ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

ЦВЕТНЫЕ МЕТАЛЛЫ

Методы анализа
Общие требования

Издание официальное

Москва
ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
2002

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.2/.8:006.354

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Цветные металлы. Методы анализа. Общие требования» содержит стандарты, утвержденные до 1 апреля 2002 г.

В стандарты внесены изменения, принятые до указанной даты.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в ежемесячном информационном указателе «Государственные стандарты».

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Группа В09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕТАЛЛЫ ЦВЕТНЫЕ

Определение величины зерна. Общие требования

ГОСТ 21073.0—75

Non-ferrous metals. Determination of grain Size. General requirements

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 15 августа 1975 г. № 2164 срок введения установлен

с 01.07.76

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

1. Настоящий стандарт распространяется на цветные металлы и сплавы и устанавливает общие требования к металлографическим методам определения величины зерна:

методу сравнения с контрольной шкалой (ГОСТ 21073.1—75);

методу подсчета зерен (ГОСТ 21073.2—75);

методу подсчета пересечений зерен (ГОСТ 21073.3—75);

планиметрическому методу (ГОСТ 21073.4—75).

Указанными методами определяют величину зерна отливок и прокатно-тянутых полуфабрикатов из цветных металлов и однофазных сплавов, а также многофазных сплавов, если количество основной фазы более 90 %.

Методы, перечисленные в настоящем стандарте, не следует применять для определения величины зерна металлов и сплавов в сильно деформированном состоянии, в котором плохо видны границы зерен, а также в неполностью рекристаллизованном состоянии.

Применение указанных методов регламентируется соответствующими стандартами на металлопродукцию.

При отсутствии в стандарте на металлопродукцию указания на конкретный метод определения величины зерна применяют метод сравнения с контрольной шкалой (ГОСТ 21073.1—75).

Стандарт соответствует СТ СЭВ 1959—79 в части обозначения и определения, сущности метода, образцов и подготовки к проведению определения.

2. При определении величины зерна применяют следующие термины и определения:

зерно — единичный кристалл, поликристаллического конгломерата, отличающийся определенной кристаллографической ориентировкой и отделенный от других зерен границей зерна.

Кристалл с двойниковыми образованиями рассматривают как одно зерно;

величина зерна — размерная характеристика зерна на плоскости металлографического шлифа. Величину зерна характеризуют следующие показатели:

M — номер микроструктуры (ГОСТ 21073.1—75),

m — число зерен, приходящихся на 1 мм^2 площади шлифа (ГОСТ 21073.2—75 или ГОСТ 21073.4—75),

d_m — средний диаметр зерна, мм (ГОСТ 21073.1—75, ГОСТ 21073.2—75 или ГОСТ 21073.4—75),

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1983 г. (ИУС 3—84).

$\overline{L}$ — средний условный размер зерна, мм (ГОСТ 21073.1—75, ГОСТ 21073.3—75).

a – средняя величина площади зерна на шлифе, мм² (ГОСТ 21073.1—75, ГОСТ 21073.2—75, ГОСТ 21073.4—75);

равномерность величины зерна — характеристика количества и размеров зерен, величина которых отличается от средней величины зерна. Равномерность величины зерна характеризуют следующие показатели:

$d_{m\,\text{min}}$, $d_{m\,\text{max}}$ — минимальный и максимальный диаметр зерен, из множества единичных измерений, мм,

$\overline{L}_{\text{min}}$, $\overline{L}_{\text{max}}$ — минимальный и максимальный условный размер зерен из множества единичных измерений, мм,

a_{min}, a_{max} — минимальная и максимальная величина площади зерна на шлифе из множества единичных измерений, мм²,

σ_{d_m} или $\sigma_{\overline{L}}$ — среднеквадратическое отклонение единичных измерений величины зерна, мм,

σ_a — среднеквадратическое отклонение единичных измерений величины площади зерна, мм².

