

国家市场监督管理总局

 国家标准化管理委员会 发布

××××-××-××实施

××××-××-××发布

硬质合金 显微组织的金相测定

第2部分：WC晶粒尺寸的测量

Hardmetals—Metallographic determination of microstructure-

Ｐart 2：Measurement of WC grain size

（ISO 4499-2:2020，IDT）

（送审稿）

**GB/T** 3488.2-XXXX**/ISO** 4499-2:2020

代替GB/T 3488.2-2018

中华人民共和国国家标准

**ICS** 77.160

**H** 16

1. 前  言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是GB/T 3488《硬质合金 显微组织的金相测定》的第2部分。GB/T 3488包括以下部分：

——第1部分：金相照片和描述；

——第2部分：WC晶粒尺寸的测量；

——第3部分：Ti（C,N）和WC/立方结构碳化物类硬质合金的显微组织结构的金相测定。

——第4部分：孔隙度、非化合碳缺陷和脱碳相的金相测定

本文件等同采用ISO 4499-2：2020 《硬质合金 显微组织的金相测定 第2部分：WC晶粒尺寸的测量》。

本文件代替GB/T 3488.2-2018《硬质合金 显微组织的金相测定第2部分：WC晶粒尺寸的测量》。本文件与GB/T 3488.2-2018相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

1. 增加了规范性引用文件，硬质合金维氏硬度试验方法4个部分（见第2章）；
2. 删除了概述（见2018版第2章）；
3. 增加了EBSD电子背散射衍射仪、SEM扫描电子显微镜、FESEM场发射扫描电子显微镜、TEM透射电子显微镜、LOM低倍率等符号、定义和单位内容（见3.2）；
4. 增加了电子背散射衍射仪（EBSD）（见第5章）；
5. 更改了产品取样参照标准（见7.2.1，2018版的7.2.1）；
6. 增加了电子背散射衍射仪及其最大分辨率和可测量的最小截距（见7.3.1.1 表1）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 3488.2-2018。

1. 引  言
2. 硬质合金显微组织的金相测定是判断硬质合金内部质量好坏的关键指标之一。

1983年我国等同采用ISO 4499：1978《硬质合金 显微组织的金相测定》首次制定GB/T 3488-1983《硬质合金 显微组织的金相测定》，随着我国硬质合金行业的不断发展，对硬质合金显微组织金相检测的要求也越来越高。2024年，根据国内外相关标准的新变化和新需求，我国等同采用ISO 4499-1:2024《硬质合金 显微组织的金相测定 第1部分：金相照片和描述》，制定了GB/T 3488.1-2014《硬质合金 显微组织的金相测定 第1部分：金相照片和描述》，2018年我国等同采用ISO 4499-2：2008《硬质合金 显微组织的金相测定 第2部分：WC晶粒尺寸的测量》，制定了GB/T 3488.2-2018《硬质合金 显微组织的金相测定 第2部分：WC晶粒尺寸的测量》，2020年我国等同采用ISO 4499-3：2016《硬质合金 显微组织的金相测定 第3部分：Ti（C,N）和WC立方碳化物基硬质合金显微组织的金相测定》，制定了GB/T 3488.3-2020《硬质合金 显微组织的金相测定 第3部分：Ti（C,N）和WC立方碳化物基硬质合金显微组织的金相测定》，2022年我国等同采用ISO 4499-4：2016《硬质合金 显微组织的金相测定 第4部分：孔隙度、非化合碳缺陷和脱碳相的金相测定》，制定了GB/T 3488.4-2022《硬质合金 显微组织的金相测定 第4部分：孔隙度、非化合碳缺陷和脱碳相的金相测定》。

1. GB/T 3488《硬质合金 显微组织的金相测定》分为四个部分：

——第1部分：金相照片和描述，（目的在于规范硬质合金的金相样品制备和腐蚀方法，是硬质合金金相组织测量和判定的基础操作标准）；

——第2部分：WC晶粒尺寸的测量，（目的在于规范了硬质合金WC相尺寸测量方法，方法推荐使用截线法，并定义了WC晶粒尺寸级别，标准统一了行业硬质合金晶粒尺寸方法）；

