

·〈金属材料与热处理译丛〉·

第 5 輯

測試技术与設備

(上 册)

上海市机械工程学会热处理专业組 編

上海市科学技术編譯館

編 者 的 話

本輯收录了国外有关热处理前的质量測試文献 20 余篇(有关热处理后质量測試及其設備收于下輯),編譯的方法是先选用綜合性評述文献,使讀者了解該項技术的全貌,然后把其中某几种方法加以詳情介紹,所收文章大多有較詳細的試驗过程与設備的描述。內容可以归納为:奥氏体晶粒度的測定方法;鋼鉄在連續冷却时,相变曲綫的測定技术与使用設備;鋼材淬透性的測定法;热处理所用的熔融盐浴的冷却能力与流动性的測定;其它如再結晶温度的測定与淬火車間温度測量等。

本輯由傅松圃工程师主編。限于編譯者水平,所选文章难免挂一漏万,不当之处敬希广大讀者不吝指正。

目 录

編者的話

显示奥氏体晶粒度的研究	〔日本〕.....足立 彰等.....	1
用氧化法評定奥氏体晶粒度	〔西德〕.....D. Schreiber 等.....	5
用腐蝕气体显出奥氏体晶粒的新方法	〔日本〕.....染 野檀等.....	10
显示硬化鋼中奥氏体晶粒度的方法	〔英国〕.....M. Kaldor 等.....	15
显出奥氏体晶粒的新氧化法	〔日本〕.....今井勇之进等.....	18
鋼的奥氏体晶粒大小的測定——氧化測定法的改进	〔英国〕.....A. Kohn.....	21
鋼的連續冷却轉变曲綫	〔日本〕.....今井勇之进等.....	26
連續冷却时測定鋼中相变的方法	〔美国〕 R. D. Chapman 等.....	34
高速淬火膨脹仪	〔美国〕... F. E. Martin 等.....	45
研究馬氏体轉变用的装置	〔苏联〕... В. Н. Минаков 等.....	49
鑄鉄用的 TTT 图解有助于理解等温轉变的結構	〔西德〕..... A. de Sy.....	52
端淬試驗的改进及其在高度精确研究中应用的可能性 ...	〔西德〕..... H. Borchers 等.....	57
关于各种淬透性的端淬試驗方案的应用	〔苏联〕... А. А. Гольденберг.....	63
边缘脫碳对鋼的端淬-淬硬性試驗的影响	〔民主德国〕..... A. Rose 等.....	65
測定低淬透性鋼淬透性的方法	〔苏联〕... М. Е. Блантер 等.....	69
考核深淬硬鋼淬硬性的端淬試驗的繼續发展	〔民主德国〕..... A. Rose 等.....	71
由淬透性推測淬硬层深度的方法	〔日本〕.....大和久重雄.....	75
熔盐冷却能力的确定	〔苏联〕... Д. Я. Вишняков 等.....	80
鋼在熔盐中热处理时熔盐流动性的檢查方法	〔苏联〕..... А. И. Зотьев 等.....	81
液体加热介质	〔苏联〕..... А. П. Гуляев.....	83
鑄鉄生长倾向的試驗方法	〔苏联〕... Н. Н. Попова 等.....	87
几种确定再結晶温度的方法	〔苏联〕..... Г. К. Львов.....	88
淬火車間內的温度測量	〔民主德国〕..... P. Uhlig 等.....	91

显示奥氏体晶粒度的研究

〔日本〕 足立 彰等

緒 言

奥氏体晶粒度对于鋼性能的影响頗大, 所以从炼鋼开始就必须注意适应使用目的的鋼的奥氏体晶粒度。因而正确而迅速地測定奥氏体晶粒度的方法尤其必要。奥氏体晶粒度的測定法历来最通用的除渗碳法外, 还有淬火法与氧化法等。这些方法各具特征, 但由于它們都需要測定時間长、操作复杂、受到所含元素的影响并有操作或測定上的困难, 所