Примечание. Рекомендуемая методика определения минимальных и максимальных величин и среднеквадратических отклонений приведена в приложении 1;

типичное место – место на поверхности шлифа, предназначенное для определения величины зерна; структура типичного места визуально не отличается от структуры большей части поверхности шлифа и является характерной для данного шлифа;

контрольная площадь подсчета — площадь, ограниченная кругом, квадратом или прямоугольником, предназначенная для определения величины зерна методом подсчета зерен по ГОСТ 21073.2—75;

единичное измерение (диаметра, условного размера, площади зерна) – результат одного подсчета по одной контрольной площади подсчета (ГОСТ 21073.2—75), по одной секущей (ГОСТ 21073.3—75) или по одной планиметрируемой площади (ГОСТ 21073.4—75).

3. При определении величины зерна применяют обозначения, указанные в табл. 1.

Таблица 1

Обозначения и единица измерения	Определение	Примечание
a, мм²	Средняя величина площади сечения зерна на шлифе	$a = \frac{1}{m}$
a_{min}, a_{max}, мм²	Минимальная и максимальная величины площади зерна на шлифе из множества единичных измерений	
D, мм	Диаметр контрольный площади подсчета в виде круга (ГОСТ 21073.2—75)	Рекомендуемый диаметр при 100-кратном увеличении: 79,8 мм
d_m, мм	Средний диаметр зерна	$d_m = \frac{1}{\sqrt{m}}$
$d_{m\,\text{min}}$, $d_{m\,\text{max}}$, мм	Минимальный и максимальный диаметры зерна из множества единичных измерений	
f	Коэффициент, применяемый для подсчета числа зерен на 1 мм² площади шлифа при определении величины зерна по ГОСТ 21073.2—75	$f = 2\left(\frac{g}{100}\right)^2$
G	Номер микроструктуры на контрольной шкале при 100-кратном увеличении по ГОСТ 21073.2—75	$G = M + K$
g	Линейное увеличение микроскопа, применяемое при определении величины зерна	Рекомендуемое увеличение — 100-кратное
K	Коэффициент, применяемый при пересчете номера микроструктуры (ГОСТ 21073.1—75), если применяется увеличение g, отличное от 100-кратного	$K = 6{,}64 \cdot \ln\frac{g}{100}$

Продолжение

Обозначения и единица измерения	Определение	Примечание
L, мм	Длина секущей в плоскости шлифа, при определении величины зерна методом пересечений (ГОСТ 21073.3—75)	
$\overline{L}$, мм	Средний условный размер зерна на шлифе	$\overline{L} = \frac{L}{N} = \frac{1}{N_L}$
L_{min}, L_{max}, мм	Минимальный и максимальный условные размеры зерна на шлифе из множества единичных измерений	
M	Номер микроструктуры на контрольной шкале, определенный при увеличении g (ГОСТ 21073.1—75)	
m	Число зерен, приходящихся на 1 мм^2 площади шлифа	$m=2n_{100}$ (при 100-кратном увеличении); $m = 2\left(\frac{g}{100}\right)^2$ (при увеличении g)
$\overline{N}$	Число границ зерен, пересеченных секущей при определении величины зерна по ГОСТ 21073.3—75	
$\overline{N}_L$	Среднее количество границ зерен, пересеченных секущей длиной L, приходящееся на единицу длины	$\overline{N}_L = \frac{\overline{N}}{L}$
N_v	Количество зерен в 1 мм^3 объема образца	Приблизительно $N_v = 0{,}7 \cdot N_x N_y N_z$
N_x	Количество зерен на 1 мм длины в продольном направлении	
N_y	Количество зерен на 1 мм длины в поперечном направлении	
N_z	Количество зерен на 1 мм длины в перпендикулярном направлении	
n	Число зерен, находящихся в планиметрируемой площади (ГОСТ 21073.4—75)	
n_1	Число целых зерен, находящихся внутри контрольной площадки подсчета и не пересекаемых контуром контрольной площади подсчета (ГОСТ 21073.2—75)	
n_2	Число зерен, пересекаемых контуром контрольной площади подсчета (ГОСТ 21073.2—75)	
n_{100}	Общее число зерен на контрольной площади подсчета (ГОСТ 21073.2—75) при 100-кратном увеличении	$n_{100} = n_1 + Zn_2$ (круг), $n_{100} = n_1 + \frac{n_2}{2} + 1$ (квадрат или прямоугольник)
n_g	Общее число зерен на контрольной площади подсчета (ГОСТ 21073.2—75) при увеличении g	$n_g = n_1 + Zn_2$ (круг), $n_g = n_1 + \frac{n_2}{2} + 1$ (квадрат или прямоугольник)
S_k, мм	Величина контрольной площади подсчета или планиметрируемой площади на шлифе (ГОСТ 21073.2—75 или ГОСТ 21073.4—75)	