——第3部分：Ti（C,N）和WC立方碳化物基硬质合金显微组织的金相测定，（目的在于规范了碳氮化钛硬质合金和含立方碳化物硬质合金中硬质相和粘结相尺寸测量方法，方法推荐截线法测量，是对硬质合金组织尺寸测量的补充）；

——第4部分：孔隙度、非化合碳缺陷和脱碳相的金相测定，（目的在于规范了硬质合金中孔隙度、非化合碳缺陷和脱碳相的金相测定方法，包括存在、类型以及分布，并对报出等级做了详细的规定，统一了行业内孔隙度、非化合碳缺陷和脱碳相的检测标准）。

本文件规范了使用光学或电子显微镜的金相检测技术来测量硬质合金晶粒尺寸的方法指南，本文件适用于以WC为主硬质相的WC/Co硬质合金烧结体（也称为硬质合金或金属陶瓷），也适用于通过截线法测量晶粒尺寸及其分布。本文件对统一行业内检测和判断方法将起着重要的指导作用，对我国硬质合金整体质量的提高有积极意义。

硬质合金 显微组织的金相测定

第2部分：WC晶粒尺寸的测量

1. 范围

本文件提供了通过使用光学或电子显微镜的金相检测技术来测量硬质合金晶粒尺寸的方法指南。

本文件适用于以WC为主硬质相的WC/Co硬质合金烧结体（也称为硬质合金或金属陶瓷），也适用于通过截线法测量晶粒尺寸及其分布。

本文件主要包含以下四个方面：

——显微镜的校准，以确保测量精度；

——线性分析法，以获得足够多具有统计意义的数据；

——分析方法，以计算具有代表性的平均值；

——报告，以符合现代质量报告要求。

本文件通过一个测量案例分析来阐述这项推荐性技术。（见附录A）

本文件不适用于以下几个方面：

——尺寸分布的测定；

——形状的测定，在实现形状测定之前仍需更深入的研究。

矫顽磁力有时可用于测量晶粒尺寸，但本方法仅涉及金相测定法。本方法适用于硬质合金，并不适用于粉末。然而，本方法原则上也可用于测定经镶嵌和切割的粉末的平均尺寸。

1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

ISO 3369 致密烧结金属材料与硬质合金 密度测定方法（ISO 3369 Impermeable sintered metal materials and hardmetals -- Determination of density）

注：GB/T 3850 致密烧结金属材料与硬质合金 密度测定方法(ISO 3369,IDT)

ISO 3738-1 硬质合金 洛氏硬度试验（A标）第1部分:试验方法（ISO 3738-1 Hardmetals -- Rockwell hardness test (scale A) -- Part 1: Test method）

注：GB/T 3849-1 硬质合金 洛氏硬度试验（A标尺） 第1部分：试验方法（ISO 3738-1,NEQ)

ISO 3738-2洛氏硬度试验（A标尺） 第2部分：标准试块的制备和校准（ISO 3738-2 Hardmetals -- Rockwell hardness test (scale A) -- Part 2: Preparation and calibration of standard test blocks）

注：GB/T 3849-2 硬质合金 洛氏硬度试验（A标尺） 第2部分：标准试块的制备和校准(ISO 3738-2,IDT)

ISO 4489:2019 硬质合金 取样和试验

ISO 6507-1 金属材料.维氏硬度试验.第1部分:试验方法（ISO 6507-1 Metallic materials-Vickers hardness test-Part 1: Test method）

注：GB/T 4340-1金属材料 维氏硬度试验方法 第1部分：试验方法（ISO 6507-1，MOD）

ISO 6507-2 金属材料 维氏硬度试验.第2部分: 试验设备的验证和校准（ISO 6507-2 Metallic materials — Vickers hardness test — Part 2: Verification and calibration of testing machines）

注：GB/T 4340-2金属材料 维氏硬度试验方法 第2部分：试验设备的验证和校准（ISO 6507-2，MOD）

ISO 6507-3 金属材料 维氏硬度试验 第3部分: 标准硬度块的标定（Metallic materials - Vickershardness test -Part 3:Calibration of reference blocks）

注：GB/T 4340-3金属材料 维氏硬度试验方法 第3部分：标准硬度块的标定（ISO 6507-3，MOD）

ISO 6507-4金属材料 维氏硬度试验 第4部分: 硬度值表（ISO 6507-4 Metallic materials - Vickers hardness test - Part 4: Tables of hardness values (Second Edition)）

注：GB/T 4340-4金属材料 维氏硬度试验方法 第4部分：硬度值表（ISO 6507-4，IDT）

1. 术语、定义、简称、符号和单位

3.1 术语和定义

以下术语和定义适用于本部分。

3.1.1

纳米 nano

WC晶粒尺寸＜0.2μm

注：采用本部分所描述的平均截线法测量。

3.1.2

超细 ultrafine

0.2μm≤WC晶粒尺寸＜0.5μm

注：采用本部分所描述的平均截线法测量。

3.1.3

亚微细 submicron

0.5μm≤WC晶粒尺寸＜0.8μm

注：采用本部分所描述的平均截线法测量。

3.1.4

细 fine

0.8μm≤WC晶粒尺寸＜1.3μm

注：采用本部分所描述的平均截线法测量。

3.1.5

中 medium

1.3μm≤WC晶粒尺寸＜2.5μm

注：采用本部分所描述的平均截线法测量。

3.1.6

粗 coarse

2.5μm≤WC晶粒尺寸≤6.0μm

注：采用本部分所描述的平均截线法测量。

3.1.7

超粗 extra coarse

WC晶粒尺寸＞6.0μm

注：采用本部分所描述的平均截线法测量。

3.2 符号、定义和单位

以下符号、定义和单位适用于本部分。

表1 符号、定义和单位

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 符号 | 定义 | 单位 |
| *A* | 面积 | mm2 |
| *dWC* | WC晶粒的算术平均截距 | μm |
| *ECD* | 当量直径 | mm |
| *L* | 直线长度 | mm |
| *LI* | 截线的算术平均长度 | μm |
| *li* | 测量的单个截线长度 | μm |
| *Σli* | 每个单截线测量长度的总和 | μm |
| *N* | 穿过晶界的个数 | 个 |
| *n* | 截取的WC晶粒个数 | 个 |
| *m* | 放大倍率 | - |
| *mmax* | 最大放大倍率 | - |
| *mmin* | 最小放大倍率 | - |
| *Sm* | 测量尺寸 | mm |
| *Sa* | 实际尺寸 | mm |
| EBSD | 电子背散射衍射仪 | - |
| SEM | 扫描电子显微镜 | - |
| FESEM | 场发射扫描电子显微镜 | - |
| TEM | 透射电子显微镜 | - |
| LOM | 低倍率 |  |

1. 总则

本部分给出了测量WC晶粒尺寸平均值的最佳方法。本部分推荐采用截线法获取数据，测量样品应采用ISO 4499-1的制样方法制备。

硬质合金的性能取决于制造过程中形成的微观结构，又受原料粉末性能的影响。了解微观结构是控制和提高产品性能的关键，因此衡量微观结构的特性，特别是晶粒尺寸和尺寸分布是非常重要的。

ISO 4499-1中的金相制样和腐蚀方法（详见参考文献[1]至[6]）与晶粒尺寸测量方法一样重要。硬质合金的主要类型为WC /Co，其中Co作粘结相。此外，本方法也适用于含立方相碳化物或以TiC或Ti（C,N）为基体的硬质合金。

测量WC晶粒尺寸的最直接方法是先抛光、腐蚀金相截面，然后采用定量金相检测技术，通过面积计数或者截线法来测量晶粒尺寸的平均值。

有以下三种定义平均晶粒尺寸的方法：

——长度（横穿晶粒截面的直线长度）

——面积（晶粒的截面积）

——体积（单个晶粒体积）

先统计每个测量参数（长度、面积、体积）的值，然后将参数值的总和除以这些参数的总数，算出平均值。

其中，最常用的数据是长度参数。它可通过几种方法取得数据，例如ASTM E112[14]中的平行线法或圆形法：

——截线法，也称作Heyn法，通过画直线横穿晶粒；

——当量直径法，先测量晶粒面积，然后计算当量直径。对于等轴晶粒，可使用公式（1）将当量直径（ECD）转换为截线长度（LI）。

 $LI=\sqrt{A}=\sqrt{π/4} ECD$ ……………………… (1)