以在再次研究以往的晶粒度显出法和腐蝕剂的同时, 詳細地試驗了測定晶粒度和照相的金属扩散法。

实驗試样

試驗中所使用試样的化学成分如表 1 所示。

用第 1~9 和第 12 来再研究以往的測定方法, 至于鉛扩散法的詳細試驗則用第 1~4 和第 10~12 的試样。为了把鋼中夹杂物的鉛与扩散在晶界中的鉛作比較, 使用了第 11 的鉛易切削鋼。

表 1 試样的化学成分

試 样	化 学 成 分										
	C	Si	Mn	S	Cu	Al	Ni	Cr	V	Mo	Pb
第 1 鋼 板	0.06	0.05	0.25	0.029	0.19	0.006					
第 2 鋼 板	0.09	0.07	0.36	0.039	0.21	0.003					
第 3 鋼 板	0.14	0.19	0.49	0.032	0.24	0.005					
第 4 鋼 板	0.09	0.28	0.45	0.015	0.25	0.003					
第 5 鋼 絲	0.42	0.27	0.44	0.022	0.20	0.002	0.05	0.05			
第 6 鋼 絲	0.61	0.29	0.46	0.019	0.19	0.005	0.05	0.06			
第 7 船用結構鋼	0.14	0.25	0.82	0.015	0.29	0.03	0.03	0.87			
第 8 船用結構鋼	0.15	0.35	0.72	0.008	0.11	0.03	0.33	0.35	0.10		
第 9 船用結構鋼	0.16	0.49	0.85	0.007	0.13	0.03	0.09	0.70	0.23		
第 10 Cr-Mo 表面硬化鋼	0.22	0.34	0.76	0.005	0.30		0.21	0.99		0.21	
第 11 鉛易切削鋼	0.31	0.26	0.62	0.006	0.21			0.05			0.10
第 12 电 解 鋼	0.009	0.0072	0.0028	0.0018							

实驗方法和实驗結果

此次試驗的方法为渗碳法、石墨堆积法、二次淬火法、淬火法、氧化法以及使用銅与鉛的金属扩散法, 并以渗碳法作为基准与用其他方法的測定結果作比較。

晶粒度的測定在用任何显出法时亦都用与标准圖比較的方法, 取 10 个視野的平均值。

1. 渗碳法

以直径 10 毫米×15 毫米或直径 10 毫米×20

毫米的試样在木炭粉 60 份和 BaCO_3 40 份的混合物中以規定的温度保持 6 小时后如普通方法一样用碱性苦味酸腐蝕而作显微檢驗。

如第 7、8、9、10 一样, 在含碳化物生成元素的情况下, 晶粒临界中断而造成晶粒度的測定困难。

2. 石墨堆积法

拋光磨面后的試样埋在木炭粉中, 在規定的温度中保持 2 小时, 冷却后取出, 不腐蝕而作显微檢驗。鋼仅在木炭粉中加热时, 炭几乎不从普通的晶面进入鋼中而只沿晶界进入。因此不生成碳化物而

成为石墨堆积在晶界上。

操作时須注意到微細小节。例如有微量的水分就不发生石墨的侵入,且易发生亚晶粒(sub-grain),在許多情况下不能測定。

3. 二次淬火法

为了防止試样氧化,在真空中以規定的温度与規定的時間加热后水淬。在 A_1 点以上 $40\sim 70^{\circ}\text{C}$ 加热后以其一端放入鉛浴中保持10分钟后再行水淬。磨光和用酸浸腐蚀而作显微檢驗,如試样尺寸小到直徑5毫米 $\times$ 20毫米的程度,則于低碳鋼亦适用。