Продолжение

Обозначения и единица измерения	Определение	Примечание
Z	Коэффициент, учитывающий долю количества зерен, рассекаемых границей контрольной площади подсчета в виде круга (ГОСТ 21073.2—75)	$Z = 0{,}5 - \frac{d_m}{D}$
σ_a, мм^2	Среднее квадратическое отклонение единичных измерений площади зерна на шлифе из множества единичных измерений	
σ_{d_m}, мм^2	Среднее квадратическое отклонение единичных измерений диаметра зерна на шлифе из множества единичных измерений	
$\sigma_{\overline{L}}$, мм	Среднее квадратическое отклонение единичных измерений условного размера зерна на шлифе из множества единичных измерений	

1—3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. Минимальные и максимальные величины и среднеквадратичные отклонения определяются не менее чем из 15 единичных измерений.

Примечание. Для более точного определения среднеквадратичных отклонений число единичных измерений должно определяться по методике, приведенной в приложении 2.

5. Методы отбора образцов должны удовлетворять следующим требованиям.

5.1. Расположение плоскости шлифа, места отбора образцов, число образцов, размеры и условия обработки (при необходимости) устанавливаются соответствующими стандартами на металлопродукцию.

5.2. Размеры образцов должны быть достаточными для изготовления шлифа площадью не менее 1 см^2.

Если размер изделия не позволяет изготовить шлиф площадью 1 см^2, а толщина изделия менее 10 мм, допускается проводить измерения на шлифе площадью менее 1 см^2 при обеспечении необходимого количества мест измерения и зерен в поле зрения.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3. Травление шлифов производят реактивами, которые выявляют границы или окрашивают зерна в разные тона или цвета.

Рекомендуемые реактивы и способы травления указаны в приложении 3.

6. В протоколе следует указывать:

марку испытываемого металла;

примененный метод;

результат определения (в зависимости от цели определения, номер микроструктуры, число зерен на 1 мм^2 площади шлифа, средний диаметр зерна, средний условный размер зерна, среднюю величину площади зерна на шлифе);

обозначение настоящего стандарта.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Рекомендуемое

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАКСИМАЛЬНЫХ И МИНИМАЛЬНЫХ ВЕЛИЧИН И СРЕДНЕКВАДРАТИЧЕСКИХ ОТКЛОНЕНИЙ

1. Определение максимальной и минимальной величины

Максимальная величина определяется как наибольшее из сделанных единичных измерений величины зерна конкретного вида металлопродукции.

Минимальная величина определяется как наименьшее из сделанных единичных измерений величины зерна конкретного вида металлопродукции.

Для повышения точности определения рекомендуется пользоваться методами исключения грубых ошибок по ГОСТ 12.1.044—89.

2. Подсчет среднеквадратических отклонений

Среднеквадратическим отклонением измеряемых величин X_1, X_2,..., X_μ от их среднего значения $\overline{X}$ является величина σ, вычисляемая по формуле

$$\sigma = \sqrt{\frac{(X_1-\overline{X})^2+...+(X_\mu-\overline{X})^2}{\mu}} = \sqrt{\frac{1}{\mu}\cdot\sum_{i=1}^{i=\mu}(X_i-\overline{X})^2},$$

где μ — число измерений.