得出ECD=1.13LI；

在参考文献[1]和文献[7]中，有对该表达式进行讨论。

还有一种方法是由Jefferies建立的，即统计每个单位面积上的晶粒数。如果有需要的话，它可换算成当量直径。

应值得注意的是：

——点/面计数无法提供分布信息；

——Jefferies法不适用于多相材料，例如硬质合金。

本部分推荐采用截线法来测量硬质合金的晶粒尺寸。

1. 仪器

晶粒尺寸的测量是通过显微组织图像来测定的。用于成像的样品表面的最佳制备方法宜参考ISO 4499-1、ASTM B657[12]和ASTM B665[13]。

硬质合金微观结构图像通常是采用光学显微镜、扫描电子显微镜（SEM）或电子背散射衍射仪（EBSD）获取。为了精确测量，最好选用扫描电子显微镜的图像。特别是含有粗大晶粒的材料，图像边缘晶粒被横截的部分也只能通过扫描电子显微镜来精确测量。

通常采用人工或半自动图像分析来获取截线长度。对于一些粗晶粒或对比度好的图像则可以采用自动分析软件来进行分析；但对于大多数材料来说，即使是粗晶粒材料，图像截线也会穿过大量的晶粒边角并产生一部分小截距，这些截距只能用扫描电子显微镜精确测量。

对于超细和纳米级材料，使用常规的钨灯丝扫描电子显微镜要获得质量很好的照片是相当困难的。对于这些材料，推荐使用场发射扫描电子显微镜（FESEM）。这套设备能显著提高图像分辨率，足以测量平均截线尺寸在0.1μm ～0.2μm的材料。对于更细晶粒的材料，也许有必要使用透射电子显微镜（TEM）。然而，这对取样和样品制备的要求极为严格(详见参考文献[9])。对于这些材料，为了获得良好的照片质量，需要注重样品的制备，通常使用组合腐蚀方法效果会更好（参见ISO 4499-1）。

1. 校准

为了获得可靠的定量测量，图像应经过镜台测微尺或源于国家标准的标尺的校准。扫描电子显微镜最常用的测微尺是SIRA光栅。该光栅是由197条/mm～2160条/mm的直线分割而成。然而，这些光栅（标尺）也应经过校准，且可溯源于国家标准。

对于光学显微镜获取的图像，观察标尺图像也应采用相同的物镜（内置倍率转换器或焦距）和照明方式。为获得最大分辨率，显微镜应采用科勒照明（详见参考文献[10]）。

对于从扫描电子显微镜获得图像，宜对硬质合金在相同条件下（加速电压、工作距离、光阑）获得网格图像。

1. 截线法测量晶粒尺寸

7.1 概述

本部分推荐采用截线的算术平均值来定义WC晶粒尺寸。这是最简单的方法，且汇总所有数据可以量化分布范围。

截线法是在已校准过的显微组织图像上画一条横穿的直线。针对单相材料，直线的起点和终点可以是图像上任意位置，直线的长度为*L*，穿过晶界的个数为*N*。因此，平均截线长度LI如公式（2）所示：

LI=*L/N*  ………………………（2）

从公式（2）可知，只计算出了平均截线长度，无法得到晶粒粒度的分布情况。

对两相材料，例如硬质合金（α相 和β相），截线法比较不容易操作，因为每个相的截线长度应单独测量，但其可提供晶粒尺寸的分布情况。在已校准过的硬质合金金相图片上画一条直线，横截WC晶粒，使用标尺测量截线的长度li（其中，i=1,2,3,…,n，对应第1，2，3，…，n个晶粒）。建议至少统计100个晶粒，为了将误差降低至10%以下，最好统计200个晶粒以上。

