольного прутка, толстого листа, полосы или тонкого листа с несоосными структурами зерна.

**РИС. 7** Схематическое изображение шести возможных направленных ориентаций испытательных линий для измерения размера зерна

16.3.6 Среднее значение  $\bar{\ell}$  для измерений в трех основных испытательных направлениях получается путем усреднения направленных значений  $\bar{N}_L$  или  $\bar{P}_L$  (как показано в Уравнении 23), а затем расчета  $\bar{\ell}$  из этого среднего значения; или путем расчета направленных значений  $\bar{\ell}$  в каждом из трех основных направлений, а затем усреднения их согласно Уравнению 24:

$$\bar{P} = \left( \bar{P}_{L\ell(0^\circ)} \cdot \bar{P}_{L\ell(90^\circ)} \cdot \bar{P}_{Lp(90^\circ)} \right)^{1/3} \quad (23)$$

Это осуществляется таким же образом для  $\bar{N}_L$ . Для расчета итогового среднего значения  $\bar{\ell}$  из направленных средних значений воспользуйтесь формулой:

$$\bar{\ell} = \left( \bar{\ell}_{\ell(0^\circ)} \cdot \bar{\ell}_{\ell(90^\circ)} \cdot \bar{\ell}_{p(90^\circ)} \right)^{1/3}, \quad (24)$$

где  $\cdot$  означает операцию умножения.

16.3.7 Средний размер зерна определяется из общих средних значений  $\bar{N}_L$ ,  $\bar{P}_L$  или  $\bar{\ell}$  с помощью Таблицы 4 или уравнений в Таблице 6. Дополнительную информацию по измерению размера зерна для несоосных структур можно найти в Приложении A1 Методов испытаний E 1382.

16.4 Статистический анализ следует проводить на данных из каждой плоскости или каждого основного испытательного направления согласно методике в пунктах 15.1-15.5.

## 17. Образцы, содержащие две или более фаз или структурные составляющие

17.1 Незначительные количества частиц вторичной фазы, желательные либо нежелательные особенности можно игнорировать при определении размера зерна, то есть, структура рассматривается как однофазный материал, и ранее описанные планиметрический метод или метод секущих используются для определения размера зерна. Если не указано иное, предполагается, что эффективный средний размер зерна будет размером матричной фазы.

17.2 Идентичность каждой измеренной фазы и процент площади поля, занимаемой каждой фазой, следует определять и сообщать в отчете. Процент каждой фазы можно определить согласно Методике E 562.

17.3 Метод сравнения – метод оценки с помощью сравнительных карт может обеспечить приемлемую точность для большинства коммерческих применений, если вторичная фаза (или структурная составляющая) состоит из островков или частиц по существу того же размера, что и матричные зерна; или количество и размер частиц вторичной фазы одинаково малы и эти частицы расположены в основном вдоль границ зерна.

17.4 Планиметрический метод – планиметрический метод может применяться, если границы матричного зерна ясно видны, а частицы вторичной фазы (структурной составляющей) присутствуют в основном между матричными зернами, а не в пределах зерен. Определите процент испытательной площади, занятой вторичной фазой, например, по Методике E562. Всегда определяйте количество фазы наименьшей концентрации, обычно вторичной фазы или структурной составляющей. Затем определите матричную фазу по разнице. После этого подсчитайте число матричных зерен, полностью находящихся в пределах площади испытания, и число матричных зерен, пересекающих границу площади испытания, как описано в Разделе 11. Площадь испытания должна быть уменьшена до той, которая покрыта только зернами матричной фазы. Действительный средний размер зерна определяется тогда по числу зерен на единицу чистой площади матричной фазы. Проведите статистический анализ числа зерен на единицу площади матричной фазы  $\alpha$ ,  $N_A \alpha$ , из каждого поля измерения, используя подход, описанный в Разделе 15. Затем из общего среднего значения  $\bar{N}_A \alpha$  определите действительный размер зерна матрицы с помощью Таблицы 4 или соответствующего уравнения в Таблице 6.

- 17.5 Метод секущих – те же ограничения, касающиеся применимости, как указано в пункте 17.4, относятся и к этому методу. Снова следует определить количество матричной фазы, как описано в пункте 17.4. Используется испытательная сетка, состоящая из одной или более испытательных окружностей, такая, как изображена на Рис. 5. Для этого применения подсчитайте число матричных зерен,  $N_\alpha$ , пересеченных испытательной линией. Определите среднюю длину секущей матричной фазы по формуле:

$$\bar{\ell}_\alpha = \frac{(V_{V\alpha})(L/M)}{N_\alpha} \quad (25)$$

где объем доли матрицы  $\alpha$ ,  $V_{V\alpha}$ , выражается как доля,  $L$  – длина испытательной линии и  $M$  – увеличение. Размер зерна зерен определяется с помощью Таблицы 4 или уравнения в Таблице 6. На практике неудобно определять вручную объем доли фазы  $\alpha$  и число зерен  $\alpha$ , пересекающих испытательную линию для каждого поля. Если это осуществляется, можно определить среднюю длину линейной текущей фазы для каждого поля и эти данные можно подвергнуть статистическому анализу для каждого поля согласно методике, описанной в Разделе 15. Если  $V_{V\alpha}$  и  $N_\alpha$  не измеряются одновременно для тех же полей, то статистический анализ можно провести только на данных  $V_{V\alpha}$  и  $N_\alpha$ .

- 17.6 Можно также определить  $\bar{\ell}_\alpha$ , путем измерения длины отдельных секущих с помощью параллельных прямых испытательных линий, налагаемых произвольно на структуру.

Не измеряйте частичные секущие по концам испытательных линий. Этот метод довольно утомительный, если его нельзя каким-то образом автоматизировать. Отдельные секущие усредняются, и это значение используется для определения  $G$  по Таблице 4 или уравнению в Таблице 6. Отдельные секущие можно вычертить в форме гистограммы, но это не входит в рамки настоящих методов испытания.

## 18. Отчет

- 18.1 Отчет об испытании должен подтверждать документально всю идентификационную информацию, касающуюся образца, его состава, обозначения спецификации или торгового названия изделия, заказчика или стороны, запрашивающей данные, даты испытания, термообработки или данных о технологии обработки, местоположении и ориентации образца, реактива для травления и метода травления, метода анализа размера зерна и так далее, по требованию.
- 18.2 Перечислите количество измеренных полей, увеличение и площадь поля. Число подсчитанных зерен или число подсчитанных секущих либо пересечений также может регистрироваться. Для двухфазной структуры укажите долю площади матричной фазы.
- 18.3 Можно также предоставлять микрофотографию, иллюстрирующую типичный внешний вид структуры зерна, если это требуется или желательно.
- 18.4 Зарегистрируйте среднее значение измерения, его стандартное отклонение, 95 % доверительного интервала, процентную относительную точность и размер зерна стандартов ASTM.
- 18.4.1 Для метода сравнения регистрируйте только установленный размер зерна стандартов ASTM.
- 18.5 Для несоосной структуры зерна укажите метод анализа, исследованные плоскости, оцененные отклонения (если применяется), расчет размера зерна на плоскость или направление, общее среднее значение плоскостных измерений и расчетный или оцененный размер зерна стандартов ASTM.

- 18.6 Для двухфазной структуры укажите метод анализа, величину матричной фазы (если определяется), измерение размера зерна матричной фазы (вместе со стандартным отклонением, 95 % доверительного интервала и процентной относительной точностью), а также расчетный или оцененный размер зерна ASTM.
- 18.7 Если требуется выразить средний размер зерна группы образцов из партии, не делайте простое усреднение размеров зерна ASTM. Вместо этого рассчитайте среднее арифметическое фактических измерений, таких как значения  $\bar{N}_A$  или  $\ell$ , на образец. Затем по среднему значению для партии рассчитайте или оцените размер зерна ASTM для партии. Значения  $\bar{N}_A$  или  $\ell$  образца также можно проанализировать статистически согласно подходу, указанному в Разделе 15, чтобы оценить изменчивость размера зерна в пределах партии.