Среднее значение $\overline{X}$ измеряемых величин X_1, X_2,..., X_μ вычисляют по формуле

$$\overline{X} = \frac{X_1+X_2+...+X_\mu}{\mu} = \frac{1}{\mu}\cdot\sum_{i=1}^{i=\mu}\cdot X_i.$$

Если максимальная величина отклонения от среднего не превосходит утроенного среднеквадратического отклонения (т. е. если распределение величин нормальное), то можно пользоваться формулой

$$\sigma = \sqrt{\frac{\pi}{2}}\cdot\rho = 1{,}253\cdot\rho,$$

где ρ — среднее отклонение измеряемых величин X_1, X_2,..., X_μ от их среднего значения X, вычисляемое по формуле

$$\rho = \frac{(X_1-\overline{X})+...+(X_\mu-\overline{X})}{\mu} = \frac{1}{\mu}\cdot\sum_{i=1}^{i=\mu}(X_i-\overline{X}).$$

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Рекомендуемое

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОПТИМАЛЬНОГО КОЛИЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ В ЗАВИСИМОСТИ ОТ СРЕДНЕКВАДРАТИЧЕСКОГО ОТКЛОНЕНИЯ

Необходимое количество измерений μ для достижения требуемой точности ε и требуемой надежности P определяют по формуле

$$\mu \geq \left(\frac{\eta}{\varepsilon}\right)^2\cdot\sigma^2,$$

где σ — среднеквадратическое отклонение единичных измерений выражается в тех же единицах, что и величина ε; определяется по первым 15 единичным измерениям;

η — находят по следующей таблице

P	η	P	η
0,95	2,5	0,993	3,2
0,96	2,6	0,994	3,3
0,97	2,7	0,995	3,4
0,98	2,8	0,996	3,5
0,99	2,9	0,997	3,6
0,991	3,0	0,998	3,7
0,992	3,1	0,999	3,8

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Рекомендуемое

РЕАКТИВЫ И СПОСОБЫ ТРАВЛЕНИЯ ДЛЯ ВЫЯВЛЕНИЯ ГРАНИЦ ЗЕРЕН В ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛАХ И СПЛАВАХ

Состав реактива	Способ травления	Примечание
Алюминий и его сплавы		
1. HF — 1,0 мл HCl — 1,5 мл HNO_3 — 2,5 мл H_2O — 95 мл	Погружают на 10—20 с или протирают ватным тампоном до потускнения поверхности	
2. HF — 0,5 мл H_2O — 99,5 мл	Промывают под струей воды и сушат фильтровальной бумагой.	
2а. $CuSO_4$ кристаллическая — 4 г HCl плотностью 1,19 г/см³ — 20 см³ H_2O дистиллированная — 20 см³	То же, что реактив № 1	Для сплавов алюминий-никель-кобальт
2б. HF плотностью 0,9 г/см³ — 0,5 см³ HCl плотностью 1,18 г/см³ — 1,5 см³ HNO_3 плотностью 1,41 г/см³ — 2,5 см³ H_2O дистиллированная — 95,5 см³		
Магний и его сплавы		
3. Этиленгликоль — 75 мл H_2O — 24 мл HNO_3 — 1 мл	Протирают тампоном до потускнения поверхности, промывают под струей воды и сушат фильтровальной бумагой	Общий травитель. Особенно пригоден для сплавов в облагороженном состоянии
4. Этиловый спирт (96%-ный) — 100 мл пикриновая кислота — 4 г ортофосфорная кислота — 0,7 мл	Протирают тампоном до потускнения поверхности или погружают на несколько секунд, затем промывают под струей воды и сушат фильтровальной бумагой	Четко выделяет химические соединения на фоне твердого раствора
4а. Щавелевая кислота — 2 г H_2O дистиллированная — 100 см³		
Медь и ее сплавы		
5. K_2CrO_7 — 2 г H_2SO_4 — 8 г NaCl (насыщенный раствор) — 4 мл H_2O — 100 мл	Протирают ватным тампоном до потускнения поверхности, промывают под струей воды и сушат фильтровальной бумагой	
6. $(NH_4)_2S_2O_8$ — 10 г H_2O — 100 мл	Протирают тампоном, промывают под струей воды и просушивают фильтровальной бумагой	Снимают окрашивание зерен после травления реактивом № 5
7. NH_4OH — 5 мл H_2O — 5 мл H_2O_2 (3 %) — 2—5 мл	Протирают тампоном до легкого потускнения поверхности (~1 мин), промывают водой и сушат	Раствор должен быть свежеприготовленный
8. $FeCl_3$ — 2—5 г HCl — 10 мл H_2O — 100 мл	Протирают ватным тампоном до потускнения поверхности, промывают под струей воды и сушат фильтровальной бумагой	Может быть использован как самостоятельный травитель. Может быть использован после травления шлифа реактивом № 5 — обеспечивается резкое очертание границ
8а. HCl плотностью 1,18 г/см³ — 30 см³ $FeCl_3$ — 10 г Этиловый спирт — 120 см³		
8б. Аммиак водный плотностью 0,9 г/см³ — 20 см³ $(NH_4)_2S_2O_3$ кристаллический — 10 г H_2O дистиллированная — 80 см³		Для алюминиевых бронз
8в. Cr_2O_7 — 20 г HNO_3 плотностью 1,41 г/см³ — 5 см³ H_2O дистиллированная — 75 см³		