4. 淬火法

对于碳量少的薄板鋼不受所含元素的影响,为了測定粒度亦使用此法。試样按照此鋼的組成,用1~3毫米适当厚度的15毫米 $\times$ 20毫米者。如表面有氧化层則研磨除去,然后在規定温度和規定時間內在 5×10^{-4} 毫米水銀柱的真空中加热,在 5°C 的冷水中淬冷。这时在干燥的氢或氩的气氛中加热亦佳。但由于气体的清洁操作費事,因此作真空加热。其次在 $150\sim 200^{\circ}\text{C}$ 中作10分钟回火后磨光,在5%苦味酸酒精中后以5% FeCl_3 水溶液腐蚀。由于在苦味酸酒精之后用1%硝酸酒精作数秒种的腐蚀之故,所以如用 FeCl_3 水溶液可获得更好的結果。 FeCl_3 腐蚀液对于如第1或第2那样的低碳鋼可获得特別优良的結果,且能清楚地观察馬氏体方位的差异。但对于第5和第6那样碳量多的鋼則并无效果。象試样第7、8、9那样含特殊元素者只用苦味酸酒精腐蚀,在更短時間中获得显明的組織。

5. 氧化法

以拋光磨面的試样的研磨面向上,在电炉中以規定温度和規定時間內加热后取出,在冷水中淬冷。

表2 氧化法与其他显出法在 1200°C 时
晶粒尺寸的比较

試 样	显出法	氧化法	淬 火 法	二次淬火法
第 1		6.5	4.5	4.5
第 3		6.0	4.3	4.3
第 7		7.3	4.9	4.5
第 9		7.1	4.2	4.8
第 12		6.0	4.9 (渗碳法)	

除去試样的表面氧化膜并以1%硝酸酒精腐蚀而作显微檢驗。

在 925°C 中測定的結果与用其他測定法者极为一致,处理温度再高則有較其他測定法的晶粒度号为大的傾向。表2所示是指出 1200°C 中的結果之例。用电解鉄时亦出現同样的傾向,因此关于其中原因目前正在研究中。

6. 金属扩散法

(1) 銅扩散法

取2个5毫米方、长度15~20毫米的試样,分別在每一块試样5毫米方的一面以砂紙研磨到3个0,在研磨面上分別放上錫并以之加热到錫的熔融温度以上,使錫的附着面互相接触而作成“夹心”(sandwich)試样。以之与木炭粉一起放入磁坩堝中并用电炉使奥氏体晶粒生长。与此同时,在另一电炉容器內使Cu-P(P $\approx 15\%$)略为熔融,把“夹心”試样从木炭粉中取出,在坩堝內壁上部叩击剥落使附着錫的面分下来,迅速地移至Cu-P合金熔浴中。在此温度中約保持30分钟使合金扩散到晶界后在水中急冷。去除附着于試样的合金后再加研磨,并用5%苦味酸酒精腐蚀而作显微檢驗。这种制成的“夹心”試样以及埋入木炭粉中进行奥氏体化的处理认为是防止試样氧化的最好方法;但由于操作稍为复杂,所以也試行了把研磨到3个0的試样就照这样在加热的硼砂浴中进行奥氏体化处理。为了防止通过熔融硼砂层的試样氧化起見,硼砂层应尽可能地使其厚。除試样作显微檢驗面之外的氧化膜亦須完全去除,因此浸入硼砂浴中。尽管如此,认为仍有几分氧化膜的生成。如長時間地使用,則合金浴将成为胶粘的状态而使以后的操作造成困难,关于进行奥氏体化处理的合金浴,在下面所述的鉛扩散法中作更詳細的試驗。

为了比較在硼砂浴中的奥氏体化处理時間与晶粒度的关系,在 925°C 保持30分,1小时,2小时,4小时和6小时后放入Cu-P浴中30分钟而測定晶粒度。第8之例所示与图1所示的渗碳粒度极为一致。为了比較起見,把改变奥氏体化温度时的結果一并列入。

Cu-P浴在使用中与P揮发的同时鋼亦氧化,因此成分依次变化。如放入硼砂則浴的表面的氧化物虽一时溶解而除去,但使合金浴的粘性增加以及溶解生成物附着于試样上,使以后的操作困难。所以为了使合金浴的成分保持不变,試驗了下述的鉛