## 19. Точность и отклонение

- 19.1 Точность и отклонение измерений размера зерна зависят от репрезентативности отобранных образцов и участков на плоскости полировки, выбранных для измерения. Если размер зерна колеблется в пределах изделия, выбор образца и поля должны в достаточной мере служить образцом этого отклонения.
- 19.2 Относительная точность измерения размера зерна изделия улучшается по мере увеличения числа образцов, отобранных от изделия. Относительная точность измерения размера зерна каждого образца улучшается по мере увеличения числа отобранных в качестве образцов полей и числа подсчитанных зерен или секущих.
- 19.3 Отклонение в измерениях произойдет в том случае, если подготовка образца не отвечает требованиям.  
Для наилучшей точности измерения и отсутствия отклонения следует выявлять истинную структуру и полностью очерчивать границы зерна. По мере того, как увеличивается процент неочерченных границ зерна, отклонение растет, а точность, повторяемость и воспроизводимость становятся хуже.
- 19.4 Неточное определение увеличения структуры зерна создаст отклонение.
- 19.5 Если структура зерна не является соосной по форме, например, если форма зерна удлиненная или сплюснута деформацией, то измерение размера зерна только на одной плоскости, особенно на плоскости, перпендикулярной направлению деформации, вызовет смещение результатов испытания. Искажение формы зерна лучше всего определяется с помощью испытательной плоскости, параллельной направлению деформации. Размер деформированных зерен должен основываться на измерениях, сделанных на двух или трех из основных плоскостей, которые усредняются, как описано в Разделе 16.
- 19.6 Образцы с одновершинным распределением размера зерна измеряются на средний размер зерна с помощью методов, описанных в настоящих методах испытания. Образцы с двухвершинным (или более сложным) распределением размера не следует испытывать с помощью метода, который дает единичное значение среднего размера зерна; их следует характеризовать, используя методы, описанные в Методах испытания E1181, и измерять с помощью методов, описанных в Методах испытания E112. Размер отдельных очень крупных зерен в мелкозернистой матрице следует определять, используя Методы испытания E930.
- 19.7 При использовании метода сравнительных карт выбранная карта должна быть совместимой с характером зерен (то есть, двойниковых или недвойниковых, или обогащенных углеродом и медленно охлажденных) и травлением (то есть, плоское травление или контрастное травление зерна) для наилучшей точности.
- 19.8 Классификации размеров зерна с использованием метода сравнительных карт отдельным металловедом будут колебаться в пределах  $\pm 0,5$  единицы  $G$ . Когда же несколько человек

оценивают один и тот же образец, разбег в оценках может быть в пределах от 1,5 до 2,5 единиц  $G$ .

- 19.9 Метод определения размера зерна на изломе применим только к закаленным, сравнительно хрупким инструментальным сталям. Образцы должны быть в состоянии сразу после закалки или слегка отпущенном, чтобы поверхность излома была совершенно плоской. Опытный металловед может оценить размер предаустенитного зерна инструментальной стали в пределах  $\pm 0,5$  единицы  $G$  методом определения размера зерна на изломе по Шефферду.
- 19.10 Циклическая программа испытаний (смотрите Приложение X1), проанализированная согласно Методике E691, выявила довольно стойкое отклонение между оценками по сравнительным картам с помощью Пластины I и измерениями размеров зерна с использованием как планиметрического метода, так и метода секущих. Оценки по картам были от 0,5 до 1 единицы  $G$  крупнее, чем измеренные значения.
- 19.11 Размеры зерна, определенные либо планиметрическим методом, либо методом секущих давали сходные результаты без замеченного отклонения.
- 19.12 Относительная точность измерений размера зерна улучшалась по мере увеличения числа подсчитанных зерен или секущих. Для подобного количества подсчетов относительная точность измерений секущих была лучше, чем точность планиметрических измерений размера зерна. Для метода секущих относительная точность 10% RA (или менее) была получена при помощи подсчетов примерно 400 секущих или пересечений, тогда как для планиметрического метода для получения 10% RA или менее нужно было подсчитать около 700 зерен. Повторяемость и воспроизводимость измерений улучшалась с увеличением числа подсчитанных зерен или секущих и для метода секущих была лучше, чем для планиметрического метода для того же количества.
- 19.13 Планиметрический метод требует разметки зерен во время подсчета для того, чтобы подсчитать точное количество. Метод секущих не требует маркировки для того, чтобы получить точный подсчет. Поэтому метод секущих проще в использовании и быстрее. Более того, циклическое испытание показало, что метод секущих обеспечивает лучшую статистическую точность для того же числа подсчетов и поэтому является предпочтительным методом измерения.
- 19.14 Отдельный металловед может обычно повторить планиметрические измерения размера зерна или измерения секущими в пределах  $\pm 0,1$  единицы  $G$ . Когда несколько металловедов измеряют один и тот же образец, разбег размеров зерна обычно находится в достаточной мере в пределах  $\pm 0,5$  единицы  $G$ .
- 19.15 Если количество зерен, которые полностью находятся в пределах испытательной окружности, становится ниже 50, при определении размера зерна с помощью планиметрического метода будет иметь место отклонение, степень которого повышается по мере уменьшения  $N_{inside}$ , начиная с 50. Чтобы избежать этой проблемы выберите увеличение так, чтобы  $N_{inside} \geq 50$  или используйте прямоугольный или квадратный тест-объект, а также метод подсчета, описанный в пункте 11.5. Увеличения, которые дают  $N_{inside} \sim 100$  и выше, приводят к появлению неточности вследствие ошибок при подсчете. Относительная точность 10% в единицах  $G$  будет получена, когда в общей сложности будет посчитано как минимум 700 зерен с использованием множества произвольно выбранных полей.

## 20. Ключевые слова

- 20.1 Размер зерна ALA; коэффициент анизотропии; доля площади; номер размера зерна по стандартам ASTM; калибровка; соосные зерна; травильный реактив; граница зерна; зёрна;

размер зерна; подсчет секущих; длина секущей; подсчет пересечений; несоосные зерна; границы двойникования.

## ПРИЛОЖЕНИЯ (Обязательная информация)

### A1. ОСНОВА РАЗМЕРОВ ЗЕРНА ПО СТАНДАРТАМ ASTM

#### A1.1 Описание терминов и символов

A1.1.1 Общий термин *размер зерна* применяется обычно для обозначения оценок или измерений размера, сделанных несколькими способами с использованием различных единиц длины, площади или объема. Из разных систем только размер зерна стандартов ASTM,  $G$ , является существенно независимым от используемых системы оценивания и единиц измерения. Уравнения, применяемые для определения  $G$  по различным измерениям, как показано на [Рис. 6](#), а также в [Таблице 2](#) и [Таблице 4](#), приводятся в [A1.2](#) и [A1.3](#). Номинальные соотношения между обычно используемыми измерениями даны в [Приложении A2](#). Измерения, которые присутствуют в этих уравнениях или в уравнениях в тексте, следующие:

A1.1.1.1  $N$  = число сечений зерна, подсчитанных на известной испытательной площади  $A$ , или число секущих, подсчитанных на известном испытательном массиве длиной  $L$  при указанном увеличении  $M$ . Среднее значение подсчетов на нескольких полях обозначается как  $\bar{N}$ .

A1.1.1.2 После поправки на увеличение  $N_A$  число сечений зерна на единицу площади испытания ( $\text{мм}^2$ ) при  $1X$ ;  $N_L$  – число пересеченных зерен на единицу длины (мм) испытательных линий при  $1X$ ; и  $P_L$  – число пересечений границ зерна на единицу длины (мм) испытательных линий при  $1X$ .

A1.1.1.3  $\bar{\ell} = 1/N_L = 1/P_L$ , где  $\bar{\ell}$  – средняя длина линейной секущей в мм при  $1X$ .

A1.1.1.4  $\bar{A} = 1/N_A$ , где  $\bar{A}$  – средняя площадь сечений зерна ( $\text{мм}^2$ ) при  $1X$ . Средний диаметр зерна  $\bar{d}$  – это квадратный корень от  $\bar{A}$ . Значения размера зерна на Пластине III выражаются в переводе на  $\bar{d}$ . Примите к сведению, что в [Таблице 2](#) приводится эквивалент размера зерна по стандартам ASTM для каждого изображения карты и для нескольких разных увеличений.

A1.1.1.5 Буквы  $\ell$ ,  $t$  и  $p$  применяются как суффиксы, при оценивании размера зерна образца с несоосными структурами зерна. Эти три суффикса представляют основные плоскости для образцов прямоугольного прутка, толстого листа, тонкого листа или полосы, то есть, продольную ( $\ell$ ), поперечную ( $t$ ) и плоскую ( $p$ ) поверхности. Они взаимноперпендикулярны. На каждой плоскости есть два основных направления, которые перпендикулярны друг другу (как изображено на [Рис. 7](#)).

A1.1.1.6 Число измеренных полей обозначается буквой  $n$ .

A1.1.1.7 Иные специфические обозначения определяются уравнениями, которые следуют ниже.

#### A1.2 Метод секущих:

A1.2.1 Метрические единицы,  $\bar{\ell}$  в миллиметрах при 100-кратном увеличении для микроскопически определяемых размеров зерна и  $\bar{\ell}_m$  при  $1X$  для макроскопически определяемых размеров зерна, используются со следующим уравнением, определяющим отношение  $\bar{\ell}$  или  $\bar{\ell}_m$  к

G. Для макроскопически определяемых размеров зерна  $\bar{\ell}_m$  в миллиметрах при 100X применяются формулы:

$$G = 2 \log_2 \frac{\ell_0}{\bar{\ell}_m} \quad (\text{A1.1})$$

для  $G = 0$ ,  $\ell_0$  устанавливается как 32,00 и  $\log_2 \ell_0 = 5$ .

$$G = +10.000 - 2 \log_2 \bar{\ell}_m \quad (\text{A1.2})$$

$$G = +10.0000 - 6.6439 \log_{10} \bar{\ell}_m \quad (\text{A1.3})$$

Для микроскопически определяемых размеров зерна,  $\bar{\ell}$  дается в миллиметрах при 1X и применяются формулы (уравнения):

$$G = -3.2877 - 6.6439 \log_{10} \bar{\ell} \quad (\text{A1.4})$$

$$G = -3.2877 + 2 \log_2 \bar{N}_L \quad (\text{A1.5})$$

$$G = -3.2877 + 6.6439 \log_{10} \bar{N}_L \quad (\text{A1.6})$$

Если  $\bar{P}_L$  определяется вместо  $\bar{N}_L$ , замените  $\bar{P}_L$  на  $\bar{N}_L$  в Ур. A1.5 и Ур. A1.6.