平均截距的晶粒尺寸定义如公式（3）：

*d*wc=∑*li/n*  ………………………（3）

硬质合金晶粒尺寸一般在0.1μm至10μm之间。由于存在一定的测量不确定性，建议晶粒尺寸值大于1.0μm的保留1位小数，晶粒尺寸值小于1.0μm的保留2位小数。例如：3.4μm和0.18μm。

操作实例见附录A。

7.2取样

7.2.1 产品取样

取样是指选择对硬质合金或其中区域的一个项目进行测试的程序。随机取样法，在一批样品中随机选择一个样品，每个样品被选中的概率相同（详见参考文献[11]）。

ISO 4489:2019第4章指出“硬质合金牌号性能的测定，通常在一批中取一个样本就已经足够了”。应按照国际标准ISO4489:2019第5.1条款进行以下测试。

——测定矫顽磁力 无标准；

——测定密度 ISO 3369；

——测定洛氏硬度 ISO 3738-1和ISO 3738-2；

——测定维氏硬度 ISO 6507-1，ISO 6507-2，ISO 6507-3，ISO 6507-4。

在特殊情况下，可进行的测试：

——测定微观组织 ISO 4499 （所有部分）；

——测定孔隙度和非化合碳 ISO 4499-4。

7.2.2 显微组织的选择

显微组织的选择宜根据测量的原因仔细考虑。

1. 常规测量区域选择

——用于分析的图片宜随机选取，且具有代表性。图片的数量建议至少4张，以保证汇总分析时晶粒个数不少于200个。

1. 匀质材料的晶粒尺寸测量

——这种情况下，从样品确定位置获得一系列图片进行汇总分析，应保证每个位置至少测量200个晶粒。允许这么测量，是因为晶粒大小对误差的影响大于因不同位置而引起的测量误差（相对误差正比于$1/\sqrt{N}$，这里N为每个位置的晶粒个数）。

1. 非匀质材料

——在微观结构从一个视场到下一个视场是不均匀的情况下，增加分析照片的数量是一个好的措施，但不要那么集中地评估它们，同时仍总共获得大于200特征计数。

照片放大倍率的选择宜控制在每个视场横向贯穿10个至20个WC晶粒，允许单个截线的测量误差在10%以内。一般允许在一张照片上画3或4条直截线，且无多次横截单个WC晶粒。绝大部分硬质合金的组织都是各向同性的，因此画线是否平行不是很重要。如果是各向异性，最好随机画线并允许它们相交（详见参考文献[13]）。因此，每个图像能获得大约50条截线。

7.3测量误差

7.3.1 系统误差和随机误差

7.3.1.1 测量误差有以下几个来源：

——系统误差，如产生于显微镜的校准过程中；

——随机误差，如产生于数据传输或计算实际截距的过程中；

——统计误差，如由于显微组织的随机性。

7.3.1.2 系统误差的产生原因可能来自于图像放大倍率的校准。通常，光学显微镜的放大倍率是一个单一数值。但如果校准是由不同校准长度或者由不同操作者完成，测量结果将会发生变化，产生平均放大倍数和相关标准偏差。扫描电子显微镜放大倍率不是固定的调整步长，系统误差会更大。

7.3.1.3 随机误差主要是在测量单个碳化钨晶粒截线时产生。不同的操作人员在测量相同的截线时，截线位置的选择不一致或边界不清晰，都会带来测量的不确定性。随机误差比系统误差更难量化。

7.3.1.4 如果微观组织取样不足，例如显微照片太少或测量的晶粒太少，会产生统计误差。这就需要有足够多的统计数据用于求平均值。平均截距的大小或其他参数的测量值需要重复计算求平均值。得到的平均值会有波动，但随着测量数量的增加，将会越来越接近真实值。当平均值的波动足够小时，可停止测量。

7.3.2粗大WC晶粒

在决定使用多大倍率测量晶粒大小前，先初步观察一下腐蚀后的样品表面是否存在一些粗大的晶粒。如果使用太高的倍率，不适合拍摄粗大晶粒，会影响测量结果的统计。从理论上说，所采用的放大倍数宜确保最大的WC晶粒成像（10个～20个晶粒横穿视场）最多占视场的三分之一为通用准则。实际中，总是会有粗大晶粒跨过视场边缘，导致无法测量。然而，如果测量足够多的视场，并使用平均值法（见图A.4），粗大晶粒的影响将被最小化。

7.3.3 最小截线的测量

7.3.3.1 目前，没有关于光学显微镜或扫描电子显微镜可测量的最小截距的标准。作为参考，用所使用仪器的分辨率来确定可测量的最小截距。对于特定分辨率，可测量的截距下限见表2。这些数据代表在最佳条件下可获得的最高分辨率。在实践中，可能得到较低分辨率的图像，特别是由于表面处理的问题，难以得到高清晰度的图像。因此，可测量的最小截距长度将变大。实际上，可测量的最小截距是仪器分辨率的2倍，测量的不确定度也是分辨率误差的2倍。

表2 可测量的最小截距

 单位为纳米

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 仪器 | 最大分辨率 | 最小可见截线长度a |
| 光学显微镜 | 230b350c | 500b700c |
| 扫描电子显微镜 | 20b200c | 40b400c |
| 场发射扫描电子显微镜 | 1.5b10c | 3b20c |
| 电子背散射衍射仪 | 10b20c | 20b40c |
| a 在显微镜分辨率最大的时候。最小可见截线长度会随着放大倍率降低而增大。b 校准样品的理论分辨率。c 典型硬质合金图像的实际分辨率。 |

7.3.3.2 截线长度小于推荐的最小截距也可以测量，但测量误差将会显著增加。通常，截线起点和终点的测量误差是分辨率误差的2倍，为了使测量误差小于10%，截线长度宜至少为理论分辨率的20倍。因此，光学显微镜在其最大数值孔径下，截线长度须超过5μm时才能保证测量误差小于10%。如果WC晶粒截线长度大部分小于5μm时，测量误差将会影响所测量的截线平均值，并使晶粒尺寸分布失真。在这种情况下，宜使用扫描电子显微镜。

7.3.3.3 选择放大倍率，以容纳尽可能多的WC晶粒，同时也影响了可测量的最小截距。一般情况下，低倍率（LOM）需要较低倍率物镜和较小数值孔径，从而降低分辨率。对于SEM，较低倍率意味着电子束以较大的步长采样。表1给出了可达到的最大分辨率。为了获得低倍率，应使用数值孔径为1.3的×100油浸物镜。

1. 报告

8.1 在给出晶粒测量结果时，参见附录B，宜列出来所有相关的信息，以确保测量结果的可追溯性。例如，一个典型的测试报告宜包含以下内容：

——样品描述；

——腐蚀剂和腐蚀时间；

——可追溯性，校准刻度数和标定证书；

——图像获取设备：光学显微镜、扫描电子显微镜或场发射扫描电子显微镜；

——放大倍率：一个或多个倍率；

——测量的视场数量；

——截线的总数量；

——截线的算术平均值；

——附加注明。

8.2 为了配合质量体系，附加信息是有必要的。这可能涉及对图像或显微照片的识别，以及关于材料来源的信息和要求进行测量的客户。

考虑以下附加信息也是有利的：

——最大截线长度；

——最小截线长度；

——最大晶粒；

——光学显微镜物镜的数值孔径；

——扫描电子显微镜的加速电压、工作距离、光阑等。

8.3最后，建议在报告上增加关于测量不确定性的说明。当测量的晶粒个数超过200颗时，误差通常约为±10%。

附录A

（资料性附录）

测量示例

本附录介绍了采用算术平均截线法来测量WC晶粒尺寸的方法。

选择图A.1的图像是为了清晰地描述使用截线法来测量晶粒尺寸和尺寸分布的方法。较小的晶粒已经从该图像中移除以免干扰测量。实际上，所有晶粒截线都宜被测量。

|  |
| --- |
|  |
| 图A.1 WC/Co硬质合金的理想组织 |

第一步

可利用金相显微镜或扫描电子显微镜获取图像，图像中的显微组织宜具有代表性且避开抛光划痕。放大倍率根据晶粒大小来选择，通常宜约有10～20个晶粒贯穿视场，如图A.1所示。

第二步

获取源于国家标准的标尺图像，宜与步骤1中用于获取硬质合金显微组织照片的放大倍率和测试条件一致。

第三步

从步骤2获取的校准图像，使用钢尺（按国家标准进行校准）确定图像的放大倍率。用钢尺测量图像中经测微尺校准的特定点间的长度Sm，读数精确到0.5mm。在显微镜标长度上计算特征点之间的距离。在图A.2中所示的网格图中，每两条线间距离是10μm，因此如果测量点是从第1格至第81格，则实际尺寸（Sa）就是800μm。应用公式A.1计算出放大倍率：

  （A.1）

可以通过测量校准光栅的不同长度并获得放大倍率的平均值和标准偏差来估计放大倍率的误差。或者，可以通过假设测量的视觉误差为±0.5 mm来获得放大倍率的最大和最小误差。

应用公式A.2计算出最大放大倍率：

 （A.2）

应用公式A.3计算出最小放大倍率：

 （A.3）

对于这个特定的例子，图A.2是从中图A.1复制出来的放大图。校准网格的图像也放大相同的量，最终平均放大倍率计算为×5750倍。

第四步

在硬质合金的显微组织图片上画一组平行线（见图A.2）。这些线间宜保持一定距离，避免多条直线穿过同一颗晶粒。图片上直线的数量主要是取决于晶粒的尺寸。

第五步

测量覆盖在每个碳化钨晶粒上线的长度，即它的截线长度。将截线单独列出来，如图A.3所示。如果在图像边缘的晶粒因截线不完整不宜测量。所有的测量数据记录在表A.1，建议使用电子表格。

第六步

每一个测量的截距长度，通过除以平均放大倍数得到真实截距长度，计算出平均截距长度和标准偏差，记录在表A.1中。宜至少测量200个晶粒，详见本部分7.1。

|  |
| --- |
|  |
| 图A.2画过图A.1的截线 |
| 图A.2中的线间距足够分开，以便每个碳化钨晶粒只被一条线截取。根据晶粒的尺寸，在图像上画出更多或更少的线。 |
| 无标题 |
| 图A.3 图A.2中的截线 |
| 接触图像边缘的截线不宜测量。 |
| 注：X 数量Y平均截线长度，μm |
| 图A.4 平均截线长度的趋势图 |

这些数据可用于绘制平均截线长度-截线数量的关系图，用于指导需要测量多少截线数量为宜。如图A.4所示的例子显示，平均截线的值大概在250个测量数据以后，才相对稳定、集中。

表A.1 图A.1上的测量结果

（作为例子，因此只列出了50个数据）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 序号 | 测量截线长度（mm） | 计算后截线长度（μm） |
| 线1 | 10 | 1.74 |
| 12 | 2.09 |
| 13 | 2.26 |
| 6.5 | 1.13 |
| 18 | 3.13 |
| 30 | 5.22 |
| 23.5 | 4.09 |
| 18 | 3.13 |
| 8.5 | 1.48 |
| 5 | 0.87 |
| 线2 | 11.5 | 2 |
| 5 | 0.87 |
| 24.5 | 4.26 |
| 11 | 1.91 |
| 4 | 0.7 |
| 9.5 | 1.65 |
| 5 | 0.87 |
| 2 | 0.35 |
| 4 | 0.7 |
| 18.5 | 3.22 |
| 7 | 1.22 |
| 6 | 1.04 |
| 线3 | 2 | 0.35 |
| 8 | 1.39 |
| 14.5 | 2.52 |
| 13.5 | 2.35 |
| 1 | 0.17 |
| 12 | 2.9 |
| 17.5 | 3.04 |
| 12.5 | 2.17 |
| 10 | 1.74 |
| 线4 | 34 | 5.91 |
| 4 | 0.7 |
| 15.5 | 2.7 |
| 5.5 | 0.96 |
| 7 | 1.22 |
| 17.5 | 3.04 |
| 23 | 4 |
| 7 | 1.22 |
| 2.5 | 0.43 |
| 24 | 4.17 |
| 49 | 8.52 |
| 7 | 1.22 |
| 线5 | 17.5 | 3.04 |
| 10 | 1.74 |
| 14.5 | 2.52 |
| 27.5 | 4.78 |
| 6.5 | 1.13 |
| 18 | 3.13 |
| 37 | 6.43 |
| 截线平均值：2.33μm；截线测量数量：50 |

附录B

(资料性附录)

检测报告样式

|  |
| --- |
| 晶粒尺寸测量报告 |
| 报告编号 |  | 日期 | / /  |
| 客户 |  |
| 地址 |  |
| 材料描述 |  |
| 样品制备 |  |
| 腐蚀剂和时间 |  |
| 图像描述 |  | 图像使用数量 |
| 存档 | □是 □否 |
| 倍率 |  | 物镜 |  |
| 校准证书 |  |
| 结果 |
| 截线数量 |  | 平均截距长度 |  |
| 操作员 |  | 签名 |  |

以下报告包含了表A.1的测量结果。

|  |
| --- |
| 晶粒尺寸测量报告 |
| 报告编号 | CMMT/000/000 | 日期 | 1990/10/04 |
| 客户 | 国家物理实验室 |
| 地址 | 皇后路特丁顿米德尔塞克斯，TW11 OLW |
| 材料描述 | CWC25C、材料代号WCX/04/01 |
| 样品制备 | 气动抛光机，程序号QPCMMT/B/136；研磨阶段，分别使用120μm、65μm和20μm金刚石，精磨阶段使用6μm；抛光阶段使用6μm、3μm、1μm金刚石，在抛光布上进行。 |
| 腐蚀剂和时间 | Murakami试剂，200ml水中含10g氢氧化钾和等质量分数的铁氰化钾；在室温下，腐蚀6分钟。 |
| 图像描述 | CWC25C.jpg | 图像使用数量1 |
| 存档 | 是 |
| 倍率 | ×1600 | 物镜 | 1.4 |
| 校准证书 |  |
| 结果 |
| 截线数量 | 50 | 平均截距长度 | 2.33μm |
| 操作员 | E G Bennett | 签名 | E G Bennett |

参考文献

[1] ISO 4499 (all parts), *Hardmetals — Metallographic determination of microstructure*

[2] ISO 4499-1, *Hardmetals — Metallographic determination of microstructure — Part 1:*

*Photomicrographs and description*

[3] ISO 4499-4, *Hardmetals — Metallographic determination of microstructure — Part 4:*

*Characterisation of porosity, carbon defects and eta-phase content*

[4] Geroge F. Vander Voort, *Metallography, principles and practices*. McGraw-Hill, pp. 229, 706, 1984

[5] Samuals, L.E. *Metallographic Polishing by Mechanical Methods*, 3rd edition. American Society for

Metals, pp. 320

[6] De Hoff R.T., Rhines F.N., Quantitative Microscopy, McGraw-Hill, USA, 1968, pp. 239-241

[7] Roebuck, B. Phatak, C. and Birks-Agnew, I. NPL Report MATC(A)149, April 2004, *A Comparison*

*of the Linear Intercept and Equivalent Circle Methods for Grain Size Measurement in WC/Co*

*Hardmetals*

[8] Roebuck, B. and Bennett, E.G. NPL MATC(MN)03, March 2001. *Ultrafine Grained Hardmetals*

*Grain Size and Distribution*

[9] Bradbury S. *An Introduction to the Optical Microscope*, Royal Microscopical Society, Oxford

Science Publications, p. 29

[10] Topping J., Errors of Observation and Their Treatment, Science Paperbacks, Chapmann and

Hall, pp. 62, 1979

[11] ISO 13383-1, *Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Microstructural*

*characterization — Part 1: Determination of grain size and size distribution*

[12] ASTM B657, *Guide for Metallographic Identification of Microstructure in Cemented Carbides*

[13] ASTM B665, *Standard Guide for Metallographic Sample Preparation of Cemented Tungsten Carbides*

[14] ASTM E112, *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*