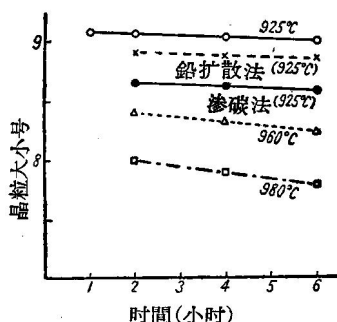


图1 用銅扩散法,加热温度与加热时间在晶粒尺寸上的关系(試样第8)。

扩散法。

(2) 鉛扩散法

代替 Cu-P 浴的鉛浴的使用結果,除了克服了上述的困难外,晶界亦較显明,因此容易測定。

試样的大小和形状与銅扩散时相同,但在接近显微檢驗面的反面处开小孔,通以鎳鉻合金絲便于垂悬于鉛浴中,同时要压住在鉛浴中的試样,以便防止試样由于比重之差而上浮。硼砂浴的容器在銅扩散时使用磁坩堝,但由于冷却时頗多损坏,因此用了 18-8 不銹鋼。鉛浴最初亦用鉄的坩堝,为了防止氧化而添加少量石墨粉,但由于氧化鉄与氧化鉛的共同作用而对坩堝的侵蝕頗大,因此使用了与硼砂浴相同的 18-8 不銹鋼的坩堝。

如前所述,硼砂浴的熔点低,在奥氏体化处理温度范围内的流动性良好,FeO 在試样表面生成而立即溶解,因此試样表面往往能保持洁淨。但在 FeO 溶解中粘性增加,試样浸入后不易立即包围在其周围,特別在显微檢驗的面上密集,因此完全失去了作为保护作用的目的。进入浴中的氧亦有相当的溶解度,因此在長時間的使用中出現由这些溶解氧所引

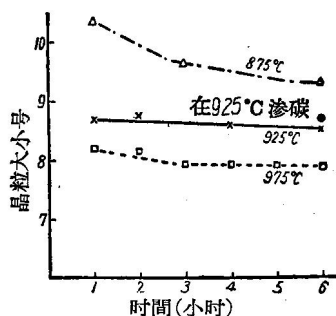


图2 用鉛扩散法,加热温度与加热时间在晶粒大小的关系(試样第10)。

起的作用,可能成为类似氧化法的結果。虽然为了防止进入浴中的氧的溶解,設法吹入 N_2 或 Ar 来調整炉內的气氛,但不能获得十分良好的結果。如在完全惰性气体的气氛中进行处理,虽无問題,但操作复杂。

試用了 $K_2O-SiO_2-Na_2O$ 系炉渣 ($K_2O:SiO_2:Na_2O=1:3:1$) 来代替硼砂,虽然流动性极好以及 FeO 的溶解亦差不多沒有变化,但試样的氧化侵蝕沒有获得比硼砂浴更显殊优良的結果。在 1~2 小时左右短時間处理的情况下,硼砂浴作为簡單的方法来使用亦能充分完成它的目的。当前,能够完全防止試样氧化的奥氏体化处理是以“夹心”試样在木炭粉中进行,虽然操作上略为費事,但不失为最好的方法。

在鉛浴中浸入 10、20、30 及 60 分钟的时间,扩散层較 Cu-P 时为薄。浸入 10 分钟的时间,在再研磨中的消失部分增多,到处只可看出一部分的晶界,浸入 30~60 分钟时间的扩散层約在 0.1 毫米以上。得到非常显明的晶界,因此以后的試驗都采取这段时间内进行。以 5% 苦味酸酒精作为腐蝕剂太弱,5%

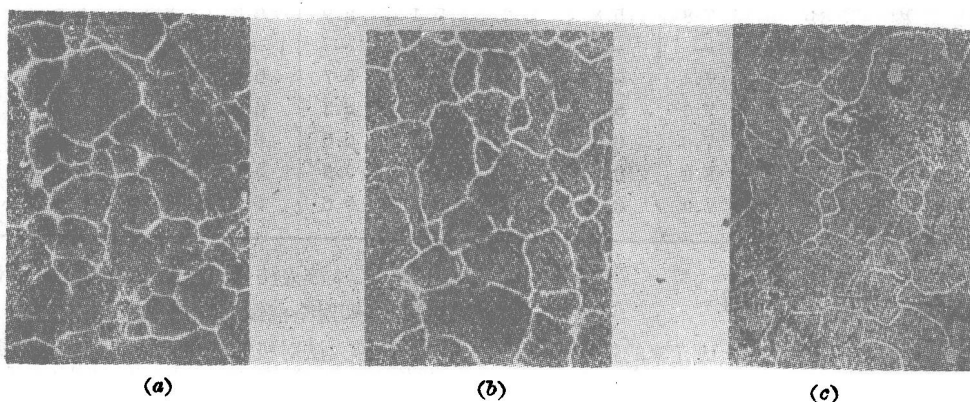


图3 第11在 925°C 用鉛扩散法的晶粒尺寸照相。×250(2/3)

(a) 奥氏体化 2 小时; (b) 奥氏体化 3 小时; (c) 奥氏体化 6 小时

HNO₃ 則太强, 1% HNO₃ 最好。用染色剂的双硫腙, 也試用偏光显微镜作显微檢驗, 但不能肯定获得确实良好結果的条件。

第 8 試样在 925°C 的測定結果一并繪入 图 1。在 875、925、975°C 中作 1~6 小时的奥氏体化处理和 在鉛浴中浸入 1 小时后的第 10 試样的結果如图 2 所示, 第 11 試样在 925°C 中的結果則如图 3 所示。

此法对于任何成分的鋼种都能适用, 晶界非常

鮮明, 因此容易測定晶界和照相。与銅仅在鉄中有溶解度相反, 鉛完全没有溶解度, 因此长时间地浸入鉛浴中亦会象 Cu-P 浴时一样使晶界变粗而沒有变成較眞的晶粒为小的缺点。

对这次进行試驗的各試样的晶粒度的測定結果汇列在表 3 中。图 4 (a)~(b) 所示为第 8 試样用各显出法的显微照相的举例。可从表 3 中看出, 在 925°C 中用各显出法的測定結果, 除石墨堆积法有不能測定的情况外, 其余都非常一致。

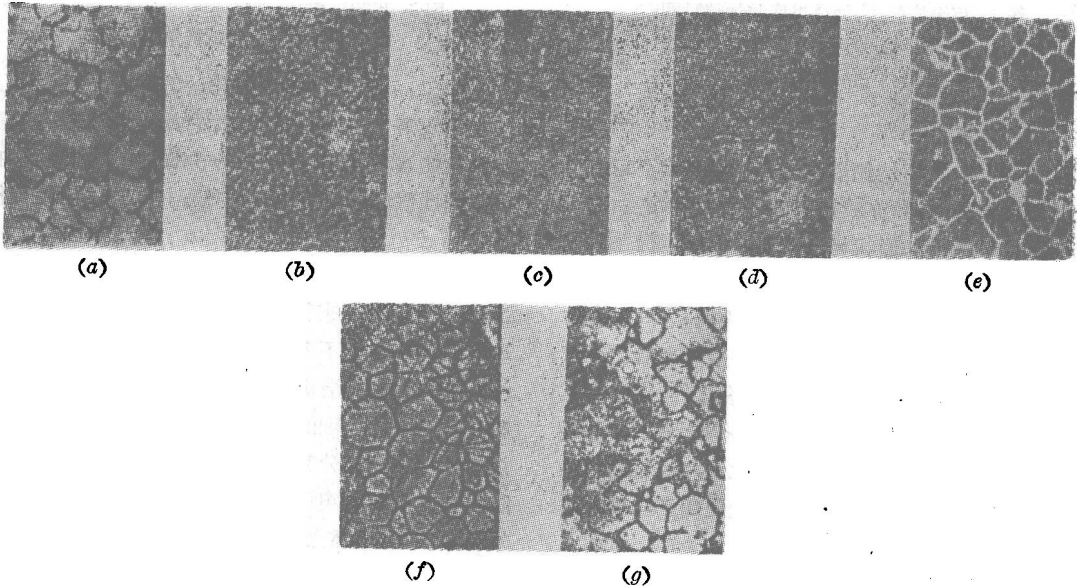


图 4 第 8 在 925°C 用各种显出法的照相 $\times 400(2/3)$

(a) 渗碳法; (b) 石墨堆积法; (c) 二次淬火法; (d) 淬火法; (e) 氧化法;
(f) 銅扩散法; (g) 鉛扩散法

表 3 各种显出法在 925°C 的結果比較

显 出 法	試 样	第 1	第 2	第 3	第 4	第 5	第 6	第 7	第 8	第 9
渗 碳 法		7.8	5.8	6.2	5.4	5.9	6.3	8.5	8.6	8.2
石 墨 堆 积 法		—	—	—	—	—	—	8.5	—	8.3
二 次 淬 火 法		7.4	5.4	5.6	5.2	5.7	6.1	7.7	8.5	8.0
淬 火 法		7.6	5.6	6.1	5.4	6.2	6.0	8.5	8.7	8.3
氧 化 法		7.6	6.0	6.3	5.6	6.0	6.5	8.3	8.3	8.0
銅 扩 散 法		8.0	6.2	6.5	5.5	5.5	5.9	8.7	9.0	8.4
鉛 扩 散 法		7.9	6.1	6.4	5.7	5.6	6.1	8.7	8.8	8.5

結 論

(1) 渗碳法对不含碳化物生成元素的鋼能得出良好的結果, 但有操作時間过长的缺点。

(2) 石墨堆积法除操作困难外还容易发生亚晶粒, 故不宜作为晶粒度的測定法。

(3) 二次淬火法如試样尺寸在直径 5 毫米 $\times$ 20 毫米以下, 則对全部鋼种都适用。

(4) 淬火法对极低的碳鋼特别有效, 但更需要进行腐蝕剂的研究。

(5) 氧化法除操作简单外, 还能适用于全部鋼 (下接第 20 頁)

用氧化法評定奧氏体晶粒 度

〔西德〕D. Schreiber 等

本文叙述了对含碳量約至0.75%的碳素鋼及16MnCr5渗碳鋼，在奧氏体晶粒 度評定中，按麦夸特及恩氏法和按氧化法在适应性上的对比研究。在氧化法中保 温時間和加热温度的影响，并作了推断。

自从認識到由热处理所引起的 γ -固溶体会影响鋼的性能后，大家都致力于测定奧氏体晶粒 度。1922年由麦夸特(H. W. Mequaid)及恩氏(E. W. Ehn)所創的渗碳試驗法乃最先采用解决方法之一，此法至今仍被广泛地使用着。麦夸特及恩的工作，其存在价值在于他們將奧氏体晶粒度的意义作为鋼冶金特性的标志。但有許多文章对此法持有反对意見。例如有这样的顾虑，即在渗碳时，奧氏体晶粒 的成长会受到影响，因此对奧氏体晶粒度的真实判断、特別在調质鋼中，成为不可靠。此外，由于渗碳是在一定温度和保温時間下进行的，就不能說明奧氏体晶粒 成长的趋向。要將試驗扩展到在較低温度和較短保温時間也很难能的，因为在此种条件下，常不会构成相关連的碳化鉄网。

从很多想采用較简单方法来代替麦夸特-恩渗 碳試驗的办法中，看来以氧化法为最佳，具有通用性。海拉西門柯(P. Herasymenko)氏首先研究了这个方法，其研究結果导使托平和肯庸(H. Tobin, R. L. Kenyon)氏发展了一个类同的方法，而使用于某种共析鋼中。孔恩(A. Kohn)曾在一項基础研究中，抓住其意向并深入研究。司塞基(P. Széki)的工作是不能不叙述的，他評定了低碳鋼中的奧氏体晶粒 度。为了在相当的加热中氧化晶界，他使用了市場供应、含有大量氧气的氮气。根据司卡雷克和西哈氏(H. Šharek, K. Čiha)所报告，氧化法已列入捷克国家标准ČSN 420 463中，在这个标准中載着加 热温度为930°C，保温時間为3小时。

进行試驗

在研究中选用了七种鋼，其化学成分載于表1。除調质鋼外，还对二种熟知的、根据西德工业标准17210的渗碳鋼作了研究，評定这种鋼的奧氏体晶粒

度，具有特殊的意义。此外，在試驗計劃中还列入了一种鋁鎮靜的細晶粒鋼，以确定氧化法在这方面的使用可能性。

表1 研究用鋼的化学成分

序 号	照 DIN 17006 的簡称	C%	Si%	Mn%	P%	S%	Al%	Cr%
1	O 15	0.17	0.29	0.55	0.024	0.021		
2	O 45	0.40	0.37	0.74	0.014	0.021		
3	O 75	0.72	0.28	0.76	0.027	0.021		
4	①	0.26	0.37	0.55	0.016	0.020		
5	16MnCr5	0.18	0.16	1.21	0.028	0.017		0.95
6	MU St 4	0.05	0.01	0.31	0.014	0.023		
7	MR St 4	0.06	0.06	0.35	0.019	0.022	0.044	

① 鎮靜平炉鋼

第一組試驗中，考核了温度和保温時間的影响。从全部鋼种中取出試样，将其表面預磨至最細粒 度，結束后，將試样送入馬弗炉中，到达預定温度后，停 留20分钟、1小时或3小时，接着在水中冷却。此 时，表面上所构成的鱗片(Zunder)大部分爆落下来，余下部分用机械方法也极易去除。將試样在最細 的金鋼砂紙上作短时抛磨后，在15%的盐酸乙醇腐蝕 約1分钟。但在磨削和抛光时，适当地殘留少量鱗 片，以确定氧气所要标志的奧氏体晶界区域还未被 去除。

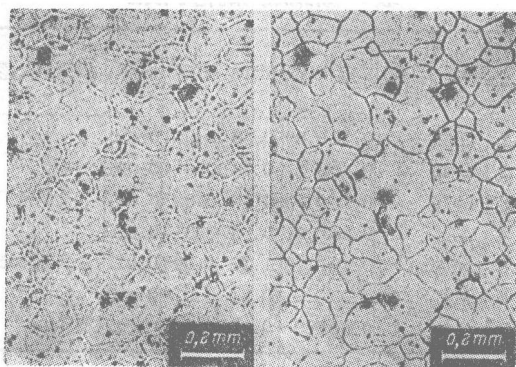
为使这个方法能与按照麦夸特-恩氏的方法相 比較，还作了第二組試驗，其要点完全相似。所須注 意者，麦夸特-恩氏試驗的加热時間为8小时，因此 須將按照第一組方法进行准备的試样放在一座管状 炉(Röhrenofen)內，在927°C中加热7小时。采用 經過小心地清洁和干燥了的氬气作为保护气，則在 此段時間內可达到試驗所要求的防止氧化，然后氬

气流由氧气代替,使试样在氧化气氛中加热1小时,再在水中淬冷,再如前述一样,为显微镜下研究做好各项准备工作。

第三组试验则根据麦夸特-恩氏方法,将试样置于碳酸钡和木炭混合物中,作8小时渗碳,以评定其奥氏体晶粒度。

試驗結果

在麦夸特与恩氏的试验中,奥氏体晶界以碳化铁网为标志,用苦酸钠溶液腐蚀后显色。但与上述相反,经氧气扩散而确定的晶界则是以15%的盐酸乙醇来观察的,它不显色,但对晶界处的腐蚀较晶粒面为强,造成槽形凹洼。这些盆槽,如稍从晶粒断面的溶液增浓区域(Schärpenbereich)处看,就能清晰地看到。随着把这些增浓的平面放在磨片平面的上部或下部,其网络分别地显示出明亮或阴暗。这个



a) 晶界明亮

b) 晶界阴暗

图1a及b C15鋼在显微镜增浓平面不同调节下的組織

试样在900°C下加热20分钟,然后在水中淬冷(腐蚀:15%盐酸乙醇;200:1)