A1.3 *Планиметрический метод:*

A1.3.1 Англо-американские единицы  $\bar{N}_{AE}$  в исчислении на квадратные дюймы при 100X для микроскопически определяемых размеров зерна и при 1X для макроскопически определяемых размеров зерна применяются со следующими уравнениями, определяющими отношение  $\bar{N}_{AE}$  к G:

$$G = 1.000 + \log_2 \bar{N}_{AE} \quad (\text{A1.7})$$

$$G = 1.000 + 3.3219 \log_{10} \bar{N}_{AE} \quad (\text{A1.8})$$

Если  $\bar{N}_A$  выражено в переводе на число зерен на квадратные миллиметры при 1X для микроскопически определяемых размеров зерна, то применяется формула (уравнение):

$$G = -2.9542 + 3.3219 \log_{10} \bar{N}_A \quad (\text{A1.9})$$

## A2. УРАВНЕНИЯ ДЛЯ ПЕРЕВОДОВ МЕЖДУ РАЗЛИЧНЫМИ ИЗМЕРЕНИЯМИ РАЗМЕРОВ ЗЕРНА

A2.1 *Изменение увеличения:* Если кажущийся размер зерна наблюдался при увеличении  $M$ , но определялся, как если бы это было при базовом увеличении  $M_b$  (100X или 1X), тогда значение размера при базовом увеличении будет следующим:

A2.1.1 *Планиметрический подсчет:*

$$N_A = N_{A0} (M/M_b)^2 \quad (\text{A2.1})$$

где  $N_{A0}$  является числом зерен на единицу площади при увеличении  $M_b$ .

A2.1.2 *Подсчет секций:*

$$N_i = N_{i0} (M/M_b) \quad (A2.2),$$

где  $N_{i0}$  является числом зерен, пересеченных испытательной линией (уравнение для  $P_i$  и  $P_{i0}$  одно и то же) при увеличении  $M_b$ .

A2.1.3 Любая длина:

$$\bar{\ell} = \bar{\ell}_0 M_b / M \quad (A2.3),$$

где  $\bar{\ell}_0$  – средняя линейная секущая при увеличении  $M_b$ .

A2.1.4 Размер зерна ASTM:

$$G = G_0 + Q \quad (A2.4),$$

где:  $Q = 2 \log_2 (M/M_b) = 2 (\log_2 M - \log_2 M_b) = 6,6439 ((\log_{10} M - \log_{10} M_b))$ ,  
дв свою очередь, где  $G_0$  – кажущийся размер зерна ASTM при увеличении  $M_b$ .

A2.1.5 Подсчет зерен на  $\text{мм}^2$  при увеличении 1X путем выведения из числа зерен на дюйм<sup>2</sup> при увеличении 100X:

$$N_A = N_{AE} (100/25.4)^2 \quad (A2.5)$$

$$N_A = 15.5 N_{AE} \quad (A2.6),$$

где  $N_A$  является числом зерен на  $\text{мм}^2$  при 1X и  $N_{AE}$  – число зерен на дюйм<sup>2</sup> при 100X.

A2.2 Другие измерения, приведенные в таблицах, можно рассчитать по следующим уравнениям:

A2.2.1 Площадь среднего зерна:

$$A = 1 / N_A \quad (A2.7),$$

где  $\bar{A}$  является средней площадью поперечного сечения зерна.

A2.2.2 Ширина секущей кругового сечения зерна:

$$\bar{\ell} = \left( \frac{\pi}{4} \bar{A} \right)^{1/2} \quad (A2.8)$$

Средняя дальность секущей для многоугольных зерен колеблется вокруг этого теоретического значения, которое уменьшается в соответствии с анизотропией, но увеличивается диапазоном размеров сечений. Ширина, рассчитанная по Ур. A2.8, составляет на 0,52% меньше, чем ширина, задаваемая  $G$  уравнением A1.4 в A1.2.1 ( $\Delta = + 0,015$  ASTM №).

A2.3 Другие полезные показания размеров приводятся в следующих уравнениях: A2.3.1 Объемный (пространственный) диаметр,  $\bar{D}$ , сфер сходного размера в пространстве составляет:

$$\bar{D} = 1.5 \bar{\ell} \quad (A2.9)$$

Подобные отношения между  $\bar{\ell}$ , определенным на двухмерной плоскости полировки, и пространственным диаметром  $\bar{D}$  были выведены для множества потенциальных форм зерен и разных допущений о распределении их размеров. Несколько формул, таких как уравнение A2.7, было предложено с разными множителями. Приемлемая оценка пространственного диаметра  $\bar{D}$ , основанная на тетракайдекаэдральной форме модели и функции распределения зерен (9), составляет:

$$\bar{D} = 1.571 \bar{\ell} \quad (A2.10)$$

A2.3.2 Доказано, что для однофазной микроструктуры площадь поверхности границ зерна на единицу объема  $S_V$  является точной функцией  $P_L$  или  $N_L$ :

$$S_V = 2P_L = 2N_L \quad (A2.11)$$

тогда как для двухфазной микроструктуры площадь поверхности границы фазы на единицу объема фазы  $\alpha$ ,  $S_{V\alpha}$ , является:  $S_{V\alpha}$ .

$$S_{V\alpha} = 2P_L = 4N_L \quad (A2.12)$$

### А3. РАЗМЕР АУСТЕНИТНОГО ЗЕРНА ФЕРРИТНЫХ И АУСТЕНИТНЫХ СТАЛЕЙ

#### А3.1 Область применения

A3.1.1 Поскольку иногда необходимо подвергать материал специальным обработкам или технологии для того, чтобы раскрыть определенные характеристики зерна перед определением размера зерна, важные подробности этих обработок изложены в следующих параграфах.

#### А3.2 Установление размера аустенитного зерна

A3.2.1 *Ферритные стали* - если не оговорено иное, размер аустенитного зерна следует устанавливать одним из следующих способов:

##### ПРИМЕЧАНИЕ А3.1:

Указание содержания углерода в названиях методик является только рекомендательным. Многочисленные методы используются для установления размера аустенитного зерна, а знание роста зерен и характеристики укрупнения зерен полезно для принятия решения о том, какой метод использовать. Размер аустенитных зерен в любой конкретной стали зависит, прежде всего, от температуры, до которой эта сталь нагревается, и времени, в течение которого она выдерживается при этой температуре. Следует порекомендовать поступать таким образом, чтобы газовая среда при нагревании могла оказывать воздействие на рост зерен на наружной части изделия. На размер аустенитного зерна влияет также большинство предыдущих обработок, которым сталь могла подвергаться, таких как, например, температура аустенизации, закалка, нормализация, горячая деформация и холодная деформация. Поэтому рекомендуется при испытании на определение размера аустенитного зерна учитывать воздействия предыдущих и последующих обработок, или же и тех, и других, вместе взятых, на определенное изделие (или типичное изделие), которое рассматривается.

A3.2.1.1 *Метод корреляции (углеродистые и легированные стали)*: Условия испытаний должны быть взаимосвязаны с фактическим циклом термообработки, используемым для создания свойств для реального использования. Нагрейте образцы при температуре не более, чем на 50°F (градусов по Фаренгейту) или 28°C (градусов по Цельсию) выше нормальной температуры термообработки и в течение времени не более, чем на 50% больше нормального времени термообработки и при обычной среде термообработки, причем нормальные значения должны взаимосогласовываться. Скорость охлаждения зависит от метода обработки. Проведите микроскопическое исследование в соответствии с [Таблицей 1](#).

A3.2.1.2 *Методика науглероживания (углеродистые и легированные стали; содержание углерода как правило ниже 0,25%)*: Эта методика называется обычно испытанием Макквейда-Эн. Если не оговорено иное, науглероживайте образцы при 1700 ± 25°F (927 ± 14°C) в течение 8 часов или до тех пор, пока не будет получен слой примерно в 0,050 дюйма (1,27 мм). Состав для науглероживания должен допускать образование заэвтектоидного слоя за указанное время и при указанной температуре. Печное охлаждение образца до температуры ниже критической

при достаточно низкой скорости проводится в достаточной мере для того, чтобы осадить цементит на границах аустенитного зерна заэвтектоидной зоны слоя. После остывания разрежьте образец, чтобы обеспечить свежесрезанную поверхность, отполируйте и соответствующим образом протравите, чтобы обнаружить размер зерна заэвтектоидной зоны слоя. Проведите микроскопическое исследование в соответствии с [Таблицей 1](#). Несмотря на то, что испытание Макквейда-Эн было разработано для оценки характеристик роста зерен сталей, предназначенных для цементационных применений, т.е. обычно сталей с содержанием углерода < 25%, оно часто используется для оценки сталей с более высокими содержаниями углерода, которые не будут цементироваться. Следует признать, что размер зерен таких сталей при термообработке от температур аустенизации ниже 1700°F может быть мельче, чем размер, полученный посредством испытания Макквейда-Эн.

A3.2.1.3 *Методика фиктивной цементации* - термообработка, описанная в A3.2.1.2, производится, но науглероживающая газовая среда не используется, и образец должен закалиться от температуры фиктивной цементации при достаточно быстрой скорости, чтобы образовать мартенсит, а не медленно охлаждаться после науглероживания. Образец разрезается (требуется осторожное разрезание абразивно-отрезным станком во избежание прокаливания), полируется и протравливается реактивом, который обнаружит границы преаустенитного зерна (такими как насыщенная водно-пикриновая кислота со смачивающим веществом, смотрите Методику [E407](#)). Фиктивное науглероживание иногда предпочтительно, поскольку глубина науглероженного слоя, образованного при испытании Макквейда-Эн, может быть весьма тонкой у некоторых сталей. Фиктивно цементированным образцом могут быть исследованы все зерна в сечении. Проблемы, такие как размер лентчатых зерен, дуплексные или ALA зерна (смотрите Методы испытаний [E1181](#)) обнаруживаются более легко на фиктивно цементированном образце благодаря гораздо большей площади поверхности для исследования.

A3.2.1.4 *Заэвтектоидные стали (углеродистые и легированные стали с содержанием углерода от 0,25 до 0,60%)*: Если не оговорено иное, нагревайте образцы сталей с содержанием углерода 0,35% или меньше при температуре 1625 ± 25°F (885 ± 14°C); нагревайте образцы стали с содержанием углерода более 0,35% при температуре 1575 ± 25°F (857 ± 14°C) в течение, как минимум, 30 минут и охладите в воздухе или закалите в воде. Более высокоуглеродистые стали в этом диапазоне и легированные стали с содержанием углерода примерно более 0,40% могут потребовать регулировки методики охлаждения, чтобы четко очертить границы аустенитного зерна ферритом. В таких случаях рекомендуется, чтобы после выдерживания образца в течение требуемого времени при температуре закалки температура была понижена примерно до 1340 ± 25°F (727 ± 14°C) на 10 минут, за чем следует закалка в воде или масле. После охлаждения разрежьте образец, чтобы обеспечить свежесрезанную поверхность, отполируйте и соответствующим образом протравите, чтобы выявить размер аустенитных зерен, очерченных осевшим ферритом на границах зерен. Проведите микроскопическое исследование в соответствии с [Таблицей 1](#).

A3.2.1.5 *Методика окисления (углеродистые и легированные стали с содержанием углерода от 0,25 до 0,60%)*: Отполируйте одну из поверхностей образца (абразивом со степенью шероховатости приблизительно 400 или 15-цм). Поместите образец в печь полированной стороной вверх и, если не оговорено иное, нагревайте при 1575 ± 25°F (857 ± 14°C) в течение 1 часа и закалите в холодной воде или рассоле. Отполируйте закаленный образец для выявления размера аустенитного зерна, выросшего на окисленной поверхности. Проведите микроскопическое исследование в соответствии с [Таблицей 1](#).

A3.2.1.6 *Стали прямой закалки (углеродистые и легированные стали; с содержанием углерода как правило ниже 1,00%)*: Если не оговорено иное, нагревайте образцы сталей с содержанием углерода 0,35% или менее при 1625 ± 25°F (885 ± 14°C); нагревайте образцы стали с содержанием углерода более 0,35% при 1575 ± 25°F (857 ± 14°C) в течение достаточного времени и закаливайте со скоростью, достаточной для того, чтобы добиться полного затвердевания (полной закалки). Отполируйте закаленный образец и протравите, чтобы

выявить мартенситную структуру. Отпуск в течение 15 минут при  $450 \pm 25^\circ\text{F}$  ( $232 \pm 14^\circ\text{C}$ ) перед травлением улучшает контрастность. Проведите микроскопическое исследование в соответствии с [Таблицей 1](#).

A3.2.1.7 *Заэвтектоидные стали (углеродистые и легированные стали; содержание углерода как правило более 1,00%)*: Используйте для этого испытания образец диаметром примерно 1 дюйм (25,4 мм) или размером один квадратный дюйм. Если не оговорено иное, нагревайте образец при  $1500 \pm 25^\circ\text{F}$  ( $816 \pm 14^\circ\text{C}$ ) в течение, как минимум, 30 минут, и охладите в печи до температуры ниже нижней критической со скоростью, достаточно медленной для того, чтобы осадить цементит на границах аустенитных зерен. После охлаждения разрежьте образец, чтобы обеспечить свежеразрезанную поверхность, отполируйте и протравите соответствующим образом, чтобы выявить размер аустенитного зерна, очерченного осажденным цементитом на границах зерен. Проведите микроскопическое исследование в соответствии с [Таблицей 1](#).

A3.2.2 *Аустенитные стали*: С аустенитными материалами фактический размер зерна металла был установлен при предыдущей термообработке.

### A3.3 Выявление размера зерна

A3.3.1 *Ферритные стали*: Для выявления размера аустенитного зерна обычно используются следующие методы (смотрите [Примечание A3.1](#)):

A3.3.1.1 *Очерчивание зерен цементитом*: В заэвтектоидной зоне процедуры цементации (испытание Макквейда-Эн) или в заэвтектоидных сталях, охлажденных из аустенитного состояния, размер аустенитного зерна очерчивается цементитом, который осаждается на границах зерен. Поэтому возможно оценить размер зерна путем протравливания микрографического образца соответствующим реактивом для травления, таким как ниталь, пикраль или пикрат щелочного натрия (См. Методику E407).

A3.3.1.2 *Очерчивание зерен ферритом*: В заэвтектоидной зоне цементированного образца размер аустенитного зерна очерчивается ферритом, который осаждается на границах зерен. Феррит подобным образом очерчивает старые аустенитные зерна в среднеуглеродистой стали (содержание углерода примерно 0,50%), если она охлаждена медленно из аустенитного диапазона. В низкоуглеродистых сталях (содержание углерода примерно 0,20%), медленно охлаждаемых из аустенитного диапазона до комнатной температуры, количество феррита настолько велико, что размеры старых аустенитных зерен скрываются: в таком случае сталь можно охлаждать медленно до промежуточной температуры, чтобы дать возможность для оседания лишь небольшого количества феррита, за которым следует закалка в воде; примером мог бы служить небольшой кусочек, предварительно нагретый до  $1675^\circ\text{F}$  ( $913^\circ\text{C}$ ), перенесенный в печь при температуре примерно от  $1350$  до  $1450^\circ\text{F}$  (от  $732$  до  $788^\circ\text{C}$ ), выдержанный при этой температуре в течение где-то от 3 до 5 минут, а затем закаленный в воде; размер аустенитного зерна здесь можно выявлять небольшими ферритными зернами, очерчивающими низкоуглеродистые мартенситные зерна.

A3.3.1.3 *Очерчивание зерен окислением*: Метод окисления зависит от того обстоятельства, что когда стали нагреваются в окислительной атмосфере, окисление происходит преимущественно в части вдоль границ зерна. Общепринятой методикой поэтому является полировка образца до металлографического шлифа, нагревание его в воздухе при требуемой температуре в течение требуемой продолжительности времени, а затем повторная легкая полировка образца, произведенная таким образом, чтобы только удалить окалину; вследствие этого границы аустенитного зерна становятся видимыми, поскольку они очерчены окисью.

A3.3.1.4 *Очерчивание мартенситных зерен мелким перлитом*: Метод, особенно применимый к эвтектоидным сталям, которые нельзя так легко оценить другими методами, заключается либо в том, чтобы закалить стержень такого размера, что он закалится полностью снаружи, но не

полностью закаляется внутри, либо применить *градиентную закалку*, при которой часть длины нагретой детали погружается в воду и таким образом полностью закаляется, оставляя, следовательно, незакаленной остальную часть, выступающую над закалочной ванной. При любом методе будет небольшой участок, который является почти, но не полностью закаленным. На этом участке бывшие аустенитные зерна будут состоять из мартенситных зерен, окруженных небольшими количествами мелкого перлита, выявляя таким образом размер зерна. Эти способы также применимы и к сталям, которые несколько ниже и выше составом, чем эвтектоидный состав.

**A3.3.1.5 Травление мартенситных зерен:** Размер бывших аустенитных зерен можно выявить в сталях, полностью закаленных до мартенсита путем использования реактива для травления, который создает контраст между мартенситными зернами. Отпуск в течение 15 минут при температуре 450°F (232°C) перед травлением заметно улучшает контраст. Реактив, который здесь рекомендован, состоит из 1 г тринитрофенола, 5 мл HCl (соляной кислоты) (удельный вес 1,19) и 95 мл этилового спирта.

Альтернативный подход заключается в использовании реактива для травления, который обнаруживает преимущественно границы предаустенитных зерен. Многие реактивы для травления были разработаны для этой цели (смотрите Методику E407 и стандартные учебники). Наиболее успешный реактив здесь состоит из насыщенного водного тринитрофенола, содержащего смачивающее вещество, обычно тридецилбензол сульфат натрия (вариант додецила также работает в этом случае хорошо). Образцы должны быть в состоянии непосредственно после закалки или отпущены не выше примерно 1000°F. Успех травления с таким реактивом зависит от присутствия фосфора в сплаве (требуется содержание фосфора на уровне > 0,005% P). Результаты могут быть улучшены отпуском стали между 850 и 900°F в течение 8 часов или больше для того, чтобы вытеснить фосфор к границам зерен. Для сталей со значительными легирующими добавками может потребоваться добавление к реактиву для травления нескольких капель соляной кислоты (на 100 мл реактива для травления). Травление занимает обычно по меньшей мере 5 минут. Реактив для травления будет разрушать сульфидные включения. Легкая повторная полировка образца на неподвижном круге для удаления небольшого объема несущественной исходной части может помочь легче увидеть границы зерен.

**A3.3.2 Аустенитные стали:** Для выявления размера зерна в аустенитных материалах должна использоваться соответствующая методика травления для того, чтобы выявить размер зерна. Отдавая себе отчет в том, что двойникование имеет тенденцию спутывать показания размера зерна, травление должно быть таким, чтобы было очевидным минимальное количество двойникования.

**A3.3.2.1 Стабилизированный материал:** Такой образец, как анод может подвергнуться электролитическому травлению в водном растворе, состоящем из 60% концентрированной азотной кислоты по объему, при комнатной температуре. Для уменьшения появления двойникования следует использовать низкое напряжение (от 1 до 1% вольт). Этот реактив для травления рекомендуется также и для выявления границ ферритных зерен в ферритных нержавеющей сталях и применяется таким образом.

**A3.3.2.2 Нестабильный материал:** Граница зерна может проявиться путем осаждения карбидов нагреванием в пределах диапазона сенсibiliзирующей температуры, от 482 до 704°C (от 900 до 1300°F). Следует использовать любой реактив для травления, выявляющий карбид.

#### **A3.4 Составление отчета о размере зерна**

**A3.4.1 Ферритные стали:** Когда наблюдаются дуплексные, или смешанные гранулометрические структуры (смотрите Методы испытаний E1181), их следует указывать в отчете с помощью двух репрезентативных диапазонов размера зерен. Всякий раз, когда для выявления размера

зерна используется иная термообработка, чем науглероживание (испытание Макквейда-Эн), следует составлять полный отчет, который включает:

- A3.4.1.1 Температуру, применяемую для установления размера зерна,
  - A3.4.1.2 Время выдержки при температуре, применяемой для установления размера зерна,
  - A3.4.1.3 Метод выявления размера зерна и
  - A3.4.1.4 сам размер зерна.
- A3.4.2 *Аустенитные стали*: При определении размера аустенитных зерен границы двойникования в пределах зерна не должны учитываться.

#### А4. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАЗМЕРА ЗЕРНА В ИЗЛОМЕ<sup>8</sup>

- A4.1 Метод определения размера зерна в изломе, разработанный Арпи (10) и Шефердом (2), использует подобранные по гранулометрическому составу серии из десяти образцов с изломом для оценки размера предаустенитных зерен образцов стали (по применяемым материалам смотрите Ссылку 11) путем сравнения. Науглероженные слои углеродистых и легированных сталей (но не низкоуглеродистая сердцевина) также могут оцениваться на определение размера предаустенитного зерна с помощью этого метода.
- A4.2 Десять образцов с изломом нумеруются от одного до десяти, где номера соответствуют размерам зерна стандартов ASTM. Подлежащий оценке образец разламывается, обычно в направлении горячей деформации, и излом сравнивается с десятью испытательными изломами серии Шеферда.<sup>9</sup> Внешний вид излома образца оценивается до ближайшего целого числа стандарта, но также допускается интерполяция и до одной второй чисел. Можно также оценивать дуплексные состояния, когда излом демонстрирует два разных характера излома.
- A4.3 Образцы можно разламывать, ударяя по свободному концу, в то время как другой конец удерживается, либо путем изгиба через три точки с помощью пресса или машины для испытания на разрыв (загруженной на сжатие), или же любым другим подходящим способом. Нанесение зарубок на образцах или охлаждение перед разрывом, или же и то, и другое, вместе взятое помогает обеспечить плоский излом. Для получения более подробной информации смотрите Вандер Воорт (11).
- A4.4 Оцениваемый образец должен быть преимущественно мартенситным, хотя большие количества остаточного аустенита не делают результаты недействительными. Существенные количества остаточного карбида также допускаются. Однако, контролируемые диффузией продукты трансформации, такие как бейнит, перлит или феррит, если присутствуют в количествах, больших чем несколько процентов, изменяют характер внешнего вида излома и сводят на нет оценки размера зерна в изломе. Чрезмерный отпуск структур мартенситной инструментальной стали также меняет внешний вид излома и делает оценки размера зерна в изломе недействительными. Оценки наиболее точны для образцов в состоянии непосредственно после закалки или слегка отпущенном. Для наилучшей точности желательно наличие плоских хрупких изломов.

<sup>8</sup> Этот метод применим только к высокотвердым хрупким сталям с преимущественно мартенситной микроструктурой, таким как инструментальная сталь, высокоуглеродистые стали и мартенситные нержавеющие стали, и должен осуществляться с образцом в состоянии непосредственно после закалки или слегка отпущенном состоянии.

<sup>9</sup> Те, кто не имеет серий стандартов Шеферда, могут получить фотокопии из Главного управления ASTM. Заказ [ADJE011224](#).

- A4.5 Исследования показали, что оценки размера зерна на изломе полностью закаленных инструментальных сталей в состоянии непосредственно после закалки хорошо сопоставляются с измеренными микроскопически оценками размера предаустенитного зерна. Для большинства инструментальных сталей оценки размера зерна на изломе будут в пределах  $\pm 1$  единицы определенного микроскопически размера предаустенитного зерна,  $G$ .
- 4.6 Метод определения размера зерна на изломе нельзя использовать для оценки зерен размером менее десяти. Изломы образцов с размерами предаустенитного зерна менее десяти нельзя различить невооруженным глазом, и они будут оцениваться лишь, таким образом, как если бы они имели размер зерна десять. Изломы с более крупным размером зерна, чем размер номер 1, покажутся крупнее, чем этот номер, но их невозможно точно оценить с помощью этого метода.

### **A5. ТРЕБОВАНИЯ К ДЕФОРМИРУЕМОЙ МЕДИ И СПЛАВАМ НА ОСНОВЕ МЕДИ**

- A5.1 Для продукции из деформируемой меди и сплавов на основе меди, находящейся в сфере полномочий Комитета В05 по меди и медным сплавам, обязательно выполнять следующие процедуры:
- A5.1.1 Образец должен быть подготовлен в соответствии с Методикой E3.
- A5.1.2 Образец, используемый для метода сравнения, должен пройти контрастное протравливание и сравниваться с Пластиной III или, если производится плоское травление, сравниваться с Пластиной II.
- A5.1.3 Размер зерна должен выражаться как среднее значение диаметра зерна в миллиметрах; например, средний диаметр зерна 0,025 мм. Значение этого выражения - это диаметр среднего сечения зерен, лежащих в исследуемой плоскости металла.
- A5.1.4 Иногда встречаются смешанные размеры зерен (смотрите Методы испытаний E1181), особенно в горячедеформированном металле. Они выражаются передачей процента оцененной площади, занятой двумя диапазонами размеров. Например, 50% размером 0,015 мм и 50% размером 0,070 мм; или, если существует диапазон, 40% размером от 0,010 до 0,020 мм и 60% размером от 0,090 до 0,120 мм.
- A5.1.5 Для определения соответствия требованиям к размеру зерна с заданными пределами оцененное значение следует округлить в соответствии с:

Размер зерна	Расчетное или наблюдаемое значение, до которого следует округлять размер зерна
Вплоть до 0,055 мм вкл.,	до ближайшего кратного 0,005 мм
Более 0,055 мм	до ближайших 0,010 мм

## А6. ПРИМЕНЕНИЕ К ОСОБЫМ СИТУАЦИЯМ

А6.1 Многочисленные специальные методики для измерения размера зерна устанавливаются в различных отраслях производства металлов и материалов. Настоящий перечень стандартных методов не подразумевает, что следует отказаться от любой такой специальной методики, если опыт показал эту методику соответствующей подразумеваемому применению. Однако, настоятельно рекомендуется, чтобы применялась статистическая методика Раздела 15 для данных из этих традиционных методик для того, чтобы гарантировать, что они дадут предел достоверности, который соответствует текущим требованиям.

А6.2 Для многих специальных методик характерно то, что они регистрируют численный результат, который не удобно соотносится с обычно используемыми размерными шкалами, приведенными в Таблице 4. Постоянное использование обычных чисел оправдано на том основании, что они либо имеют собственное значение в своей общности, либо приобрели значение посредством длительного использования. Тем не менее, настоятельно рекомендуется, чтобы такие измерения были понятными более широкой аудитории, прежде всего, путем повторного выражения на одной из приемлемых метрических шкал (как используемая в Таблице 4), а затем путем преобразования в соответствующие размеры зерна ASTM. Если первоначальные измерения представляют некоторую форму подсчета секущих или планиметрического подсчета, то можно сказать, что размер зерна ASTM фактически установлен. Там, где исходные данные различного характера, следует указывать, что измерение эквивалентно размеру зерна ASTM номер «х».

Преобразования можно делать либо с помощью Таблицы 4, либо через соотношения, приведенные в Приложении А1 и Приложении А2.

А6.3 *Примеры:*

А6.3.1 *Пример I:* Методика Снайдера и Графа (12) остается в общем пользовании для оценки размера аустенитного зерна инструментальных сталей. Это специальная версия метода секущих Хайна (смотрите 13.1), в которой зарегистрированный номер является средним числом пересечений с 5 -дюймовой (127-миллиметровой) испытательной линией, приложенной к изображению при 1000-кратном увеличении. Этот подсчет более полезен и практичен, чем сам размер зерна ASTM, поскольку важные изменения качества связаны с изменением примерно двух номеров размера ASTM, разница которых не решается надлежащим образом на логарифмической размерной шкале либо сравнительным или планиметрическим методами. Размеры Снайдера и Графа станут значимыми для других путем умножения на коэффициент 7,874, чтобы получить  $N_L$  на миллиметр, после чего Таблица 4 укажет, например, что S&G № 15 - это размер ASTM № 10.5. Более того, поскольку точность данной методики не достигает 2% подсчета, 5-дюймовую (127-миллиметровую) испытательную линию можно заменить 125-миллиметровой испытательной линией без признания недействительными прошлых результатов, взяв коэффициент 8,0, вследствие чего общий подсчет секущих на восьми испытательных линиях прямо равняется  $N_L$ . Оценка предела достоверности в Разделе 15 может применяться к одиночным испытательным линиям или к сумме на неизменном числе линий на каждом местном участке.

## ДОПОЛНЕНИЯ (Необязательная информация)

### X1. РЕЗУЛЬТАТЫ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ РАЗМЕРОВ ЗЕРНА<sup>10</sup>

X1.1 Настоящая испытательная межлабораторная программа проводилась для разработки оценок точности и отклонения для измерения размера зерна методом сравнительных карт, планиметрическим методом или методом секущих (13).

#### X1.2 Методика

X1.2.1 Микрофотоснимки (8 на 10 дюймов) двух разных ферритных нержавеющей сталей, четырех или одного образцов при разных увеличениях и трех другого образца при разных увеличениях были оценены на определение размера зерна с помощью метода карт с Пластиной I, а также планиметрическим методом и методом секущих. Схема границ зерна образца аустенитной марганцевой стали Гадфильда с контрастным протравливанием зерна также была оценена этими тремя методами. Несколько других микроснимков были оценены только методом сравнения. В каждом случае границы зерен были четко и полностью очерчены.

Опорные данные предоставлены в получении через запрос RR:E04-1005.

X1.2.2 Для планиметрического метода каждому оценщику был дан прозрачный пластмассовый шаблон 8 на 10 дюймов с испытательными окружностями диаметром 79,8 мм и жирный карандаш. Для метода секущих каждому оценщику дали один шаблон с тремя окружностями.

X1.2.3 Для планиметрического метода шаблон опускался на фотографию и приклеивался липкой лентой во избежание перемещения. Поскольку сетка с кругами и микроснимок были почти одинакового размера, размещение сетки должно быть достаточно согласующимся между оценщиками. Для метода секущих оценщики опускали свою сетку на микроснимки пять раз произвольно. Допускалось, что эта разница в способе размещения уменьшит непостоянство планиметрического метода по отношению к методу секущих.

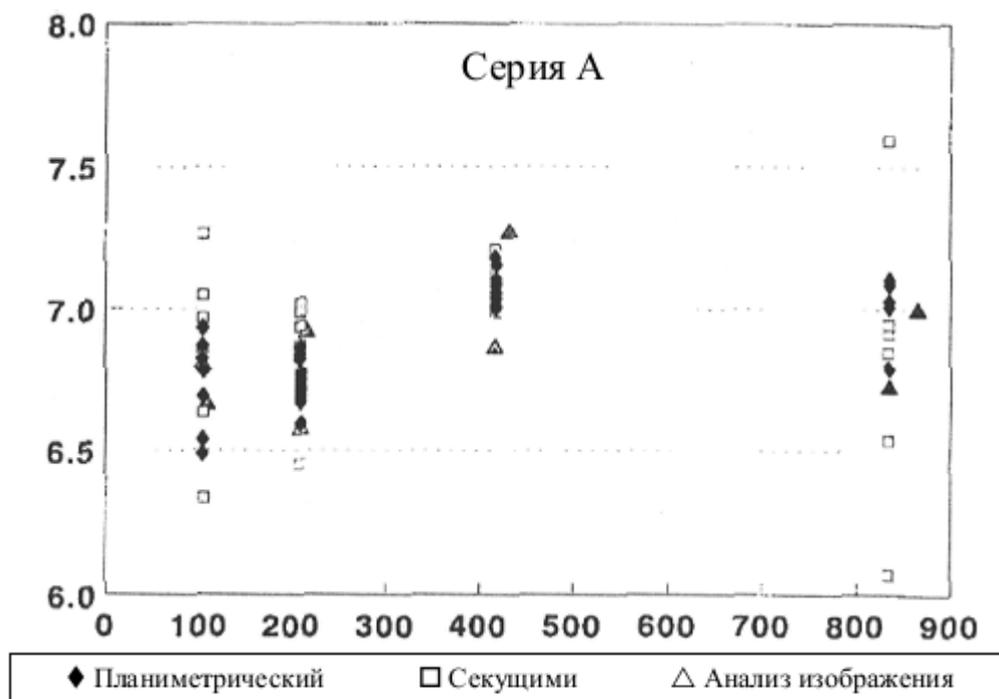
#### X1.3 Результаты

X1.3.1 На Рис. X1.1 и X1.2 изображены оценки размеров зерна для двух ферритных нержавеющей сталей, обозначенные как Серия А и В, в зависимости от увеличения микроснимков, для планиметрического метода и метода секущих. Три человека сделали также измерения анализа изображений. Как можно видеть, самая плотная концентрация имела место для обоих комплектов микроснимков при увеличении примерно 400X, где средний подсчет зерен на планиметрическое измерение был примерно от 30 до 35, а среднее число секущих или сечений составляло примерно от 40 до 50 на три приложенные окружности.

X1.3.2 На Рис. X1.3 и X1.4 показано, как процентная относительная точность измерений изменялась с числом подсчитанных зерен - Рис. X1.3, и с числом подсчитанных секущих или пересечений - Рис. X1.4. Все данные измерений включены. Помните, что процент относительной точности RA в 10% или менее достигается, когда около 700 или более зерен насчитывается планиметрическим методом и когда около 400 пересечений границ зерен или секущих зерен насчитывается для метода секущих. Поскольку зерна должны быть промаркированы на шаблоне по мере их подсчета таким образом, чтобы обеспечить точность подсчета в планиметрическом методе, тогда как в маркировке нет необходимости для метода секущих, понятно, что метод секущих является более эффективным.

<sup>10</sup> Опорные данные предоставлены в Главное управление ASTM и могут быть получены через запрос RR:E04-1005.

- X1.3.3 В Таблицах X1.1 и X1.2 перечислены результаты анализа повторяемости и воспроизводимости согласно Методике E691. В общих чертах, метод секущих превзошел планиметрический метод в этом исследовании.
- X1.3.4 На Рис. X1.5 изображена диаграмма планиметрической оценки размера зерна в сравнении с оценкой методом секущих для каждого микроснимка каждым оценщиком. Помните, что данные имеют произвольный разброс вокруг взаимно однозначной линии тренда. Это указывает, что не было смещения в измерениях размера зерна обоими методами.
- X1.3.5 Каждый микроснимок, который был оценен на размер зерна, мог рассматриваться двумя способами: во-первых, как оценка на истинное увеличение микроснимка, и во-вторых, на оценку того случая, как если бы микроснимок был бы увеличен 100-кратно. Для оценки сравнительным методом было допущено, что каждый микроснимок имел 100-кратное увеличение. Соответствующие данные секущих и планиметрические данные также подсчитывались с использованием этого допущения. На Рис. X1.6 и X1.7 изображены диаграммы оценок по сравнительным картам по сравнению с планиметрическими оценками и оценками секущими, предполагая, что все микроснимки имели 100-кратное увеличение. Помните, что данные здесь не разбросаны произвольно вокруг взаимно однозначной линии тренда. Это ясно показывает, что происходит смещение в оценках по сравнительным картам, которые типично имеют от 0,5 до 1 единицы  $G$  меньше, то есть, являются крупнее, чем измерения планиметрические или секущими. Источник этого смещения исследуется и еще не выявлен.



**РИС. X1.1 Измерения размера зерна для образцов ферритной нержавеющей стали Серии А**

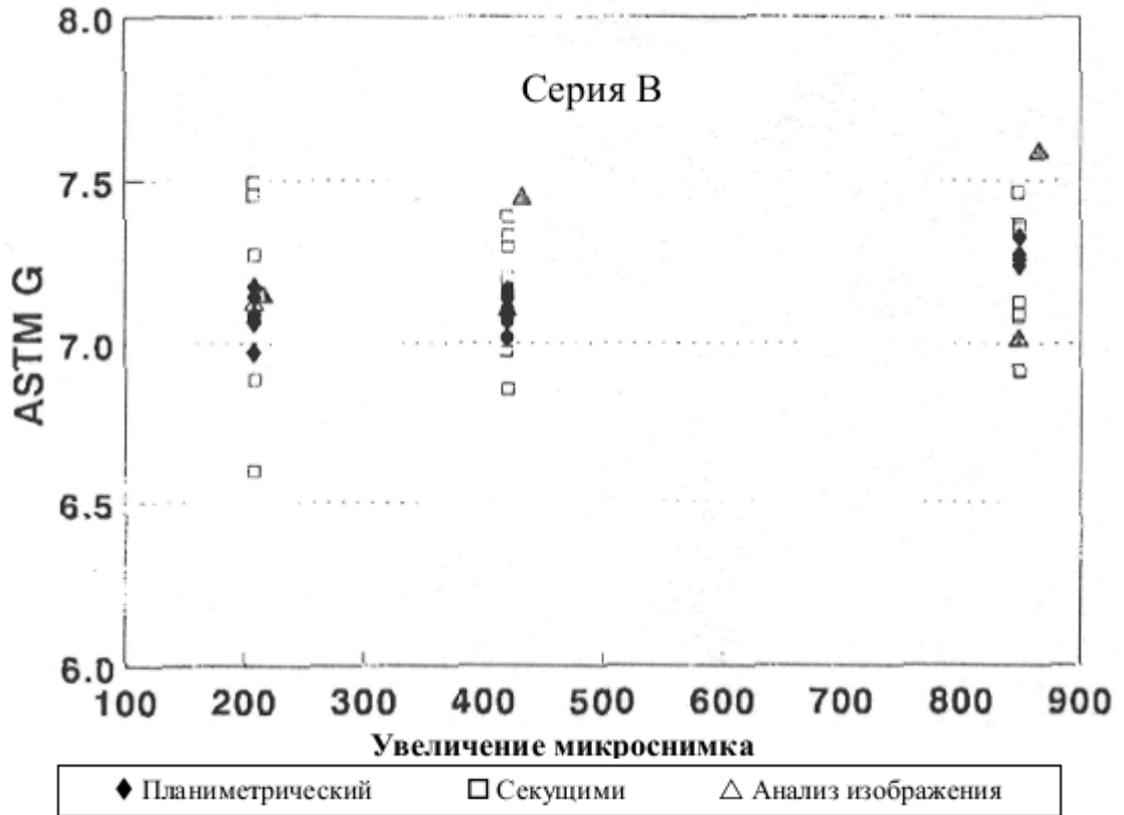
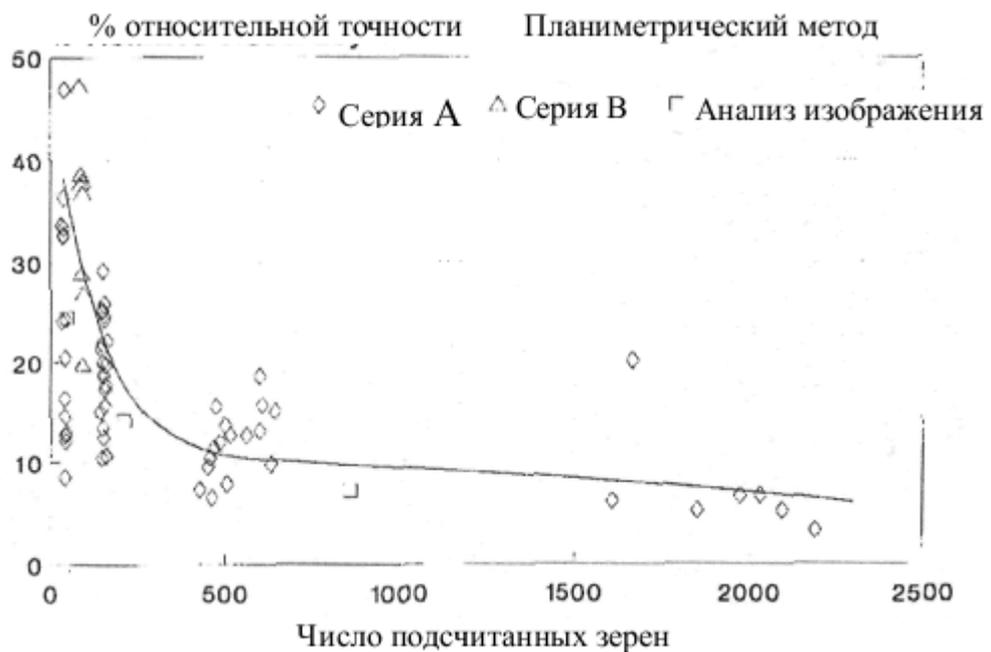
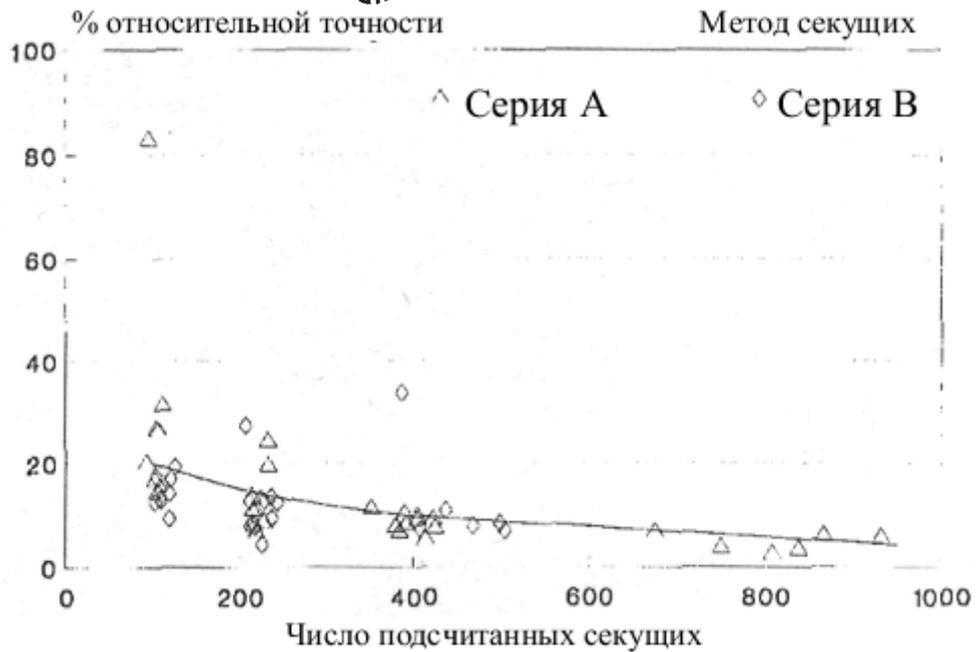


РИС. X1.2 Измерения размера зерна для образцов ферритной нержавеющей стали Серии В



ПРИМЕЧАНИЕ 1: Результаты анализа изображения для тех же микроснимков.

РИС. X1.3 Отношение между числом подсчитанных зерен и процентом относительной точности для планиметрического метода



ПРИМЕЧАНИЕ 1: Результаты анализа изображения для тех же микроснимков.

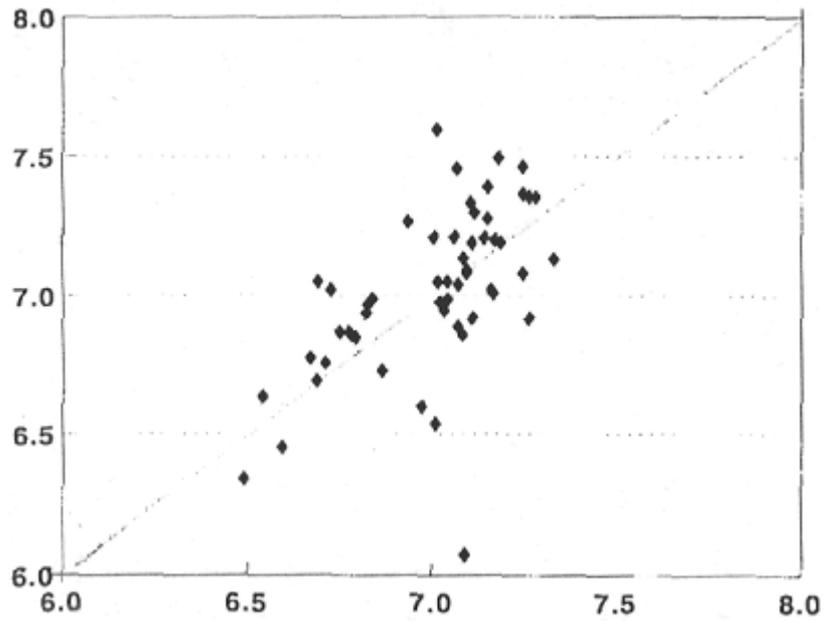
**РИС. X1.4 Отношение между числом подсчитанных секущих или пересечений и процентом относительной точности для метода секущих**

**ТАБЛИЦА X1.1 Результаты циклического определения размера зерна по стандартам ASTM (планиметрический метод)**

Изображение	К-во/мм <sup>2</sup>	Размер ASTM G	Средн. №.	Повторяемость 95% CL	Воспроизводимость 95% CL	Повторяемость % RA	Воспроизводимость % RA
A1	846,64	6,77	1918,0	106,11	266,56	12,53	31,49
A2	831,61	6,75	474,5	209,68	239,88	25,21	28,85
A3	1046,98	7,08	150,5	499,42	489,10	47,70	46,72
A4	978,49	6,98	35,5	785,07	765,18	80,23	78,20
B1	1054,12	7,09	608,5	342,21	344,35	32,46	32,67
B2	1069,41	7,11	152,5	464,60	452,27	43,44	42,29
B3	1184,01	7,26	41,5	435,21	403,98	36,76	34,12

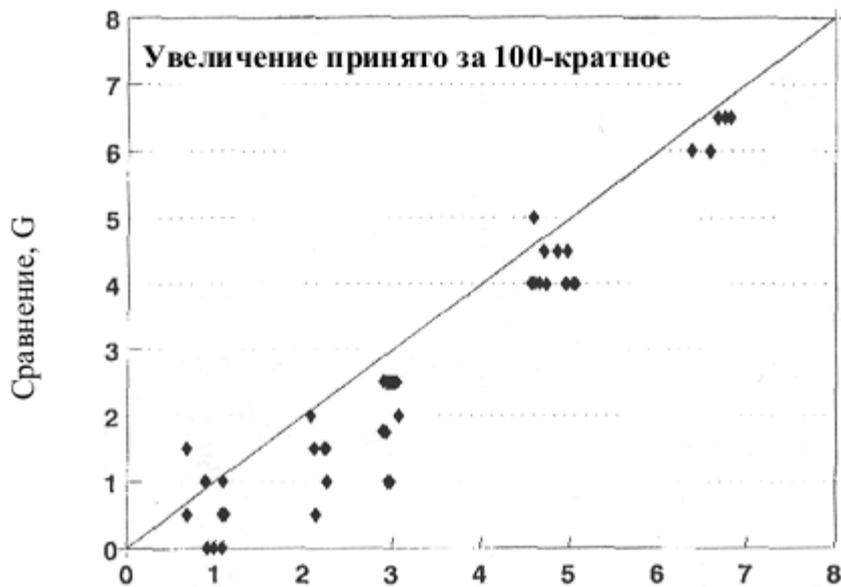
**ТАБЛИЦА X1.2 Результаты циклического определения размера зерна стандартов ASTM (метод секущих)**

Изображение	$\bar{r}$ (μm)	Размер ASTM G	Средн. число секущих	Повторяемость 95% CL	Воспроизводимость 95% CL	Повторяемость % RA	Воспроизводимость % RA
A1	29,9	6,84	811,5	3,25	9,37	10,87	31,35
A2	29,8	6,85	396,0	5,65	6,33	18,96	21,24
A3	27,2	7,11	222,5	8,28	8,16	30,43	30,00
A4	29,0	6,93	102,0	14,90	16,46	51,37	56,77
B1	26,1	7,23	450,0	4,96	7,96	19,01	30,51
B2	26,7	7,17	223,5	6,19	7,01	23,20	26,26
B3	26,6	7,18	113,0	8,84	9,86	33,24	37,08



Планиметрический размер G

**РИС. X1.5 Сравнение измерений размера зерна для каждого микроснимка каждым оператором методами планиметрии и секущих**



Планиметрический размер G

**ПРИМЕЧАНИЕ I:** Карта вычерчивается каждым оценщиком и предполагает, что микрофотографии имеют 100-кратное увеличение. Данные в основном попадают в одну сторону взаимно-однозначной линии тренда, указывая смещение.

**РИС. X1.6 Диаграмма оценок размера зерна по сравнительной карте для каждого микроснимка по сравнению с оценкой планиметрическим методом для каждого микроснимка**



**РИС. X1.7** Диаграмма оценок размера зерна по сравнительной карте для каждого микроснимка по сравнению с оценкой методом секущих для каждого микроснимка

## X2. ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ ПРИНАДЛЕЖНОСТИ

X2.1 Ниже следует полный и обновленный перечень принадлежностей, на которые сделана ссылка в Методах испытаний E112. Все принадлежности можно получить в ASTM.

Принадлежность:  
 Набор Пластин I, II, III и IV  
 Только Пластина I  
 Только Пластина II  
 Только Пластина III  
 Только Пластина IV  
 Набор диапозитивов, (Пластина I), с 00 по 10  
 Диапозитив, размер зерна 00  
 Диапозитив, размер зерна 0  
 Диапозитив, размер зерна 0,5

№ заказа:  
[ADJE112PS](#)  
[ADJE11201P](#)  
[ADJE11202P](#)  
[ADJE11203P](#)  
[ADJE11204P](#)  
[ADJE112TS](#)  
[ADJE11205T](#)  
[ADJE11206T](#)  
[ADJE11207T](#)

Принадлежность:  
 Диапозитив, размер зерна 1,0  
 Диапозитив, размер зерна 1,5  
 Диапозитив, размер зерна 2,0  
 Диапозитив, размер зерна 2,5  
 Диапозитив, размеры зерна 3,0, 3,5 и 4,0  
 Диапозитив, размеры зерна 4,5, 5,0 и 5,5  
 Диапозитив, размеры зерна 6,0, 6,5 и 7,0  
 Диапозитив, размеры зерна 7,5, 8,0 и 8,5  
 Диапозитив, размеры зерна 9,0, 9,5 и 10,0

№ заказа:  
[ADJE11208T](#)  
[ADJE11209T](#)  
[ADJE11210T](#)  
[ADJE11211T](#)  
[ADJE11212T](#)  
[ADJE11213T](#)  
[ADJE11214T](#)  
[ADJE11215T](#)  
[ADJE11216T](#)

Принадлежность:  
Только Рис. 5

Заказ ADJ:  
E11217F

Принадлежность:  
Копия серии Шеферда

Заказ ADJ:  
ADJE011224

### ИСТОЧНИКИ ПО ССЫЛКАМ

- (1) Хул, Ф.К., *Труды*, «Новый метод выполнения быстрых и точных оценок размера зерна», Американский институт горных инженеров и инженеров-металлургов, Том. 172, 1947 г., стр. 439.
- (2) Шеферд, Б.Ф., «Характеристика стали P-F», *Труды*, Американское общество металловедения, Том. 22, декабрь 1934 г., стр. 979-1016.
- (3) Джефрис, З., Клайн, А.Х. и Циммер, Е.Б., «Определение среднего размера зерна в металлах», *Труды*, Американский институт инженеров горной и металлургической промышленности, Том 54, 1916, стр. 594-607.
- (4) Салтыков С.А., *Стереометрическая металлография*, 2-ое переработанное и дополненное издание, Металлургиздат, Москва, 1958, 444 стр.
- (5) Хайн, Е., «Краткие отчеты из металлургической лаборатории Шарлоттенбургского Королевского института механики и испытаний», *Металлографист*, Том. 5, 1903 г., стр. 37-64.
- (6) Ундервуд, Е.Е. и Кунс, У.К., «Роль количественной стереологии в деформационном двойниковании», *Деформационное двойникование*, Гордон и Брич, Нью-Йорк, 1965 г., стр. 405-429.
- (7) Хильярд, Дж, «Оценка размера зерна методом секущих», *Метал-прогресс*, Том 85, май 1964 г.
- (8) Абрамс, Х., «Измерение размера зерна методом секущих», *Металлография*, Том 4, 1971 г., стр. 59-78.
- (9) Мендельсон, М.И., «Средний размер зерна в поликристаллической керамике», *Журнал Американского общества керамики*, Том 52, август 1969 г., стр. 443-446.
- (10) Арпи, Р, «Испытание на излом, применяемое для инструментальных сталей в Швеции», *Металлургия*, Том 11, № 65, март 1935 г., стр. 123-127.
- (11) Вандер Воорт, Дж.Ф., «Измерение размера зерна», *Практические применения количественной металлографии*, ASTM STP 839, 1984г., стр. 85-181.
- (12) Снайдер, Р.У. и Граф, Х.Ф., «Изучение размера зерна в сильно закаленной стали», *Метал-прогресс*, Том 33, 1938 г., стр. 377-380.
- (13) Вандер Воорт, Дж. Ф., «Точность и воспроизводимость количественных измерений», *Количественная микроскопия и анализ изображений*, ASM International, Materials Park, Огайо, 1994, стр. 21 -34

*ASTM не занимает какой-либо позиции в отношении законности каких-либо патентных прав, заявляемых в связи с каким-либо пунктом, упомянутым в данном стандарте. Пользователи данного стандарта четко уведомлены, что определение законности любых таких патентных прав и риск нарушения таких прав полностью относятся к сфере их ответственности.*

*Данный стандарт подлежит переработке в любое время ответственным техническим комитетом и должен пересматриваться каждые пять лет, и если он не пересматривается, то либо повторно утверждается, либо аннулируется. Ваши комментарии приветствуются как для пересмотра данного стандарта, так и для разработки дополнительных стандартов, и должны направляться в Центральное управление ASTM. Ваши комментарии будут тщательно рассмотрены на собрании ответственного технического комитета, которое Вы можете посетить. Если Вы считаете, что Ваши комментарии не были должным образом приняты во внимание и рассмотрены, Вам следует сообщить свое мнение Комитету по стандартам ASTM по указанному ниже адресу.*

*Правами на данный стандарт обладает ASTM, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken (Западный Коншохокен), PA 19428-2959, США. Индивидуальные перепечатки (единичные или множественные копии) данного стандарта можно получить, связавшись с ASTM по вышеуказанному адресу или по телефонам 610-832-9585 (телефон), 610-832-9555 (факс), или по электронному адресу [service\(g\)astm.org](mailto:service(g)astm.org) (электронная почта), или же через веб-сайт ASTM в сети Интернет ([www.astm.org](http://www.astm.org)). Разрешение на фотокопирование стандарта можно также получить на веб-сайте ASTM по электронному адресу [www.astm.org/COPYRIGHT/](http://www.astm.org/COPYRIGHT/).*