Продолжение

Состав реактива	Способ травления	Примечание
	Никель и его сплавы	
9. HNO_3 — 50 мл Ледяная уксусная кислота — 50 мл	Протирают ватным тампоном до потускнения поверхности микрошлифа или погружают на 5—20 с, промывают под струей воды и сушат фильтровальной бумагой	Раствор должен быть свежеприготовленный
9а. HNO_3 плотностью 1,41 г/см^3 — 65 см^3 Ледяная уксусная кислота — 18 см^3 H_2O дистиллированная — 17 см^3 9б. HCl плотностью 1,18 г/см^3 — 20 см^3 $FeCl_3$ — 10 г Этиловый спирт — 30 см^3 9в. H_2SO_4 плотностью 1,83 г/см^3— 10 см^3 H_2O_2, 10%-ный раствор — 100 см^3		
	Титан и его сплавы	
10. HF — 2 мл HNO_3 — 2 мл H_2O — 90 мл 11. HF — 10 мл H_2O — 90 мл	Смачивают в течение 3—5 мин. Промывают водой. Темный осадок удаляют погружением на несколько секунд в 90%-ный раствор HNO_3. Воду можно частично заменить спиртом	
	Цинк и его сплавы	
12. CrO_3 — 200 г Na_2SO_4(х. ч.) — 15 г H_2O — 1000 мл 12а. HNO_3 плотностью 1,14 г/см^3 — 5 см^3 Этиловый спирт — 95 см^3 12б. HCl плотностью 1,18 г/см^3 — 1 см^3 Этиловый спирт — 99 см^3	Интенсивно протирают ватным тампоном до потускнения поверхности. Быстро промывают и сушат фильтровальной бумагой	Раствор должен быть свежеприготовленный
	Свинец и его сплавы	
13. Ледяная уксусная кислота — две части H_2O_2 — одна часть	Погружают на 8—15 с или протирают ватным тампоном до потускнения поверхности. Быстро промывают и сушат фильтровальной бумагой	Раствор должен быть свежеприготовленный
14. Ледяная уксусная кислота — одна часть HNO_3 — одна часть Глицерин — четыре части 14а. HNO_3 плотностью 1,14 г/см^3 14б. Ледяная уксусная кислота — 5 см^3 Этиловый спирт — 95 см^3	Попеременно травят и полируют	Раствор должен быть свежеприготовленный

Продолжение

Состав реактива	Способ травления	Примечание
Олово и его сплавы		
15. HNO_3 — одна часть Ледяная уксусная кислота — три части Глицерин — пять частей	Протирают ватным тампоном до потускнения поверхности или погружают на несколько минут. Промывают под струей воды и сушат фильтровальной бумагой	Применяют для чистого олова
16. Подкисленные разбавленные растворы $K_2Cr_2O_7$	Протирают ватным тампоном до потускнения поверхности или погружают на несколько минут. Промывают под струей воды. Сушат фильтровальной бумагой	Применяют для сплавов олова
Кобальт		
17. HCl плотностью 1,18 г/см^3 — 65 см^3 HNO_3 плотностью 1,4 г/см^3 — 15 см^3 Ледяная уксусная кислота — 15 см^3 H_2O дистиллированная — 15 см^3		

Примечание. Во всех случаях, за исключением особо оговоренных, следует применять концентрированные исходные реактивы.

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru