



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ДСТУ 8972:2019

**СТАЛІ ТА СПЛАВИ
МЕТОДИ ВИЯВЛЕННЯ
ТА ВИЗНАЧЕННЯ ВЕЛИЧИНИ ЗЕРНА**

ЗМІСТ

	с.
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання	1
3 Відбирання зразків.....	1
4 Методи виявлення границь зерен	2
5 Методи визначення величини зерна	4
Додаток А (довідковий) Реактиви для виявлення границь зерен в сталях та сплавах методом травлення.....	9
Додаток Б (довідковий) Шкали для визначення величини зерна.....	11
Додаток В (довідковий) Приклад підрахунку кількості зерен на одиницю поверхні шліфа та розрахунку середньої площі та середнього діаметру.....	23
Додаток Г (довідковий) Приклади підрахунку перетинів зерен	24
Додаток Д (довідковий) Приклад оцінювання зерен у різнозернистій структурі методом вимірювання довжин хорд	25
Додаток Е (довідковий) Ультразвуковий метод визначення величини зерна.....	29
Додаток Ж (довідковий) Протокол випробування.....	30
Додаток З (довідковий) Бібліографія.....	30

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СТАЛІ ТА СПЛАВИ
МЕТОДИ ВИЯВЛЕННЯ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ВЕЛИЧИНИ ЗЕРНА
STEEL AND ALLOYS
METHODS FOR DETECTION AND DETERMINATION OF GRAIN SIZE

Чинний від 2021-01-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює металографічні методи виявлення та визначення величини зерна сталей та сплавів.

Металографічними методами визначають:

- величину дійсного зерна (після гарячого деформування або будь-якого термічного оброблення);
- схильність зерна до росту — визначенням величини зерна аустеніту після нагрівання за температури та часу витримання, установлених у нормативних документах на сталі та сплави;
- кінетику росту зерен — визначенням величини зерна після нагрівання за температури та часу витримання, установлених у нормативних документах на сталі та сплави.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті наведено посилання на такий національний стандарт:

ГОСТ 21120–75 Прутки и заготовки круглого и прямоугольного сечений. Методы ультразвуковой дефектоскопии (Прутки і заготовки круглого та прямокутного перерізів. Методи ультразвукової дефектоскопії).

Примітка. Чинність стандартів, посилання на які є в цьому стандарті, перевіряють згідно з офіційними виданнями національного органу стандартизації — каталогом національних нормативних документів і щомісячними інформаційними покажчиками національних стандартів.

Якщо стандарт, на який є посилання, замінено новим або до нього внесено зміни, треба застосовувати новий стандарт, охоплюючи всі внесені зміни до нього.

3 ВІДБИРАННЯ ЗРАЗКІВ

3.1 Місце відбирання та кількість зразків для визначення величини зерна встановлюють у нормативній документації на сталі та сплави.

3.1.1 За відсутності вказівок відбирання зразків для визначення дійсного зерна здійснюють довільно; для визначення схильності зерна до росту та кінетики росту відбирання зразків здійснюють у місці їх відбирання для механічних випробувань.

3.1.2 За відсутності вказівок у нормативній документації випробування проводять на одному зразку.

3.2 Площа перерізу шліфа на зразку має бути не менше ніж 1 см².

Для металопродукції завтовшки менше ніж 8 мм дозволено виготовляти шліфи площею менше ніж 1 см².

Для визначення схильності зерна до росту та кінетики росту зерна дозволено відбирання зразків від кованої ковшової проби за умови порівнюваності результатів випробування з результатами випробування готової металопродукції.

4 МЕТОДИ ВИЯВЛЕННЯ ГРАНИЦЬ ЗЕРЕН

4.1 Границі зерен виявляють методами:

- травлення;
- цементації;
- окислення;
- сітки фериту або цементиту;
- сітки перліту (трооститу);
- вакуумного термічного травлення.

Метод обирають залежно від хімічного складу сталі або сплаву та цілі випробування.

4.2 Метод травлення

4.2.1 Метод травлення застосовують для виявлення границь дійсного зерна, а також границь зерен аустеніту у вуглецевих та легованих сталях, які загартовують на мартенсит або бейніт, та у сталях, у яких ускладнено отримання феритної або цементитної сітки.

4.2.2 Виявлення границь дійсного зерна здійснюють на зразках без додаткового термічного оброблення.

4.2.3 Для виявлення границь зерен аустеніту температуру нагрівання, час витримування та швидкість охолодження встановлюють у нормативній документації на сталі та сплави.

Якщо температуру нагрівання та час витримування не встановлено в нормативній документації, для низьковуглецевих сталей температура має бути $(930 \pm 10)^\circ\text{C}$.

Для інших сталей температура нагрівання має дорівнювати або бути на $(20\text{—}30)^\circ\text{C}$ вище за температуру гартування, установлену в нормативній документації.

Час витримування має бути не менше ніж 1 год та не більше ніж 3 год.

Для більш чіткого виявлення границь дійсного та аустенітного зерна зразки піддають відпусканню: вуглецеві та низьколеговані сталі — за температури $(225\text{—}250)^\circ\text{C}$, леговані сталі та сплави — за 500°C та вище залежно від хімічного складу.

4.2.4 З поверхні зразка видаляють зневуглецьований шар, виготовляють мікрошліф і травлять у реактивах, наведених у додатку А, або інших, які дають змогу чітко виявити границі зерен.

Універсальний реактив для травлення сталей — свіжий насичений за кімнатної температури водний розчин пікринової кислоти з додаванням $(1\text{—}10)\%$ поверхнево-активних речовин (ПАР).

Для більш чіткого виявлення границь треба проводити повторне полірування з подальшим травленням та підігріванням реактиву до температури $(50\text{—}70)^\circ\text{C}$.

4.3 Метод цементації

4.3.1 Метод цементації застосовують для виявлення зерен аустеніту в сталях, призначених для цементації, та для вуглецевих нецементованих сталей з масовою часткою вуглецю до $0,25\%$.

Границі зерен виявляють у цементованому шарі у вигляді сітки вторинного цементиту.

4.3.2 Зразки без слідів окислення та зневуглецювання нагрівають за температури $(930 \pm 10)^\circ\text{C}$ у щільно закритому ящику, наповненому свіжим карбюризатором одного з таких складів:

— 60% деревинного вугілля, 40% вуглекислого барію; 70% деревинного вугілля, 30% вуглекислого натрію;

— 100% готового бондюжинського карбюризатора;

— 100% напівкоксів карбюризатора згідно з [1].

Розмір ящика обирають залежно від кількості зразків, відстань між якими в ящику має бути не менше ніж 20 мм .

Об'єм карбюризатора має бути в 30 разів більше ніж об'єм зразків.

Час витримування після прогрівання ящика — 8 год.

Зразки після цементування охолоджують разом з ящиком до температури 600°C з різною швидкістю: вуглецеву сталь — не більше ніж 150°C за 1 год, леговану сталь — не більше ніж 50°C за 1 год. Швидкість охолодження зразків за температури нижче ніж 600°C за 1 год не регламентують.

4.3.3 Зразки після цементування розрізають навпіл або з одного боку видаляють поверхневий шар на глибину $2\text{ мм—}3\text{ мм}$ та виготовляють мікрошліфи.

Для виявлення сітки цементиту шліфи рекомендовано травити в одному з таких реактивів:

- (3—5) % розчин азотної кислоти в етиловому спирті;
- 5 % розчин пікринової кислоти в етиловому спирті;
- розчин пікрату натрію, який складається з 2 г пікринової кислоти, 25 г їдкого натру (каустичної соди) та 100 см³ води (травлення електролітичне, напруга на затисках ванни (6—10) В, тривалість травлення — кілька секунд);
- киплячий розчин пікрату натрію (травлення хімічне, час травлення (10—20) хв).

4.4 Метод окислення

4.4.1 Метод окислення застосовують для конструкційних та інструментальних (вуглецевих та легованих) сталей.

Границі зерен аустеніту виявляють по сітці оксидів.

4.4.2 Зразки з полірованою поверхнею піддають нагріванню до визначеної температури і витримують протягом часу відповідно до 4.2.3. Нагрівання здійснюють у вакуумі або в захисній атмосфері.

Для окислення шліфів після витримування, не знижуючи температуру, у піч подають повітря протягом (30—60) с.

Допустимо застосовувати для захисту від окислення в процесі нагрівання шліфів стружку з сірого чавуну, деревинно-вугільний порошок, водний розчин тетраборнокислого натрію тощо за умови отримання результатів за величиною зерна, що відповідають результатам, отриманим методом травлення.

4.4.3 Після охолодження у воді та полірування зразки травлять в одному з реактивів такого складу:

- 15 см³ соляної кислоти, 75 см³ етилового спирту;
- 1 г пікринової кислоти, 5 см³ соляної кислоти, 100 см³ етилового спирту;
- 5 см³ метанітробензолсульфофосфокислоти, 10 см³ етилового спирту.

4.4.4 Перед охолодженням у воді шліф дозволено обробити в розплавленому водному розчині тетраборнокислого натрію (нагрітому до температури аустенізації) протягом (30—40) с. Границі зерен після оброблення у водному розчині тетраборнокислого натрію виявляють без додаткового травлення.

4.5 Метод сітки фериту або цементиту

4.5.1 Метод сітки фериту або цементиту застосовують для виявлення границь зерен у доєвтектонічних (з масовою часткою вуглецю до 0,6 %) та заєвтектонічних сталей відповідно.

4.5.2 Зразки з будь-яким станом поверхні піддають нагріванню до певної температури та часу відповідно до 4.2.3.

Для створення феритної або цементитної сітки на границях зерен зразки охолоджують до температури 650 °С з різною швидкістю залежно від марки сталі.

Для вуглецевих сталей з масовою часткою вуглецю (0,5—0,6) % швидкість охолодження — (50—100) °С за 1 год, для легованих та вуглецевих заєвтектонічних — (20—30) °С за 1 год, для сталей з масовою часткою вуглецю (0,25—0,5) % — охолодження на повітрі.

4.5.3 Після термічного оброблення зразок розрізають навпіл або шліфуванням видаляють поверхневий шар (зневуглецьований), полірують та травлять. Зерно аустеніту методом сітки фериту виявляють травленням у 4 % розчині азотної кислоти в етиловому спирті, методом сітки цементиту — травленням у реактивах, наведених у 4.3.3.

4.6 Метод сітки перліту (трооститу)

4.6.1 Метод виявлення границь зерен за сіткою перліту (трооститу) застосовують для вуглецевих та низьколегованих сталей, близьких за складом до евтектонічних. Границі зерен виявляються сіткою перліту, що темно травиться, у перехідній зоні зразка.

4.6.2 Зразки з будь-яким станом поверхні піддають нагріванню за визначеної температури та часом витримування відповідно до 4.2.3.

Для утворення сітки перліту зразки охолоджують занурюванням у воду половини зразка; друга половина зразка охолоджується на повітрі.

4.6.3 Після термічного оброблення площину зразка, перпендикулярну до перехідної зони на висоті рівня води, шліфують до видалення зневуглецьованого шару, полірують і травлять у реактивах — (3—5) % розчині азотної кислоти в етиловому спирті або 5 % розчині пікринової кислоти в етиловому спирті.

4.7 Метод вакуумного термічного травлення

4.7.1 Метод термічного травлення у вакуумі з використанням високотемпературних мікроскопів рекомендовано для визначення кінетики зростання аустенітного зерна.

Метод засновано на виборчому випарюванні металу на границях зерен за високих температур.

4.7.2 Зразки визначеної форми та розмірів (залежно від типу установки) з полірованою поверхнею ставлять у високотемпературну камеру, створюють вакуум (0,0133—0,00133) Па [(10⁻⁴—10⁻⁵) мм рт. ст.] та нагрівають до певної температури.

Для пригнічення випаровування металу з поверхні шліфа за високих температур (вище ніж 900 °С) у камеру подають інертний газ (аргон, за надмірним тиском (0,03—0,05) МПа [(0,3—0,5) атмосфери]), попередньо очищений від кисню та вологи.

У разі визначення зерна аустеніту в сталях з підвищеним вмістом елементів, що легко окислюються (Al, Cr тощо), рекомендовано застосовувати захисні екрани — геттери з металів, які мають велику спорідненість до кисню (Ta, Ti, Gd, Zr тощо).

4.7.3 Час витримування має бути не менше ніж 20 хв, температура нагрівання — не нижче ніж 800 °С.

4.7.4 Оцінювання величини зерна здійснюють під мікроскопом або на мікрофотографіях.

5 МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ ВЕЛИЧИНИ ЗЕРНА

5.1 Зерна металів — це окремі кристали полікристалічного конгломерату, розділені між собою суміжними поверхнями, які називають границями зерен. Зерна можуть бути рівноосними та нерівноосними. За умови наявності двійника зернами вважають кристали разом із двійниками.

5.2 Величина зерна — це середня величина випадкових перерізів зерен у площині металографічного шліфа, яку визначають такими методами:

— візуальне порівняння зерен під мікроскопом з еталонами шкал, наведеними в додатку Б, з визначенням номера зерна;

— підрахунок кількості зерен, що припадають на одиницю поверхні шліфа, з визначенням середнього діаметра та середньої площі зерна;

— підрахунок перетинів границь зерен відрізками прямих з визначенням середнього умовного діаметра в разі рівноосних зерен, кількості зерен в 1 мм³ у разі нерівноосних зерен;

— вимірювання довжини хорд під мікроскопом або з використанням мікрофотографій з визначенням відносної частки зерен певного розміру;

— ультразвуковим.

Наведені методи застосовують для оцінювання величини зерна, яке має форму, близьку до рівноосного.

Метод підрахунку перетинів границь зерен застосовують для оцінювання величини зерна видовженої форми.

У разі визначення величини зерна в різнозернистій структурі середні розміри (діаметр, площа зерна) не є характеристиками оцінки структури.

5.3 Метод визначення величини зерна порівнянням з еталонними шкалами

5.3.1 Величину зерна методом порівняння визначають за збільшення 100[×]. Дозволено застосовувати збільшення (90—105)[×].

Після перегляду всієї площі шліфа обирають кілька типових місць і порівнюють з еталонами, наведеними на шкалах у додатку Б. Порівняння можна проводити, спостерігаючи зображення в окулярі мікроскопа, на матовому склі або фотознімку.

5.3.2 Шкали 1—3 подано десятима еталонами у вигляді схематизованої сітки, що обмежує розміри зерен. Еталони наведено у вигляді кола діаметром 79,8 мм, що відповідає площі 5 000 мм² або натуральній площі на шліфі 0,5 мм².

Еталони складено так, що за збільшення 100[×] номери зерен G відповідають числовим показникам величини зерна згідно з формулою (1):

$$m = 8 \times 2^G, \quad (1)$$

де m — кількість зерен на 1 мм² площі шліфа.

5.3.3 Середні чисельні значення площі зерна, кількість зерен в 1 мм^3 діаметра та умовного діаметра, а також кількість зерен на площі 1 мм^2 , які відповідають еталонам шкали G (–3)—14, наведено в таблиці 1.

Таблиця 1

Номер зерна, G	Середня площа перерізу зерна a , мм^2	Кількість зерен на площі 1 мм^2 , n			Середня кількість зерен на 1 мм^2 , N_v	Середній діаметр зерна d_m , мм	Середній умовний діаметр зерна d_L , мм
		мінімальна	середня	максимальна			
–3	1	0,75	1	1,5	1	1,0	0,875
–2	0,5	1,5	2	3	2,8	0,707	0,650
–1	0,25	3	4	6	8	0,5	0,444
0	0,125	6	8	12	22,6	0,353	0,313
1	0,0625	12	16	24	64	0,250	0,222
2	0,0312	24	32	48	181	0,177	0,157
3	0,0156	48	64	96	512	0,125	0,111
4	0,00781	96	128	192	1 448	0,088	0,0783
5	0,00390	192	256	384	4 096	0,062	0,0553
6	0,00195	384	512	768	11 585	0,044	0,0391
7	0,00098	768	1 024	1 536	32 768	0,031	0,0267
8	0,00049	1 536	2 048	3 072	92 682	0,022	0,0196
9	0,000244	3 072	4 096	6 144	262 144	0,015	0,0138
10	0,000122	6 144	8 192	12 288	741 485	0,011	0,0099
11	0,000061	12 288	16 384	24 576	2 097 152	0,0079	0,0069
12	0,000030	24 576	32 768	49 152	5 931 008	0,0056	0,0049
13	0,000015	49 152	65 536	98 304	16 777 216	0,0039	0,0032
14	0,000008	98 304	131 072	196 608	47 449 064	0,0027	0,0027

5.3.4 Шкали 1 та 2 використовують для оцінювання величини зерна в усіх сталях та сплавах, шкалу 3 — для аустенітних сталей та сплавів, у яких після травлення виявилися двійники.

5.3.5 Якщо розмір зерна у зразку виходить за межі еталонів шкал з номерами 1—10, застосовують інші збільшення. Для переведення номера еталона за збільшення $100\times$ слід застосовувати таблицю 2 або додаткові шкали 1, 2.

Таблиця 2

Збільшення	Номер зерна за $100\times$																	
	–3	–2	–1	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
25 $\times$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	—	—	—	—	—	—	—	—
50 $\times$	—	—	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	—	—	—	—	—	—
200 $\times$	—	—	—	—	—	—	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	—	—
400 $\times$	—	—	—	—	—	—	—	—	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
800 $\times$	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	1	2	3	4	5	6	7	8

Якщо під час оцінювання величини зерна застосовують збільшення, що відрізняється від наведених у таблиці 2 та додаткових шкалах 1, 2, потрібно користуватися графіком, наведеним на рисунку 1, який дає змогу визначити значення поправкового коефіцієнта K для перерахунку збільшення мікроскопа g на збільшення $100\times$ за формулою (2):

$$K = 6,64 \cdot \ln \frac{g}{100}, \quad (2)$$

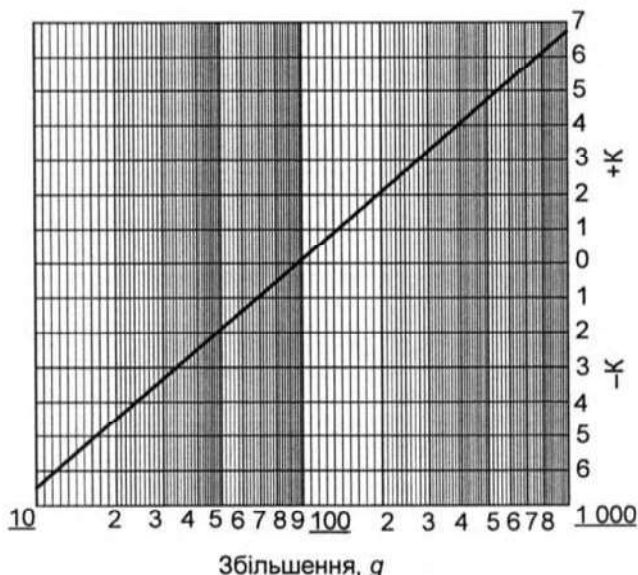


Рисунок 1

Номер зерна визначають за формулою (3):

$$G = M \pm K, \quad (3)$$

де M — номер зерна за збільшення мікроскопа g .

5.3.6 За однорідну структуру приймають структуру, яка відповідає одному з еталонів шкали. Таку структуру оцінюють одним номером.

Різнотзернистою структурою вважають структуру, у якій є зерна, що відрізняються від основного (переважного) номера, який відповідає визначеному еталону шкали більше ніж на 1 номер та займає на шліфі площу більше ніж 10 %. Таку структуру оцінюють двома або більше номерами, що записують у порядку зменшення площ, які вони займають, наприклад, G_6 , G_4 .

За потреби наводять відносну площу, у відсотках, яку займають зерна кожного з цих номерів, наприклад, G_6 (65 %), G_4 (35 %).

5.3.7 Розбіжності оцінок величини зерна методом порівняння мають бути не більше одного номера.

5.4 Метод підрахунку зерен

5.4.1 Метод полягає у визначенні кількості зерен на одиницю поверхні шліфа (1 мм^2) та розрахунку середньої площі зерна та середнього діаметра зерен.

5.4.2 Підрахунок зерен проводять на матовому склі камери мікроскопа або на мікрофотографіях, де поле зору обмежують однією з плоских фігур: колом діаметром 79,8 мм або квадратом зі стороною 70,7 мм, або прямокутником з розмірами сторін 65 мм $\times$ 77 мм, 60 мм $\times$ 83 мм, 55 мм $\times$ 91 мм або 50 мм $\times$ 100 мм, що відповідає $0,5 \text{ мм}^2$ поверхні шліфа за збільшення $100\times$.

5.4.2.1 Підраховують кількість зерен, що потрапили всередину обраної фігури (n_1), та кількість зерен, пересічених її границями (n_2) (додаток В).

Загальну кількість зерен (n_{100}) на площі $0,5 \text{ мм}^2$ площі шліфа за збільшення $100\times$ підраховують згідно з формулами (4) для кола та (5) — для прямокутника або квадрата:

$$n_{100} = n_1 + \frac{n_2}{2}, \quad (4)$$

$$n_{100} = n_1 + \frac{n_2}{2} - 1. \quad (5)$$

Кількість зерен m , що містяться на 1 мм^2 площі шліфа, визначають за формулою:

$$m = 2 \cdot n_{100}. \quad (6)$$

5.4.2.2 У разі іншого збільшення, відмінного від $100\times$, кількість зерен m , розташованих на 1 мм^2 поверхні шліфа, визначають за формулою:

$$m = 2 \left(\frac{q}{100} \right)^2 \cdot n_q, \quad (7)$$

де n_q — загальна кількість зерен, які містяться всередині фігури, що обмежує поле зору на шліфі або фотографії за збільшення q .

Збільшення підбирають із розрахунку, щоб на поверхні було не менше ніж 50 зерен.

5.4.2.3 Підрахунок зерен здійснюють не менше ніж у трьох характерних місцях шліфа та за отриманими результатами розраховують середнє арифметичне значення.

5.4.2.4 Середню площу перерізу зерна (α) визначають за формулою:

$$\alpha = \frac{1}{m}. \quad (8)$$

5.4.2.5 Середній діаметр зерна (d_m), у міліметрах, визначають за формулою:

$$d_m = \frac{1}{\sqrt{m}}. \quad (9)$$

5.4.2.6 Номер величини зерна (G) визначають порівнянням отриманих значень m , α та d_m зі значеннями відповідних параметрів у таблиці 1.

Приклад підрахунку кількості зерен на одиницю поверхні шліфа наведено в додатку В.

5.4.2.7 Допустимі розбіжності результатів трьох визначень за підрахунком кількості зерен не можуть перевищувати 50 %.

5.5 Методи підрахунку перетинів границь зерен

5.5.1 Метод складається з підрахунку зерен, пересічених відрізком прямої, та визначення середнього умовного діаметра — у разі рівноосних зерен або кількості зерен в 1 мм^3 — у разі нерівноосних зерен.

5.5.2 Підрахунок перетинів зерен в обох випадках здійснюють на матовому склі мікроскопа або мікрофотографіях, де проводять кілька відрізків будь-якої довжини (наприклад, 80 мм або 100 мм за збільшення $100\times$, що відповідає довжині 0,8 мм або 1 мм на шліфі). Довжину відрізків обирають з розрахунку, щоб кожний з них перетинав не менше ніж 10 зерен, при цьому збільшення обирають так, щоб на досліджуваній поверхні було не менше ніж 50 зерен. Підраховують точки перетинів відрізків прямих ліній з границями зерен. Зерна на кінцях прямої, не пересічені нею цілком, приймають за одне зерно.

Визначають сумарну довжину відрізків L , виражену у міліметрах натуральної величини на шліфі, та сумарне число пересічених зерен N .

Вимірювання проводять не менше ніж у п'яти характерних місцях шліфа.

Допустима розбіжність результатів п'яти визначень під час підрахунку перетинів не може перевищувати 50 %.

5.5.3 Підрахунок кількості перетинів рівноосних зерен здійснюють на двох взаємно перпендикулярних відрізках прямих, проведених в кожному з п'яти місць шліфа (додаток Г).

Середній умовний діаметр зерна (d_L) у міліметрах розраховують за формулою:

$$d_L = \frac{1}{N}, \quad (10)$$

де L — сумарна довжина відрізків, мм;

N — загальна кількість зерен, пересічених відрізками завдовжки L .

5.5.4 Кількість нерівноосних зерен на 1 мм^2 шліфа визначають на шліфах, виготовлених уздовж та впоперек головної осі симетрії. У такому разі відрізки прямих проводять паралельно осі симетрії (додаток Г).

Середню кількість нерівноосних зерен (N_v) в 1 мм^3 об'єму шліфа розраховують за формулою:

$$N_v = 0,7 \cdot N_x \cdot N_y \cdot N_z, \quad (11)$$

де 0,7 — коефіцієнт, який враховує нерівноосність зерен;

N_x — кількість перетинів границь зерен на 1 мм довжини в поздовжньому напрямку (вздовж осі витягнутих зерен);

N_y — кількість перетинів границь зерен на 1 мм довжини в поперечному напрямку;

N_z — кількість перетинів границь зерен на 1 мм довжини в перпендикулярному напрямку.

5.5.5 Метод підрахунку перетинів границь зерен у швидкорізальній сталі (метод Снейдер — Графа) полягає в підрахунку перетинів зерен та визначенні середньої їхньої кількості на відрізку 63,5 мм за збільшення $500\times$ та на відрізку 127 мм за збільшення $1000\times$.

Визначення величини зерен зазвичай здійснюють на загартованих зразках не менше ніж у п'яти місцях шліфа.

Результатом визначення є середня кількість пересічених зерен.

Залежність між середньою кількістю пересічених зерен на відрізку 63,5 мм за збільшення $500\times$ або на відрізку 127 мм за збільшення $1000\times$, відповідним номером зерна за шкалою та умовною класифікацією зерна наведено в таблиці 3.

Таблиця 3

Середня кількість пересічених зерен	Номер зерна	Величина зерна
Понад 15	Не менше ніж 11—13	Дуже дрібні
12—15	10	Дрібні
9—11	9	Середні
1—8	8—3	Великі

5.6 Метод вимірювання довжин хорд

5.6.1 Метод заснований на вимірюванні лінійних розмірів відрізків — хорд, що відсікаються у зернах прямими лініями, та застосовний для визначення величини зерна в різнозернистій структурі.

5.6.2 Вимірювання довжин хорд здійснюють:

— безпосередньо під мікроскопом за допомогою окуляра з лінійкою (метод рухомого шліфа) за однією або кількома лініями в довільному напрямку на шліфі;

— на мікрофотографії, при цьому дотримуються умов 5.5.2.

Вимірювання проводять не менше ніж у п'яти найбільш типових полях зору, при цьому в кожному полі зору проводять не менше трьох прямих у довільному напрямку.

Загальна кількість вимірів залежить від однорідності величини зерна, необхідної точності та достовірності результатів.

Наприклад, для прийнятої достовірності 90 % та похибки 10 % загальна кількість пересічених зерен має бути не менше ніж 250, за достовірності 90 % та похибки 5 % — не менше ніж 1 000.

5.6.3 Значення довжин хорд відносять до визначеної розмірної групи. Рекомендовано величину лінійних розмірів у групах подавати у вигляді геометричного ряду з коефіцієнтом 1,45. У цьому разі розмірні групи відповідають розмірам зерен — номерам (G) за середнім умовним діаметром.

Підраховують кількість довжин хорд кожного розміру за всіма лініями.

Визначають відносну частку зерен у відсотках з певною довжиною хорди за формулою:

$$\frac{l \cdot n}{\sum l_i \cdot n_i} \cdot 100 \%, \quad (12)$$

де l — довжина хорди, мм;

n — кількість зерен з довжиною хорди l ;

$\sum l_i \cdot n_i$ — загальна довжина хорд, мм.

$$\sum l_i \cdot n_i = l_1 \cdot n_1 + l_2 \cdot n_2 + l_3 \cdot n_3 \dots \quad (13)$$

Відповідно до законів математичної статистики можна також підрахувати такі параметри: середній умовний діаметр (середній розмір хорди $\bar{l}$), середньоквадратичний відхил від середнього (S), коефіцієнт варіації (δ) тощо. При цьому середній умовний діаметр не є характеристикою різнозернистої структури (5.3.6).

Приклад визначення величини зерна в різнозернистій структурі наведено в додатку Д.

5.7 Для визначення величини зерна готових виробів застосовують ультразвуковий метод. Суть методу, спосіб готування еталонних зразків, обладнання та методику контролювання наведено в додатку Е.

5.8 Результати виявлення та визначення величини зерна заносять у протокол за формою, наведеною в додатку Ж.

ДОДАТОК А (довідковий)

РЕАКТИВИ ДЛЯ ВИЯВЛЕННЯ ГРАНИЦЬ ЗЕРЕН У СТАЛЯХ ТА СПЛАВАХ МЕТОДОМ ТРАВЛЕННЯ

Таблиця А.1

Склад реактиву	Сфера застосування	Спосіб травлення
Насичений за кімнатної температури розчин пікринової кислоти з добавками (1—5) % поверхнево-активних речовин (ПАР)	Універсальна	Хімічне травлення
100 см ³ насиченого водного розчину пікринової кислоти, 6 крапель соляної концентрованої кислоти або 3 краплі концентрованої азотної кислоти, 2 см ³ ПАР (розчин відфільтрувати)	Універсальна	Хімічне травлення
100 см ³ насиченого водного розчину пікринової кислоти, 0,6 г хлористої міді, 0,1 % ПАР	Універсальна	Хімічне травлення
100 см ³ насиченого водного розчину пікринової кислоти, 1,6 г хлористої міді, 0,5 % ПАР	Універсальна	Хімічне травлення
(1—5) см ³ азотної кислоти, до 100 см ³ етилового спирту	Вуглецеві сталі	Хімічне травлення
(2—5) г пікринової кислоти, 100 см ³ етилового спирту	Вуглецеві сталі	Хімічне травлення
5 г пікринової кислоти, 100 см ³ етилового спирту, 0,5 % ПАР	Вуглецеві сталі	Хімічне травлення
2 г пікринової кислоти, (2—4) см ³ азотної кислоти, до 100 см ³ етилового спирту	Вуглецеві сталі	Хімічне травлення
(0,005—0,01) % повареної солі, (5—8) % синтолу, (2—4) % сульфоамідопарафіну, залишок — насичений водний розчин пікринової кислоти	Низько-, середньо- та високовуглецеві сталі	Хімічне травлення
(10—15) см ³ азотної кислоти, до 100 см ³ етилового спирту	Високолеговані, мартенситні та швидкорізальні сталі	Хімічне травлення від кількох секунд до (10—30) хв

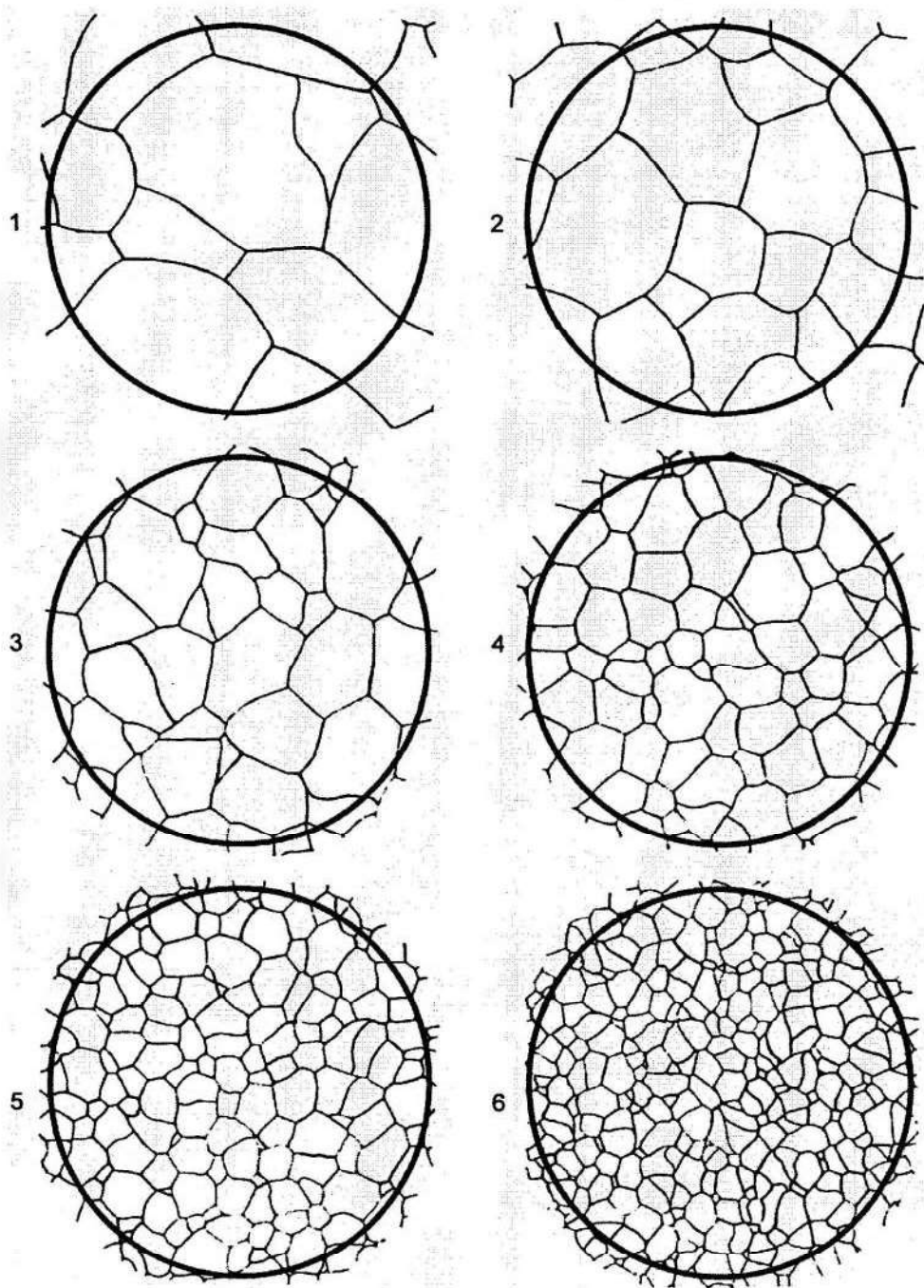
Кінець таблиці А.1

Склад реактиву	Сфера застосування	Спосіб травлення
20 см ³ соляної кислоти, 1 г хлористої міді, 65 см ³ етилового спирту, 15 см ³ дистильованої води	Швидкорізальні та високолеговані сталі	Хімічне травлення (2—10) хв
1,5 см ³ соляної кислоти, 1 г хлорного заліза, 100 см ³ етилового спирту	Вуглецеві, низьколеговані та швидкорізальні сталі	Хімічне травлення
50 см ³ соляної кислоти, 25 см ³ сірчаної кислоти, 10 г сірчанохлоридної міді, 50 см ³ води	Сталі аустенітного та мартенситно-аустенітного класу	Хімічне травлення. Змочування поверхні шліфа ватним тампоном
10 см ³ соляної кислоти, 3 см ³ азотної кислоти, 87 см ³ метилового спирту	Аустенітні, мартенситні та мартенситно-феритні та швидкорізальні сталі, сплави на нікелевій основі	Електролітичне травлення: $\tau = 10$ с $V = (5—12)$ В Хімічне травлення (2—5) хв
10 г щавлевої кислоти, 90 см ³ води	Мартенситні та неіржавкі сталі	Електролітичне травлення: $Q = \text{від } 0,4—0,8$ до $1,5 \text{ а/см}^2$ $\tau = (0,5—1,0)$ хв $t = 20^\circ\text{C}$
Концентрована азотна кислота	Неіржавкі сталі	Електролітичне травлення: $V = 20$ В за зворотної полярності
15 г сірчанохлоридного заліза, 85 см ³ води	Мартенситні сталі	$Q = (0,6—0,7) \text{ а/см}^2$ $\tau = 2$ хв $t = 20^\circ\text{C}$
3 г хлористого заліза, 10 см ³ соляної кислоти, 90 см ³ етилового спирту	Аустенітні сталі	Хімічне травлення
(60—90) см ³ азотної кислоти, (40—10) см ³ води	Аустенітні сталі	Електролітичне травлення: $\tau = (15—30)$ с $V = (20—30)$ В
20 г мідного купоросу, 100 см ³ соляної кислоти, 100 см ³ етилового спирту або води (розчин Марбле)	Сплави на нікелевій та залізонікелевій основі	Хімічне травлення, електролітичне травлення: $\tau = (10—15)$ с $V = (12—15)$ В

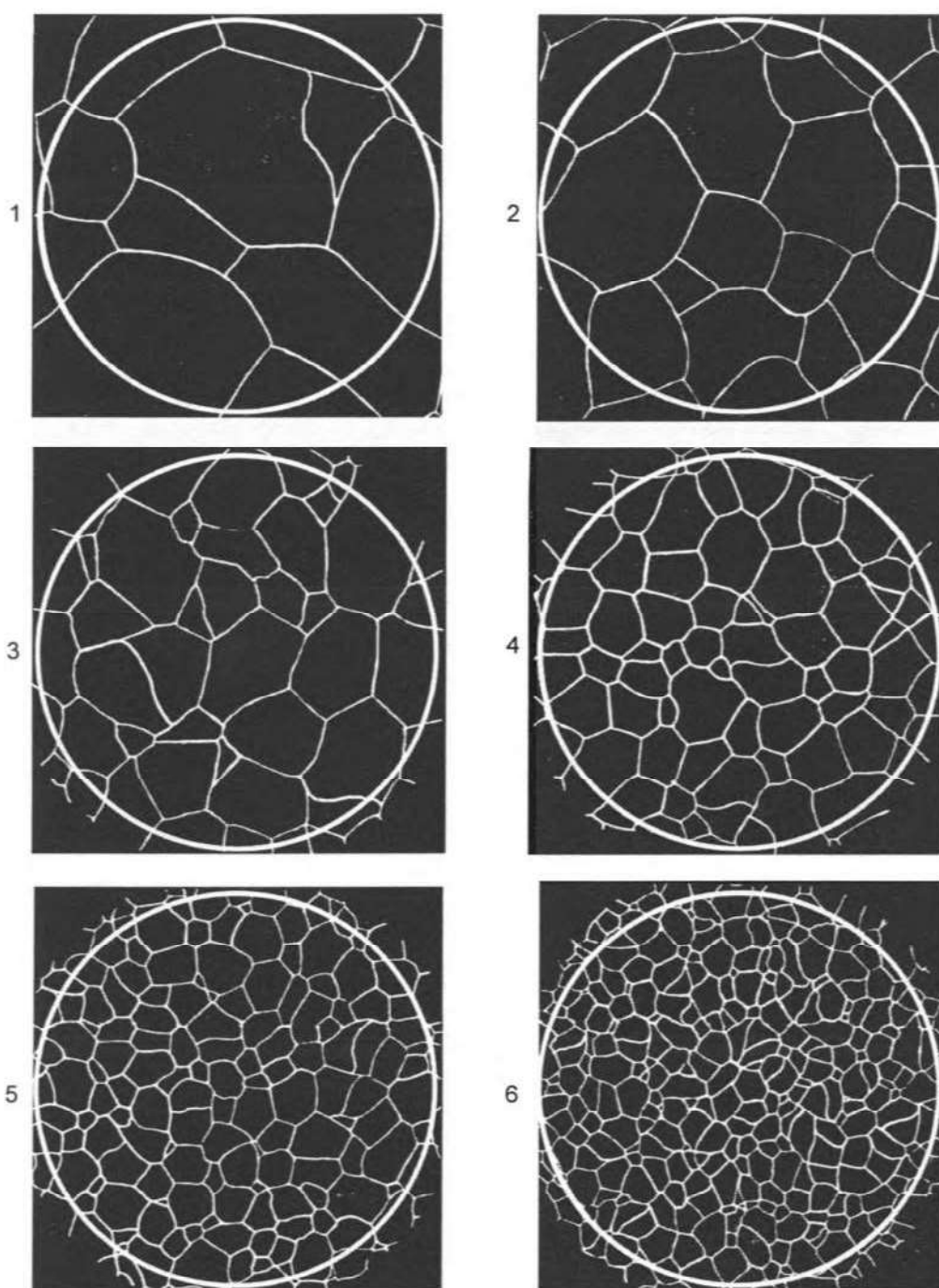
ДОДАТОК Б
(обов'язковий)

ШКАЛИ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ВЕЛИЧИНИ ЗЕРНА

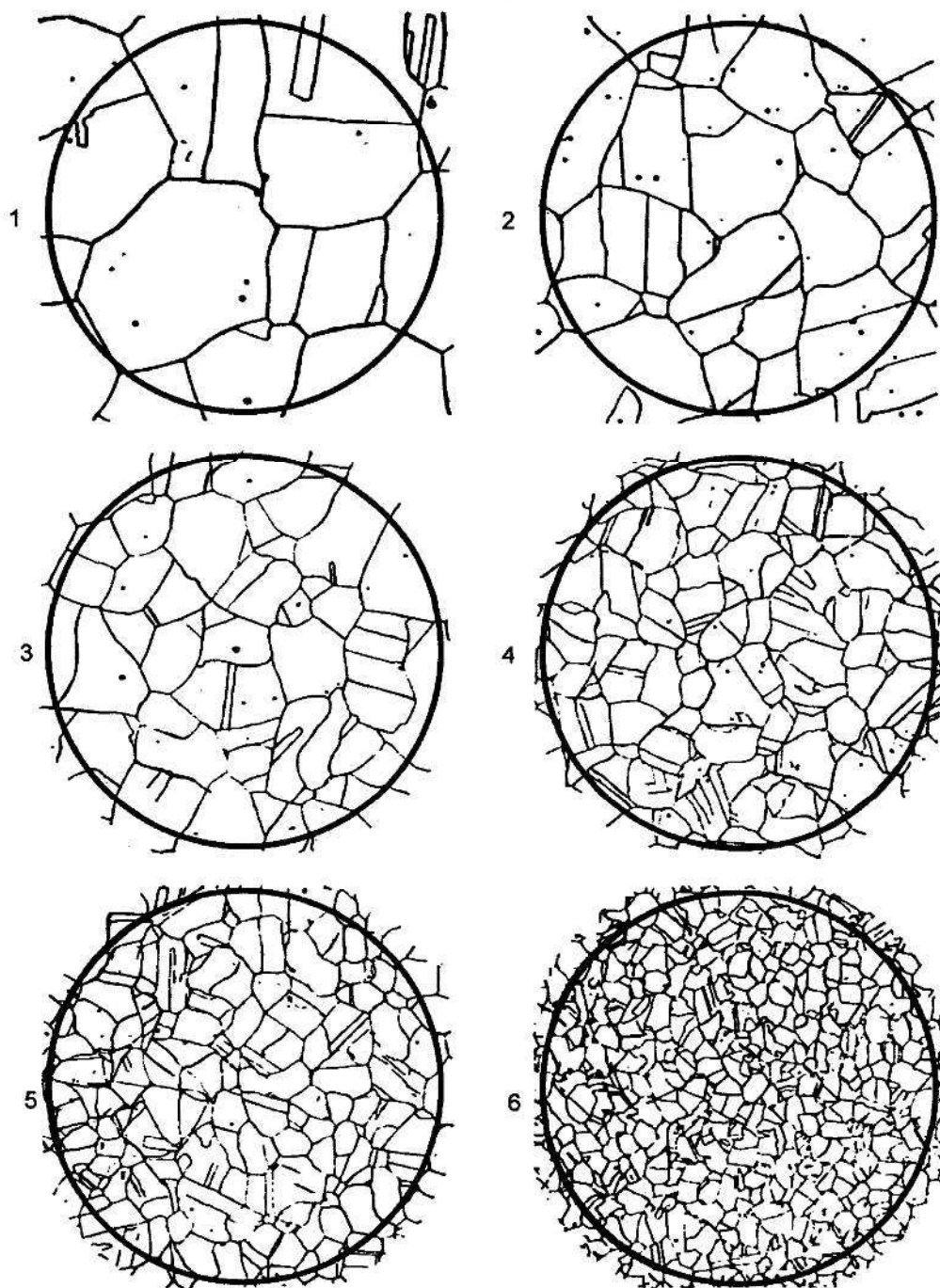
Збільшення 100^x. Шкала 1 (номери зерен 1—6)



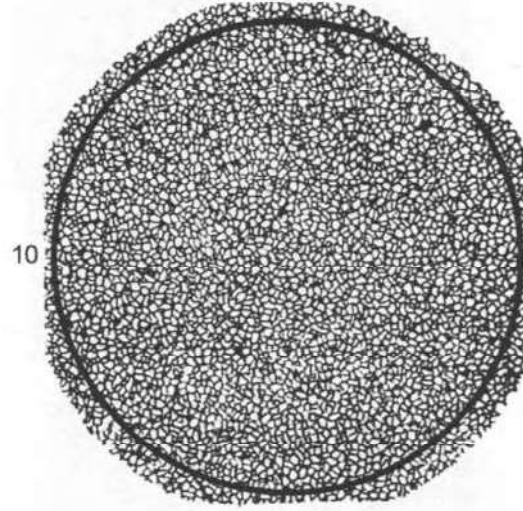
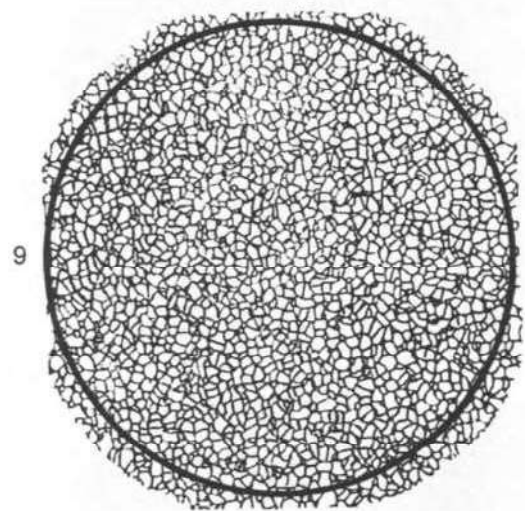
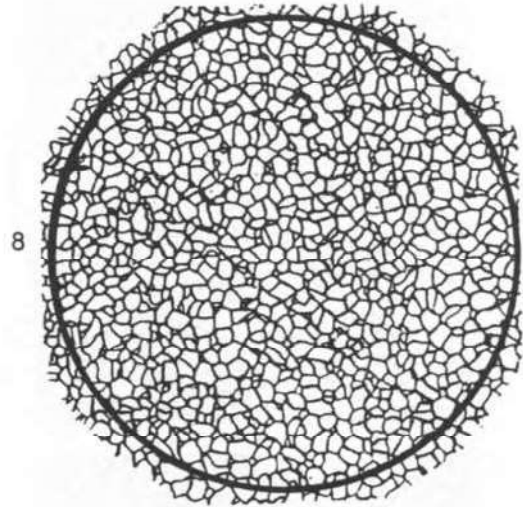
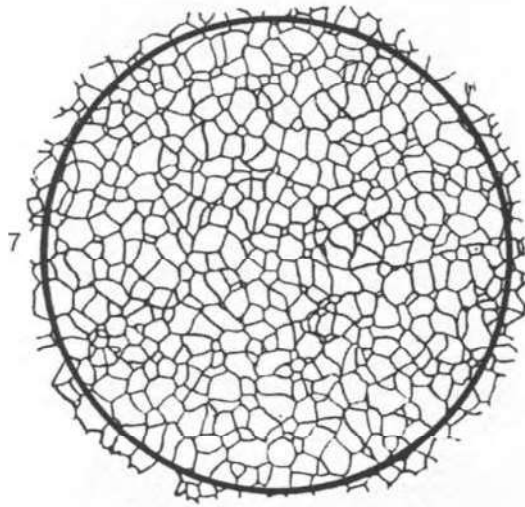
Шкала 2 (номери зерен 1—6)



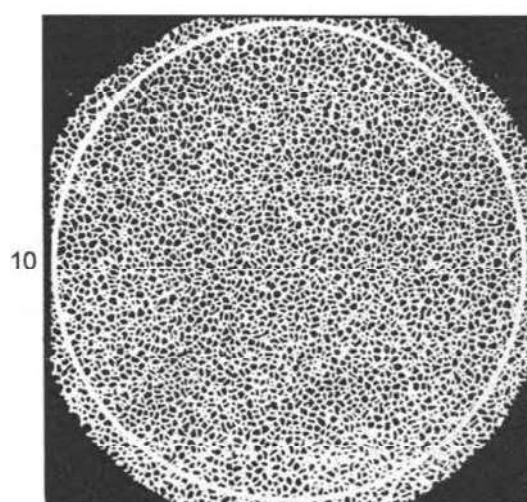
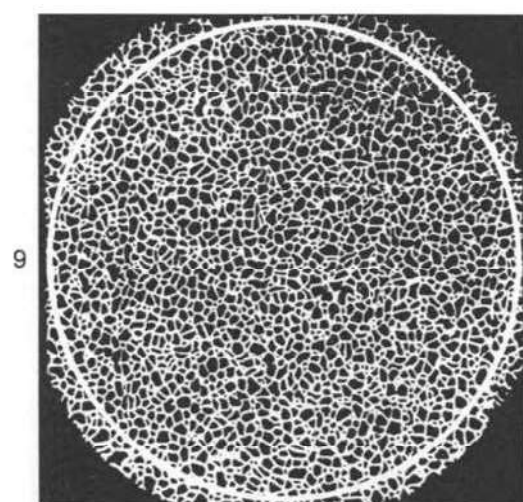
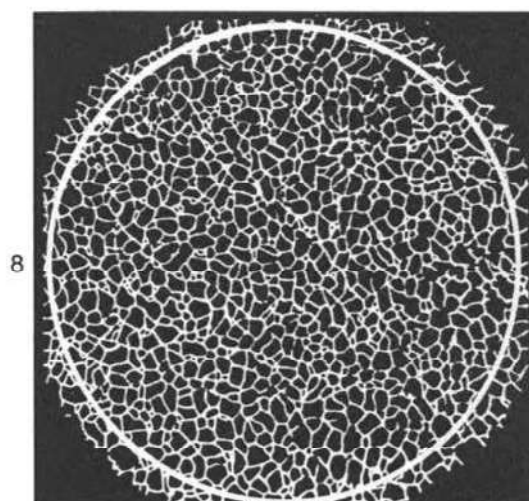
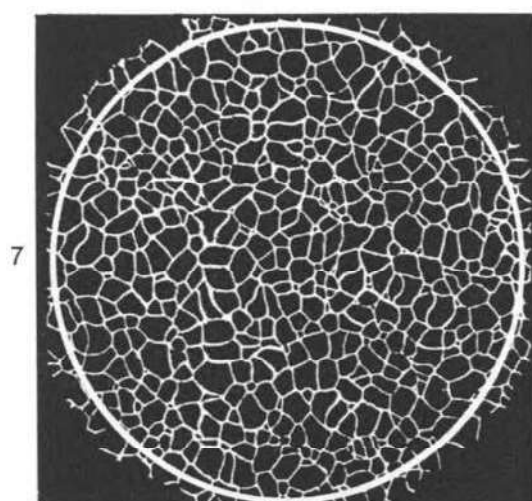
Шкала 3 (номери зерен 1—6)



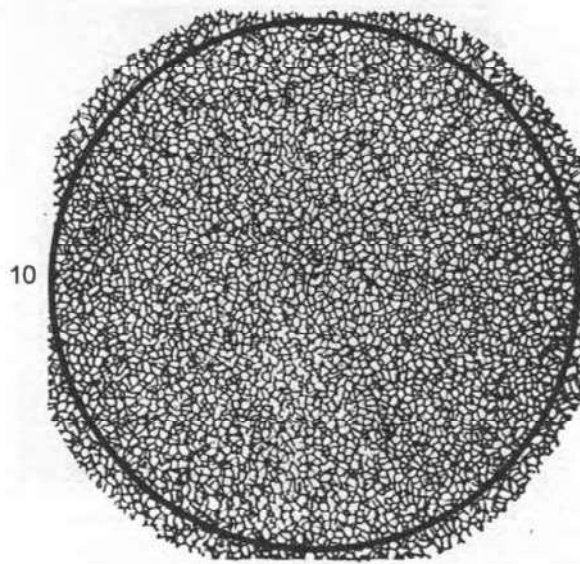
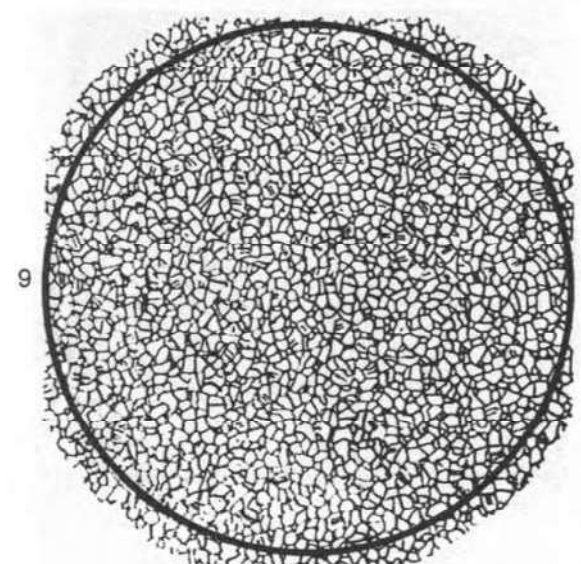
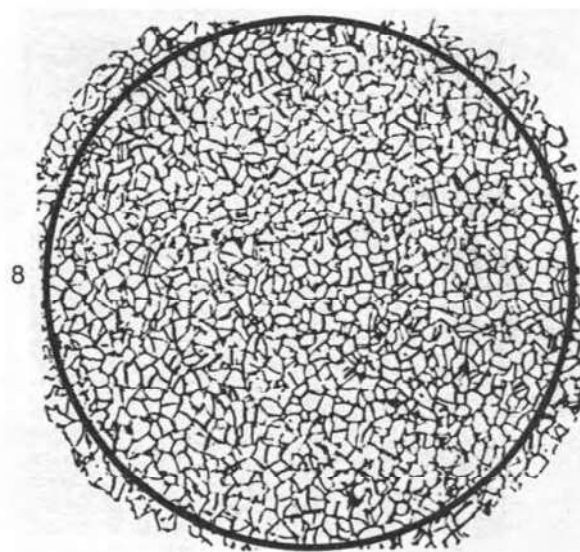
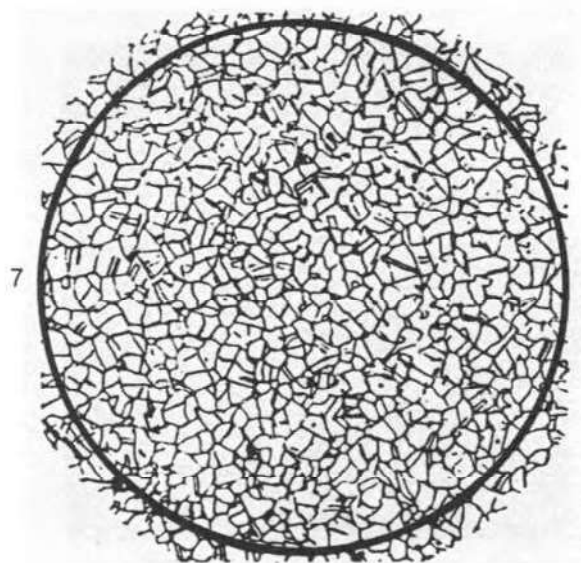
Шкала 1 (номери зерен 7—10)



Шкала 2 (номери зерен 7—10)

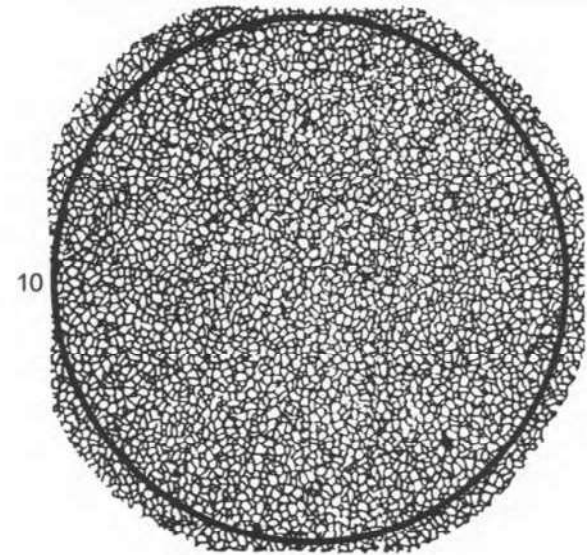
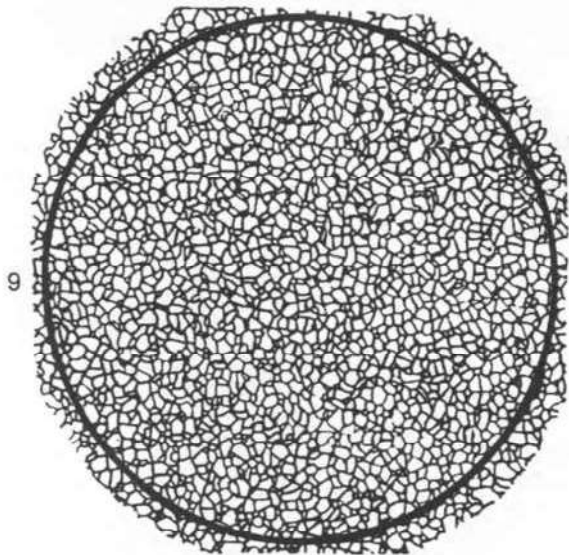
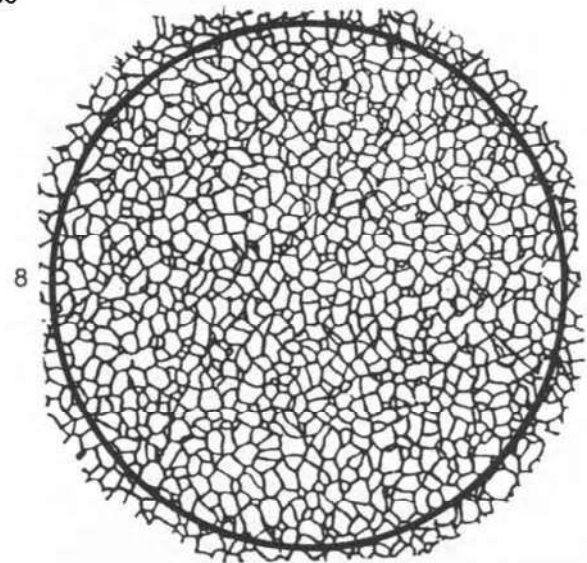
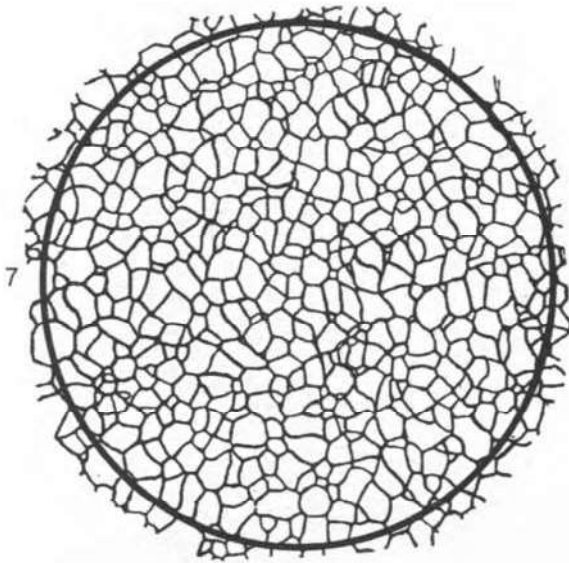


Шкала 3 (номери зерен 7—10)

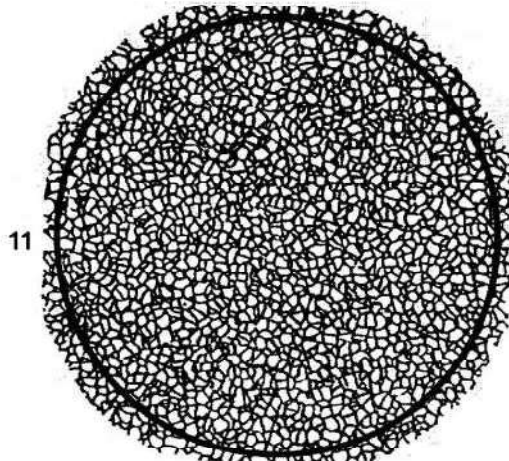
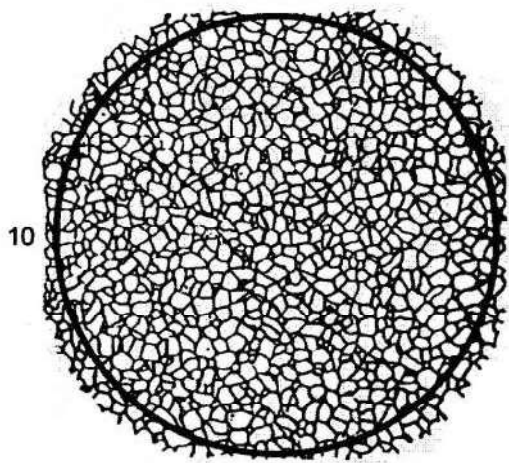
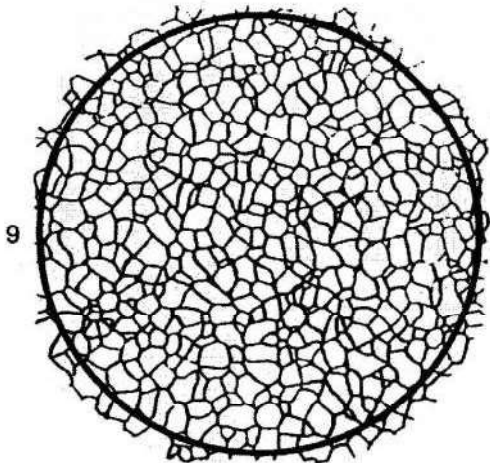
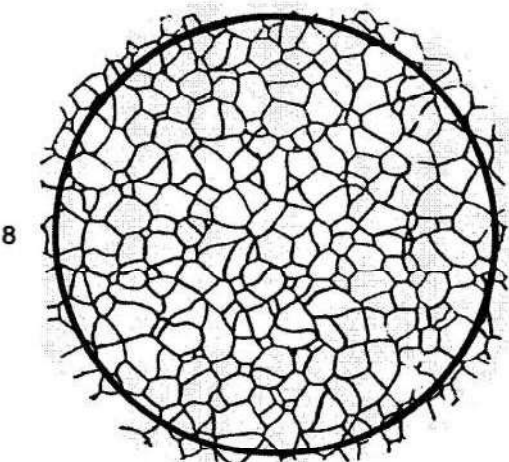
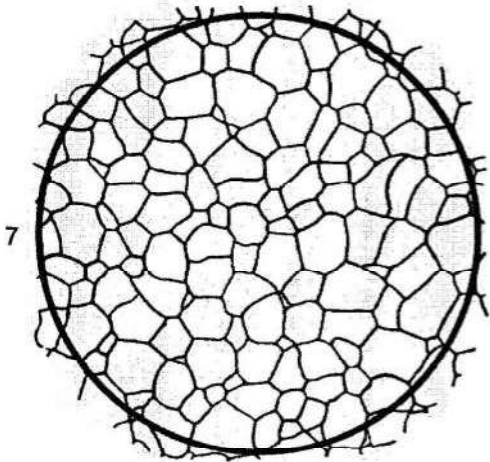


Додаткова шкала 1 для визначення величини дрібного зерна
(збільшення 100, 200, 400, 800)*

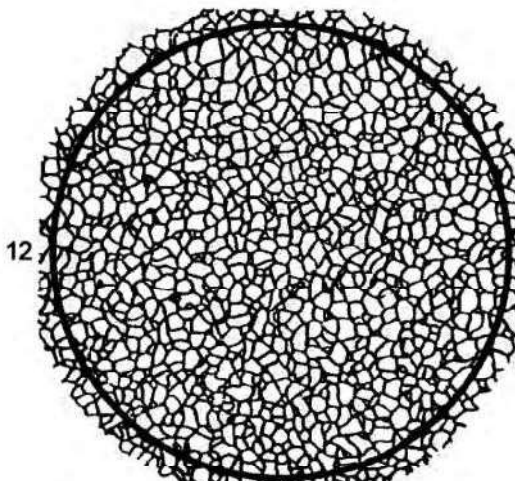
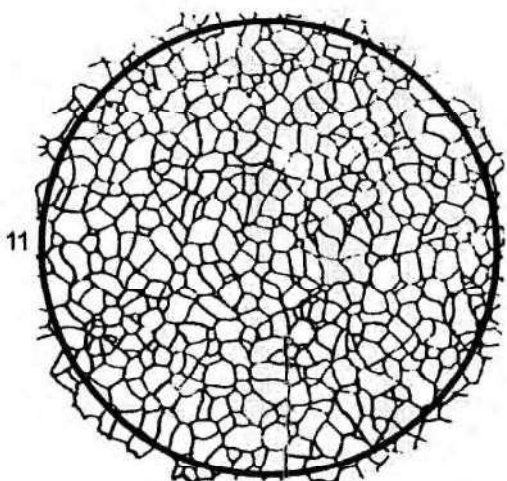
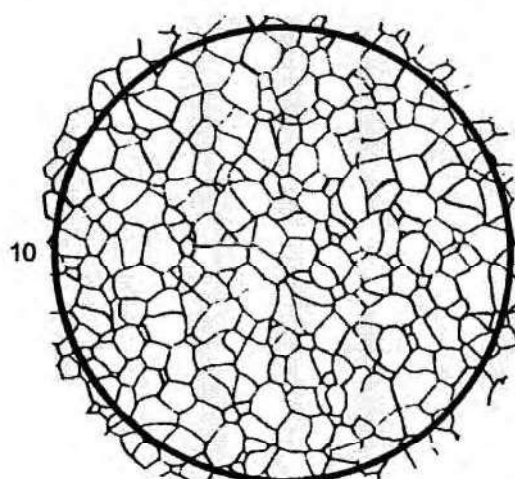
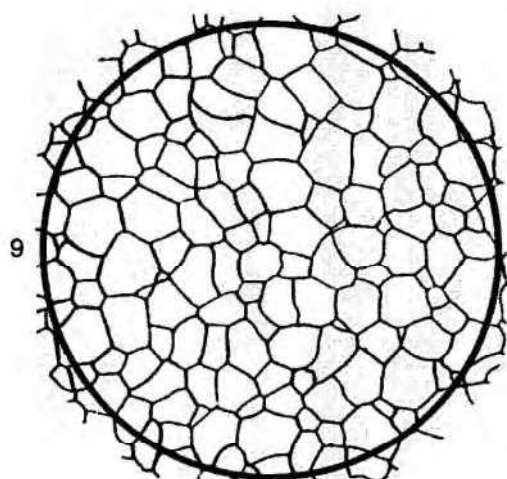
×100



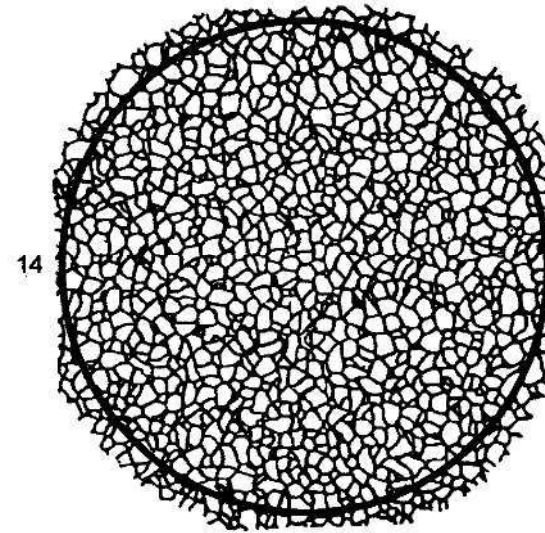
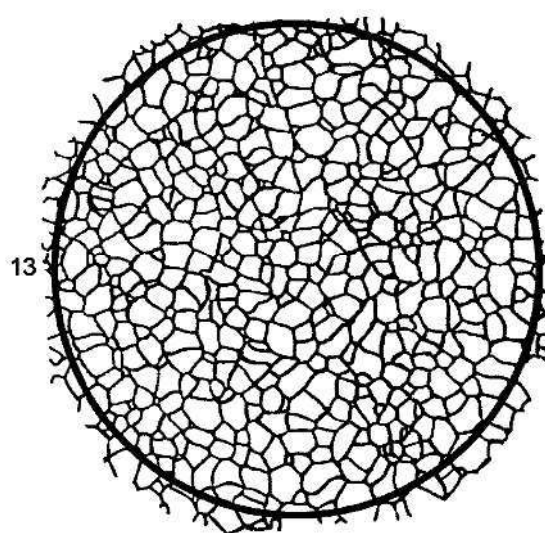
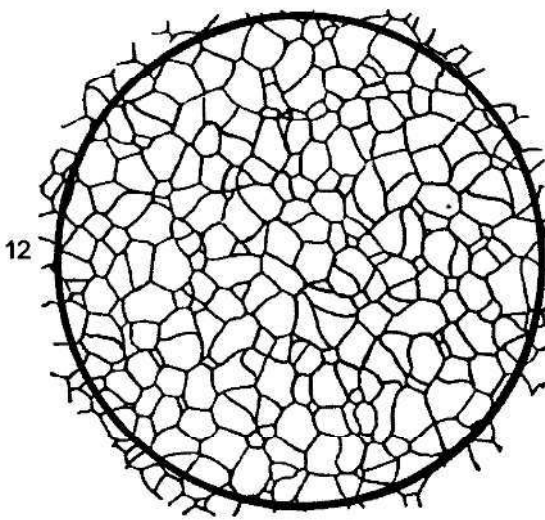
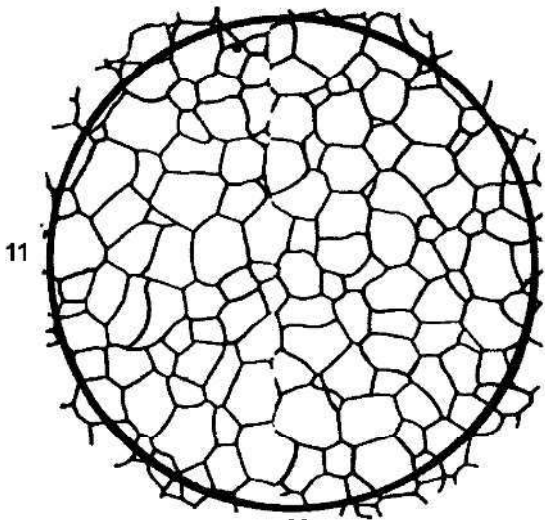
×200



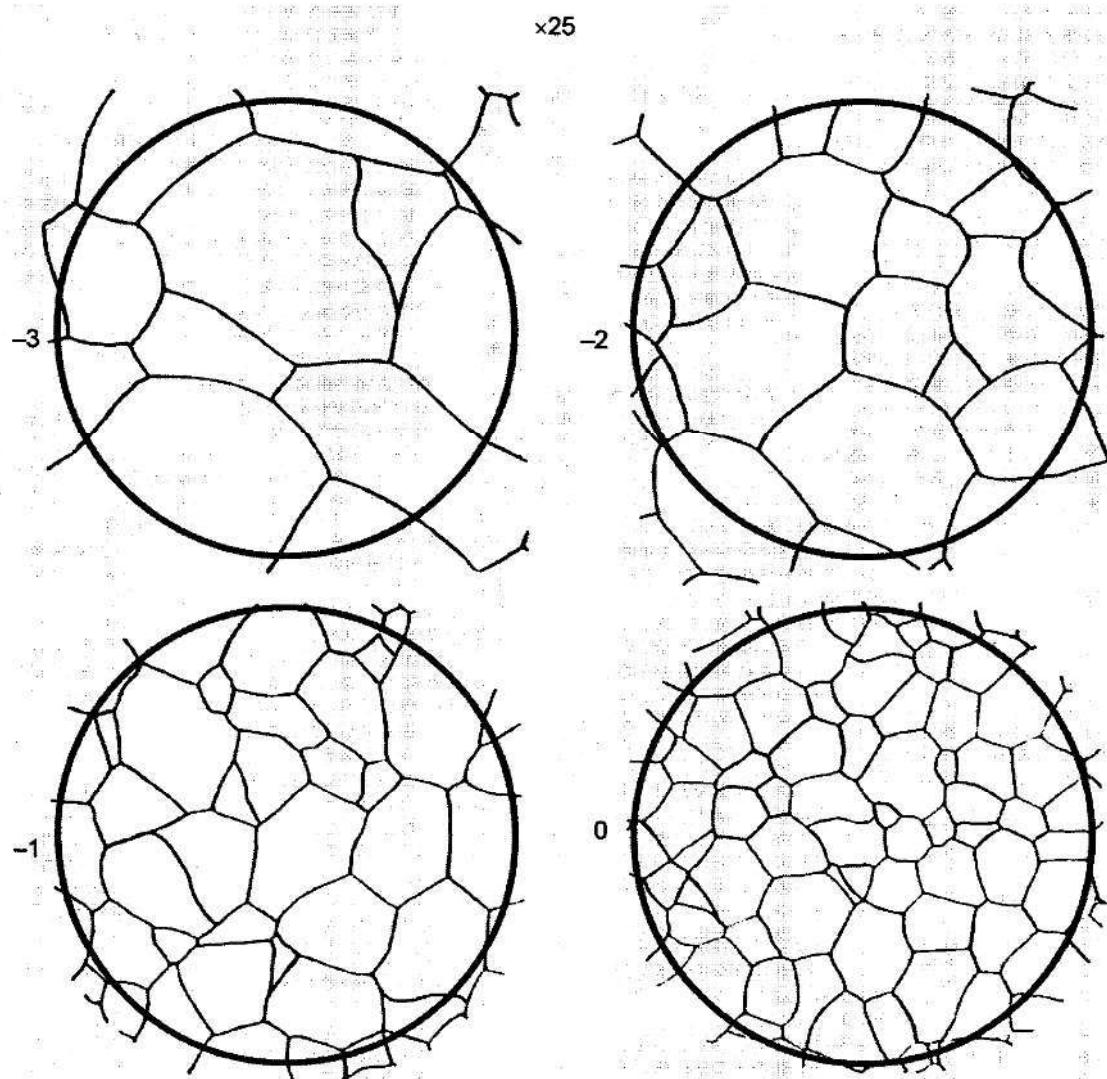
×400

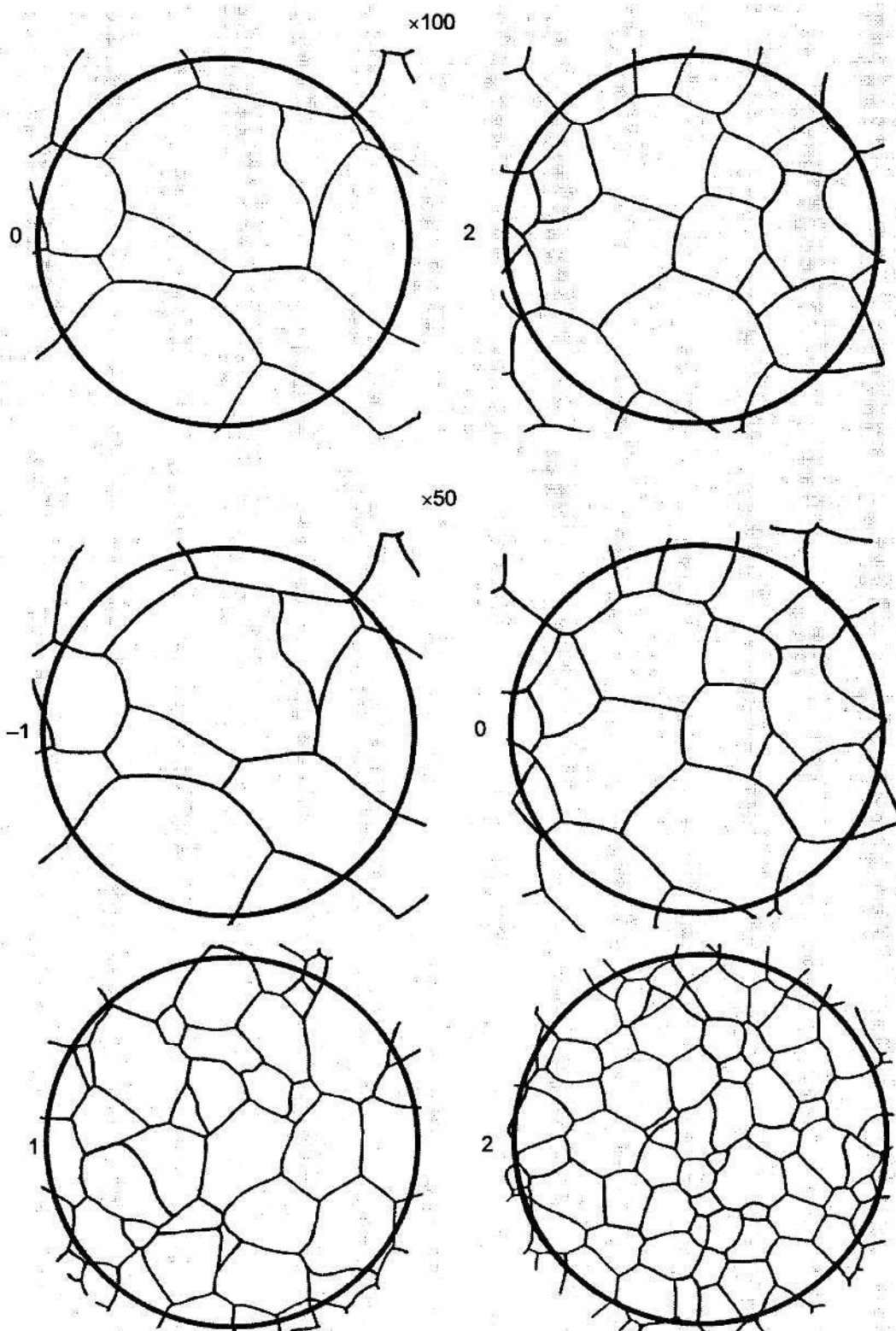


×800



Додаткова шкала 1 для визначення величини великого зерна
(збільшення 25, 100, 50^x)





ДОДАТОК В
(довідковий)

**ПРИКЛАД ПІДРАХУНКУ КІЛЬКОСТІ ЗЕРЕН НА ОДИНИЦЮ ПОВЕРХНІ ШЛІФА
ТА РОЗРАХУНКУ СЕРЕДНЬОЇ ПЛОЩІ ТА СЕРЕДНЬОГО ДІАМЕТРА**

На рисунку В.1 наведено одну з трьох найбільш характерних ділянок шліфа за збільшення 100^x.

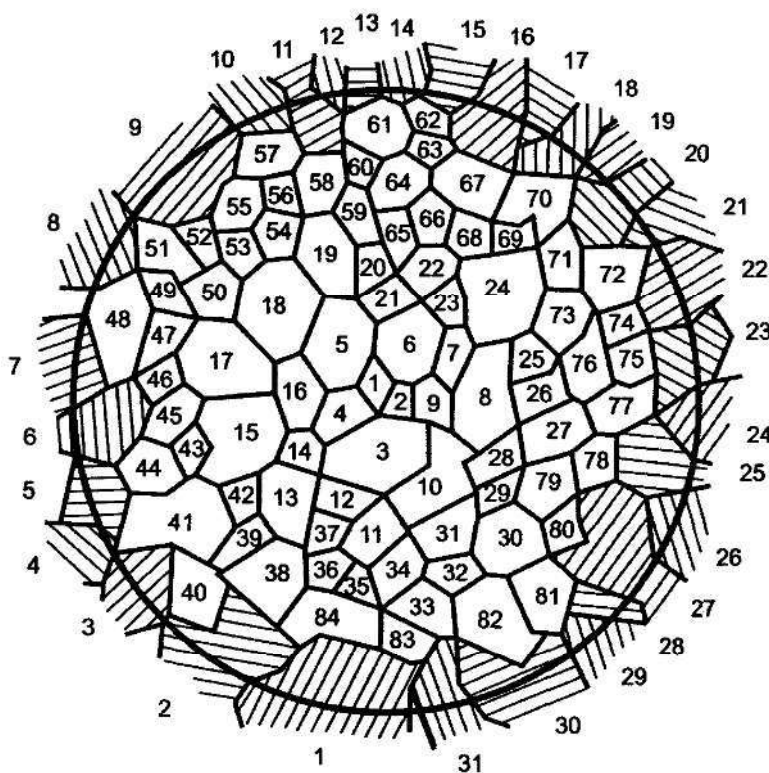


Рисунок В.1

Діаметр кола — 79,8 мм.

Площа на шліфі — 0,5 мм².

Запис результатів підрахунку кількості зерен у трьох найбільш характерних ділянках шліфа за збільшення 100^x наведено в таблиці В.1.

Таблиця В.1

Номер поля зору	Кількість зерен		Загальна кількість зерен на площі 0,5 мм ² , n_{100}	Кількість зерен на 1 мм ² , m	Середня площа зерна, α , мм ²	Середній діаметр, d_m , мм
	всередині кола, n_1	пересічених колом, n_2				
1	84	31	$84 + \frac{31}{2} = 99,5$	$2 \times 99,5 = 199$	$\frac{1}{199} = 0,0050$	$\frac{1}{\sqrt{199}} = 0,071$
2	86	32	$86 + \frac{32}{2} = 102$	$2 \times 102 = 204$	$\frac{1}{204} = 0,0049$	$\frac{1}{\sqrt{204}} = 0,069$
3	79	31	$79 + \frac{31}{2} = 94,5$	$2 \times 94,5 = 189$	$\frac{1}{189} = 0,0052$	$\frac{1}{\sqrt{189}} = 0,073$
				$m = 197$	$\alpha = 0,0051$	$d_m = 0,071$

ДОДАТОК Г
(довідковий)

ПРИКЛАД ПІДРАХУНКУ ПЕРЕТИНІВ ЗЕРЕН

Розрахунок середнього умовного діаметра (рівноосні зерна) надано в таблиці Г.1.

Таблиця Г.1

Кількість полів зору	Загальна довжина відрізків за $l \approx 0,6$ мм	Число перетинів у кожному полі зору на двох прямих					Загальна кількість перетинів	Середній умовний діаметр, d_L , мм	Номер зерна за шкалою G
		1	2	3	4	5			
5	$5 \times 2 \times 0,6 = 6,0$	35	37	39	37	41	188	$\frac{6,0}{188} = 0,0319$	7

Розрахунок кількості зерен на 1 мм^2 шліфа (нерівноосні зерна).

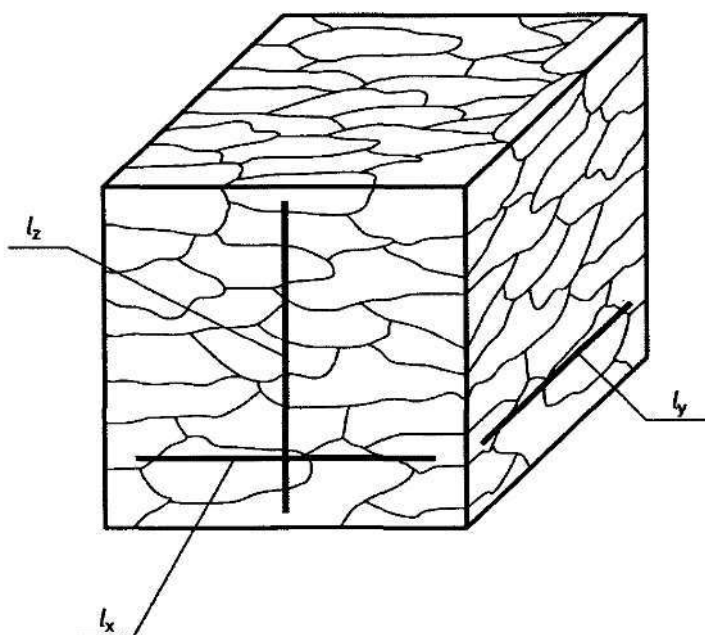


Рисунок Г.1

На рисунку Г.1 наведено схему проведення прямих ліній за трьома напрямками на двох шліфах.

Запис результатів підрахунку кількості перетинів зерен у п'яти найбільш характерних ділянках шліфа за збільшення $100\times$ (довжина ліній 50 мм, що відповідає довжині на шліфі 0,5 мм) наведено в таблиці Г.2.

Таблиця Г.2

Номер поля зору	Кількість перетинів границь на 1 мм			Кількість зерен в 1 мм^2 , N_V	Номер зерна, G
	N_x	N_y	N_z		
1	16	30	24	8064	—
2	14	28	22	6036,8	—
3	16	30	22	7392	—
4	14	26	20	5096	—
5	16	32	24	8601,6	—
Середнє з 5	15,2	29,2	22,4	6959,41	5

Примітка. Якщо підрахунок здійснюють за збільшення, яке відрізняється від $100\times$, довжину відрізків поділяють на застосоване збільшення, решту розрахунку здійснюють як для збільшення $100\times$.

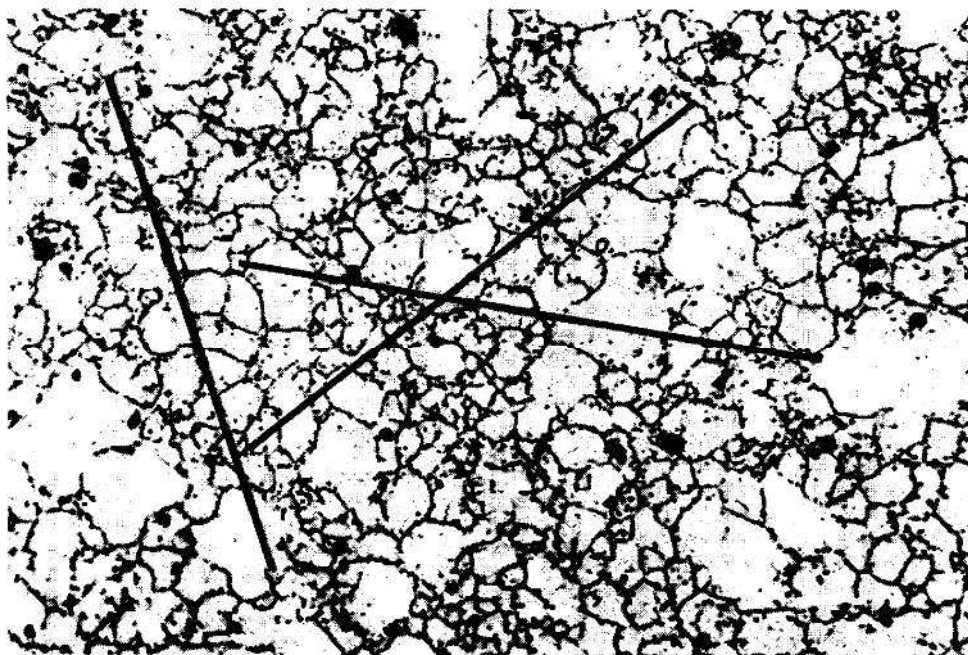
ДОДАТОК Д
(довідковий)ПРИКЛАД ОЦІНЮВАННЯ ЗЕРЕН У РІЗНОЗЕРНИСТІЙ СТРУКТУРІ
МЕТОДОМ ВИМІРЮВАННЯ ДОВЖИН ХОРД

Рисунок Д.1

На рисунку Д.1 за збільшення 400^x наведено одну з п'яти мікрофотографій з проведеними на ній довільно трьома відрізками прямих, кожний завдовжки приблизно 60 мм, так, щоб кінці відрізків закінчувалися на границях зерен. Усього на п'яти фотографіях проведено 15 відрізків із сумарною довжиною приблизно 900 мм.

Протяжність та кількість ліній у п'яти полях зору обрано з урахуванням перетинів приблизно 250 зерен. Результати вимірювання наведено в таблиці Д.1.

Таблиця Д.1

Номер розмірної групи	Граничні розміри в групах 400 ^х , мм	Дієсний розмір, мм	Довжина вимірних хорд l_i , мм	Кількість хорд певного розміру, n_i	$l_i - n_i$ за кожним розміром, мм	$l_i - n_i$ за кожною розмірною групою, мм	Відносна частка довжин хорд, яку займає ця розмірна група, $\frac{l_i \cdot n_i}{\sum l_i \cdot n_i}, \%$
1	1,00—1,45	0,0025—0,0036	1,0 1,5 2,0	25 23 35	25,0 34,5 70,0	25	2,73
2	1,45—2,10	0,0036—0,0052	2,5 3,0	21 42	52,5 126	104,5	11,40
3	2,10—3,05	0,0052—0,0076	3,5 4,0	15 14	52,5 56,0	178,5	19,47
4	3,05—4,42	0,0076—0,0110	4,5 5,0 5,5 6,0	6 22 1 13	27,0 110,0 5,5 78,0	108,5	11,83
5	4,42—6,40	0,0110—0,0160	6,5 7,0 7,5 8,0 8,5 9,0	2 4 3 4 1 5	13,0 28,0 22,5 32,0 8,5 45,0	220,5	24,05
6	6,40—9,28	0,0160—0,0232				149	16,25

Кінець таблиці Д.1

Номер розмірної групи	Граничні розміри в групах 400°, мм	Діагональний розмір, мм	Довжина вимірних хорд l_i , мм	Кількість хорд певного розміру, n_i	$l_i - n_i$ за кожним розміром, мм	$l_i - n_i$ за кожною розмірною групою, мм	Відносна частка довжин хорд, яку займає ця розмірна група, $\frac{l_i \cdot n_i}{\sum l_i \cdot n_i}, \%$
7	9,28—13,46	0,0232—0,0336	9,5	—	—	79,5	8,67
			10,0	2	20,0		
			10,5	—	—		
			11,0	1	11,0		
			11,5	1	11,5		
			12,0	2	24,0		
			12,5	—	—		
			13,0	1	13,0		
			14,5	1	14,5		
			18,0	1	18,0		
			19,0	1	19,0		
				$\Sigma 246$	$\Sigma 917,0$	$\Sigma 917,0$	$\Sigma 100$
8	13,46—19,52	0,0336—0,0488					

З наведених даних виходить, що в структурі досліджуваного металу наявні зерна з розміром хорд від 0,0036 мм до 0,0232 мм. При цьому найбільша кількість зерен (з урахуванням сусідніх груп) припадає на дві розмірні групи: (0,0110—0,0160) мм (G9) та (0,0052—0,0076) мм (G11). Отримані результати застосовують для визначення середньоквадратичного відхилення (S) від розміру середньої хорди та коефіцієнта варіації (δ), які обчислюють за формулою:

$$S = \sqrt{\frac{1}{\sum n - 1} \sum n (l - \bar{l})^2}, \quad (\text{Д.1})$$

де n — загальна кількість усіх вимірених хорд, що дорівнює $\sum n$;
 $\bar{l}$ — середня довжина хорди, яку обчислюють за формулою:

$$\bar{l} = \frac{\sum l_i \cdot n_i}{\sum n_i}. \quad (\text{Д.2})$$

Коефіцієнт варіації обчислюють за формулою:

$$\delta = \frac{S}{\bar{l}}. \quad (\text{Д.3})$$

ДОДАТОК Е
(довідковий)**УЛЬТРАЗВУКОВИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ ВЕЛИЧИНИ ЗЕРНА**

Е.1 Ультразвуковий метод, застосовний для визначення середньої величини зерна, засновано на залежності загасання ультразвукових коливань у полікристалічному матеріалі від розміру зерна.

Е.2 Визначення величини зерна здійснюють у релеївській зоні розсіювання ультразвуку.

Е.3 Частоту ультразвукових коливань обирають відповідно до умов формули:

$$4 \leq \frac{\lambda}{d} \leq 15, \quad (\text{Е.1})$$

де λ — довжина хвилі ультразвукових коливань в матеріалі, мм;
 d — середній діаметр зерна, мм.

Е.4 Для визначення величини зерна застосовують ультразвукові структурні аналізатори, а також ультразвукові дефектоскопи.

Е.5 Величину зерна визначають за коефіцієнтом загасання ехоімпульсним методом згідно з ГОСТ 21120 або відносним методом.

Е.6 Для визначення величини зерна ультразвуковим методом попередньо встановлюють залежність загасання ультразвукових коливань від величини зерна на випробних зразках.

Е.7 Випробні зразки треба виготовляти на гранично допустимі номери зерна згідно з додатком Б і таблицею 1.

Випробні зразки треба виготовляти на кожен марку сталі або сплаву, які піддають контролю ультразвуковим методом. Вони мають бути тієї самої довжини (або діаметра) та такої самої чистоти поверхні, що й контрольований метал.

Е.8 Шорсткість R_a контактної поверхні має бути не більше ніж 2,5 мкм згідно з чинним нормативним документом.