

ICS 77.040.99

H 24

YB

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 5338-××××

代替YB/T 5338-2006

钢中奥氏体定量测定 X 射线衍射仪法

Quantitative determination of austenite in steel—Method of X-ray diffractometer

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准是对YB/T 5338-2006《钢中残余奥氏体定量测定 X射线衍射仪法》的修订。

本标准与YB/T 5338-2006相比，主要技术内容变化如下：

- a) 删除了标准名称中的“残余”两字；
- b) 扩大了标准的适用范围；
- c) 增加了“术语和定义”；
- d) 增加了全谱拟合法的测量方法；
- e) 增加了方法的名称，YB/T 5338-2006 的方法定义为五线六对法，增加的方法定义为全谱拟合法，规定了各种方法适用的前提条件；
- f) 增加了全谱拟合法的具体内容：原理及计算公式、试验条件、精修过程和结果判断等；
- g) 修改了部分名称和符号，“马氏体相”和“奥氏体相”分别修改为“ α 相”和“ γ 相”；符号“M”和“A”分别修改为“ α ”和“ γ ”；
- h) 修改了衍射仪 2θ 角的扫描速度由“不大于 $1^\circ/\text{min}$ ”修改为“ $\leq 2^\circ/\text{min}$ ”。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会（SAC/TC183）归口。

本标准起草单位：武汉钢铁有限公司、宝钢股份中央研究院、首钢集团有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人：周顺兵、宓小川、王志奋、鞠新华、栾燕、张玉成、马家艳。

钢中奥氏体定量测定 X 射线衍射仪法

1 范围

本标准适用于X射线衍射仪法定量测定中、低碳钢和中、低碳低合金钢中奥氏体的含量。对于其他钢种，可参照本标准执行。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本文件。

GB/T 30067 金相学术语

JY/T 009 转靶多晶体 X 射线衍射方法通则

3 术语和定义

GB/T 30067 界定的及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

α 相 alpha phase

碳或其他元素在 α -Fe 中的体心立方固溶体，包括马氏体、铁素体等。

3.2

γ 相 gamma phase

碳或其他元素在 γ -Fe 中的面心立方固溶体，即奥氏体。

3.3

织构 Texture

择优取向的多晶体取向结构。

注：择优取向是指许多晶粒取向集中分布在某一或某些特定位置附近。

3.4

全谱拟合 whole powder pattern fitting

在整个衍射谱范围内，以一种晶体结构模型为前提，结合结构参数、仪器参数和峰形函数来计算多晶体衍射谱，通过调整这些结构参数与峰形函数使计算的多晶体衍射谱能与实际谱相符合，从而获得样品实际结构参数的方法。

3.5

X 射线衍射仪的综合稳定度 comprehensive stability of X-ray diffractometer

当试样、衍射条件及衍射线不变的情况下，在衍射仪稳定后，连续一天内每隔 15min 测一次衍射线的强度计数值的最大相对波动。

4 仪器设备及要求

X射线衍射仪的综合稳定度应符合式(1)的要求,且每秒计数(CPS)不大于 5×10^3 、每次累积强度不小于 1×10^6 。

$$\text{允许综合稳定度} = \frac{N_{\max} - N_{\min}}{\bar{N}} \leq 1\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

N_{\max} —最大计数值;

N_{\min} —最小计数值;

\bar{N} —平均计数值。

5 试样制备

5.1 试样尺寸

试样为平板状,测量面尺寸应为 $20\text{mm} \times 20\text{mm}$ 或以上,也可以根据具体情况适当改变,但在相应狭缝系统下,应保证所选择的衍射位置上X射线照射区域不应超出试样的被测表面。

5.2 试样表面

试样被测表面应无脱碳层、无氧化层、无热影响区。试样应先用水砂纸磨平、再抛光。

6 检测方法

6.1 总则

本标准规定了钢中奥氏体的测量方法:五线六对法和全谱拟合法。五线六对法适合测量无织构或弱织构试样;全谱拟合法适合测量所有试样。

6.2 五线六对法

根据X射线衍射原理,某物相的X射线衍射线累积强度随该相在试样中的相对含量的增加而提高。用本方法所选定的 α 相和 γ 相衍射线累积强度,代入到式(2)计算试样中的 γ 相的体积分数:

$$V_{\gamma} = \frac{1 - V_c}{1 + G \frac{I_{\alpha(hkl)_i}}{I_{\gamma(hkl)_j}}} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V_{γ} —试样中 γ 相的体积分数;

V_c —试样中碳化物相总量的体积分数;

$I_{\alpha(hkl)_i}$ —试样中 α 相 $(hkl)_i$ 晶面衍射线的累积强度;

$I_{\gamma(hkl)_j}$ —试样中 γ 相 $(hkl)_j$ 晶面衍射线的累积强度;

G — γ 相 $(hkl)_j$ 晶面与 α 相 $(hkl)_i$ 晶面所对应的强度有关因子之比,是 $G_{\alpha(hkl)_i}^{\gamma(hkl)_j}$ 的简写。

$$G = \frac{V_{\alpha}}{V_{\gamma}} \cdot \frac{P_{\gamma(hkl)_j}}{P_{\alpha(hkl)_i}} \cdot \frac{(L \cdot P)_{\gamma(hkl)_j}}{(L \cdot P)_{\alpha(hkl)_i}} \cdot \frac{e_{\gamma}^{-2M}}{e_{\alpha}^{-2M}} \cdot \frac{|F|_{\gamma(hkl)_j}^2}{|F|_{\alpha(hkl)_i}^2} \dots \dots \dots (3)$$

式中:

- (L · P) — 洛伦兹-偏振因子;
- P — 有关晶面的多重性因子;
- e^{-2M} — 德拜-瓦洛温度因子;
- $|F|^2$ — 结构因子;
- V — 晶胞体积。

6.3 全谱拟合法

6.3.1 以一种晶体结构模型为基础, 利用晶体结构模型、峰形函数, 结合样品状态(晶粒尺寸、微观应变应力、晶粒取向等)和仪器参数计算整个 2θ 范围内的理论多晶体衍射谱, 将此计算谱图与实验测量谱图比较, 判断两者的残差是否收敛。若残差较大则修改初次选定的结构模型、结构参数、峰形函数、晶粒取向等。在此新的模型和参数基础上再计算理论谱图, 再比较, 再修改, 反复迭代, 最终使计算谱图和测量谱图的残差收敛至最小。

6.3.2 整个衍射谱图是各物相不同(hkl)晶面衍射峰强度分布的叠加, 衍射谱上某点 $(2\theta)_i$ 处的实测强度 Y_i 为:

$$Y_i = Y_{bi} + \sum_j \sum_k I_{jk} G_{jki} \\ = Y_{bi} + \sum_j S_j \sum_k L_{jk} P_{jk} |F_{jk}|^2 A_{jki} \dots \dots \dots (4)$$

式中:

- I_{jk} — 试样中 j 相的第 k 根衍射线的积分强度;
- Y_i — 测量谱图 $(2\theta)_i$ 处的强度;
- Y_{bi} — 测量谱图 $(2\theta)_i$ 处的背底强度;
- P_{jk} — 试样中 j 相的第 k 根衍射线的多重性因子;
- L_{jk} — 试样中 j 相的第 k 根衍射线的洛伦兹因子;
- $|F_{jk}|^2$ — 试样中 j 相的第 k 根衍射线的结构因子;
- A_{jki} — 峰形函数;
- S_j — j 相的权重因子, 与 j 相的含量有关。

6.3.3 通过对测量谱图的拟合, 利用式(4)求出各相的 S 后, 即可按式(5)计算各相的质量百分数。某 j 相的质量百分数 ω_j 为:

$$\omega_j = \frac{(SZMV)_j}{\sum_i (SZMV)_i} \dots \dots \dots (5)$$

式中:

- Z — 晶胞中所含的单位化学式原子数量;
- M — 晶胞中所含的单位化学式质量;
- V — 晶胞体积。

6.3.4 拟合精修过程中, 通常用 R_{wp} 值 (R-weighted pattern) 表示测量谱图与计算谱图的一致程度。若 R_{wp} 值逐渐趋于收敛且最终小于 10%, 则表明拟合精修可信。 R_{wp} 计算式(6)如下:

$$R_{wp} = \sqrt{\frac{\sum w_i(Y_{o,i} - Y_{c,i})^2}{\sum w_i Y_{o,i}^2}} \dots\dots\dots(6)$$

式中:

w_i —测量谱图(2 θ)_{*i*}处的统计权重因子;

$Y_{o,i}$ —(2 θ)_{*i*}处的测量强度;

$Y_{c,i}$ —(2 θ)_{*i*}处的计算强度。

7 试验条件

7.1 衍射仪参数的选择

7.1.1 辐射

推荐使用 CoK α 辐射, 管电压 30 kV~35kV。若配备高能探测器, 也可采用 CuK α , 管电压 40kV, 管电流使用仪器所能承受的最大管电流值。后置滤波片或石墨单色器。

7.1.2 狭缝系统

狭缝的选择应保证在所选用的衍射位置上 X 射线照射区域不超出试样的被测表面。

7.1.3 扫描速度

采用连续扫描时, 2 θ 角的扫描速度应不大于 2°/min; 采用步进扫描时, 每度总记录的时间应不小于 0.5min。

7.2 衍射线的选择

7.2.1 五线六对法: α 相选用(200)、(211)两晶面的衍射线, γ 相选用(200)、(220)、(311)三晶面的衍射线。

7.2.2 全谱拟合法: α 相选用(110)、(200)、(211)、(220)四晶面的衍射线, γ 相选用(111)、(200)、(220)、(311)、(222)五晶面的衍射线。

8 结果计算

8.1 五线六对法

8.1.1 计算衍射线对累积强度比

分别计算: $I_{\alpha(200)}/I_{\gamma(200)}$, $I_{\alpha(200)}/I_{\gamma(220)}$, $I_{\alpha(200)}/I_{\gamma(311)}$, $I_{\alpha(211)}/I_{\gamma(200)}$, $I_{\alpha(211)}/I_{\gamma(220)}$, $I_{\alpha(211)}/I_{\gamma(311)}$ 。

8.1.2 强度测量值波动范围的限制

α 相、 γ 相中各衍射线间的累积强度比值 (该比值只针对 CoK α 辐射而言, 对于其他辐射源, 该比值有变化), 五线六对法应符合表 1 的规定。若不符合, 则推荐采用全谱拟合法。

表 1 各相衍射线强度比值

相	衍射线间累积强度比值	最佳比值	允许波动的相对范围
α 相	$I_{(200)}/I_{(211)}$	0.49	±30%
γ 相	$I_{(200)}/I_{(220)}$	1.87	
	$I_{(220)}/I_{(311)}$	0.74	
	$I_{(311)}/I_{(200)}$	0.72	

8.1.3 G 值

不同衍射线对的 G 值列于表 2（该值只针对 $\text{CoK}\alpha$ 辐射而言，对于其他辐射源，该值有变化）。

表 2 不同衍射线对的 G 值^a

G	(200) _v	(220) _v	(311) _v
(200) _a	2.46	1.32	1.78
(211) _a	1.21	0.65	0.87

^a 不同衍射线对的 G 值的计算公式见式 (3)。

8.1.4 V_γ 的计算

对每一对 I_α/I_γ 值与对应的 G 值计算一次 V_γ ，逐次算出六个 V_γ ，然后求其算术平均值，此值作为奥氏体的体积分数。

8.1.5 测量精度

γ 相的体积含量所达到的相对标准偏差 σ_{r1} 符合表 3。

表 3 相对标准偏差

$V_\gamma / \%$	再现性 $R/\%$	重复性 $r/\%$
2~5	5	10
5~10	3	4
10~20	2	3
>20	1.5	2

8.2 全谱拟合法

8.2.1 拟合相选择

根据衍射谱图选择拟合相。如果衍射谱图中未发现渗碳体的衍射峰，则拟合相选择 α 相和 γ 相。若衍射谱图含有渗碳体衍射峰，则拟合相选择 α 相、 γ 相和渗碳体。下列拟合过程以仅含 α 相和 γ 相的两相为例进行阐述。

8.2.2 拟合参数和条件选择

8.2.2.1 测量数据导入

导入原始数据文件，获得被分析样品的 X 射线衍射测量谱图。

8.2.2.2 晶体数据导入

导入 α 相和 γ 相的晶体学参数文件，包含晶系和晶胞类型、晶胞参数、空间群类型、原子种类、原子坐标、配位数等。

8.2.2.3 射线源选择

选择实际测定时采用的 X 射线波长。

8.2.2.4 背底函数选择

选择谱图精修时的背底函数和展开级数值。

8.2.2.5 仪器参数设定

选择实际测定时仪器的测角仪半径、光路参数，包括几何光路性质、X 光源光斑尺寸、发散狭缝宽度、接收狭缝宽度、索拉狭缝宽度、扫描范围、探测器类型等。

8.2.3 拟合精修

8.2.3.1 初步精修

对 X 射线测量谱图利用选择的参数进行初步精修。

8.2.3.2 衍射峰左右错位精修

合金含量的变化会导致 α 相或 γ 相晶胞参数值产生相应变化，体现在测量谱图上衍射峰会产生

微小左右位移。在拟合中通过依次释放 α 相或 γ 相的晶胞参数值，再执行拟合精修功能，即可消除计算谱图与测量谱图的左右微小偏差，使两者的衍射峰位一致。

8.2.3.3 晶粒取向精修

织构会造成 α 相或 γ 相的个别衍射峰的计算谱图与测量谱图强度偏差较大，需进行晶粒取向精修。对小于或等于 2 条衍射峰的取向精修可以采用 March Dollase 函数取向精修功能。在晶粒取向精修功能模块中输入要修正的衍射峰的晶面指数和修正系数，再执行拟合精修功能，即可消除织构的影响。对于大于 2 条衍射峰的取向精修可以采用 Spherical Harmonics 函数取向精修功能。在该功能模块中输入级数展开的阶次数，再执行拟合精修功能，即可消除织构的影响。

8.2.3.4 其余参数微调

依次释放样品位移或倾斜、表面粗糙度、晶粒大小和微观畸变等参数变量，执行拟合精修功能，可进一步降低 R_{wp} 值。

8.2.3.5 峰形函数精修

上述拟合精修过程中基本的峰形函数是 FP（基本参数）模式。在峰形函数模块中还有 PV（Pseudo-Voigt）、PVII（Split-Pearson VII）等峰形函数选项。若差谱图上 α 相的衍射峰位处有凹凸不平现象，则可尝试选择 α 相的其他峰形函数选项，进行拟合精修；同理，可选择 γ 相的其他峰形函数选项，进行拟合精修，以消除差谱图上衍射峰位区域的凹凸不平现象。

8.2.3.6 拟合结果判定

拟合的结果以可靠性因子 R_p 值和差谱图进行评定， R_p 值小于 10% 且差谱图趋于一条水平直线，表明拟合精修可靠性好。最终拟合精修后输出 γ 相的质量百分数，即为奥氏体的含量。

9 试验报告

9.1 钢中奥氏体含量，试验报告应包括：

- a) 试样名称；
- b) 规格与尺寸；
- c) 试样状态
- d) 委托人；
- e) 仪器型号；
- f) 标准号；
- g) 检验方法；
- h) 奥氏体含量；
- i) 报告编号与日期；
- j) 检验人。