事实同时还有一个优点,即铁素体晶界是不增浓的,因此不再妨碍晶粒度的评定。图1a及b乃示这两种可能性的200倍放大。

这种酸蚀显然与氧气的扩散关联在一起,主要是它在达到1000°C温度内造成晶界扩散。温度超过1000°C以上,用氧化法评定晶粒度就困难了,看来这里体积扩散有强烈影响。温度在900°C以下时,晶界的刻痕非常显著,使我们在多数情况下,例如在加热到近800°C温度范围内,十分经常地看到沿着晶界上的不规则线纹(图2),而按照相同的试样处理中,在温度超过850°C时,就不能确定这些现象。在兴克,希米特曼和穆勒氏(H. Shenck, E. Schmidtman, H. Müller)的研究中,以另外一种关系来说明这个情况。图3a至d很好地展示了与温度有关的各种过程的扩散情况。

氧气沿着晶界的穿入深度是相当小的(图4)。由于这个深度看来不随加热持续时间而增加,因此

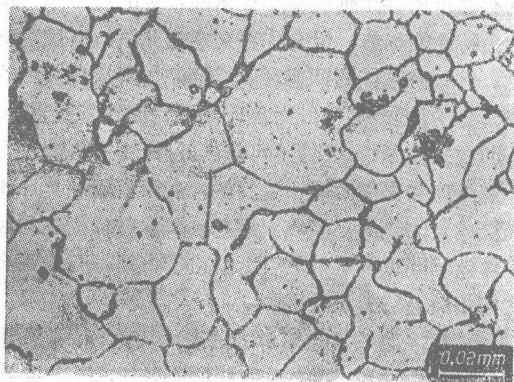
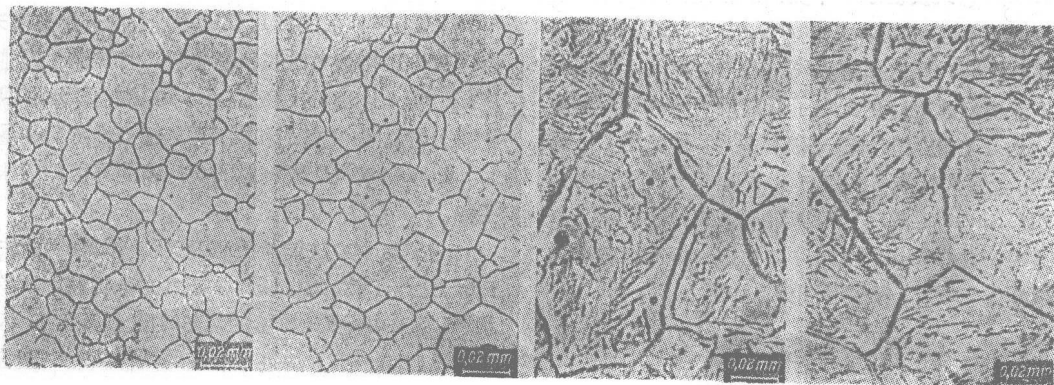


图2 C15鋼的晶界上不规则线紋

试样在800°C下加热20分钟,然后在水中淬冷(腐蚀:15%盐酸乙醇;500:1)



a) 850°C

b) 900°C

c) 950°C

d) 1000°C

图3a至d 含碳约0.25%的碳素钢奥氏体晶粒度(按表1,序号为4的钢)与温度的关系

试样加热时间20分钟,然后在水中淬冷(腐蚀15%盐酸乙醇;375:1,原始500:1)

片落只发展在表面上这个結論是非常接近的。同时在图中也可看到，我們对所处理的試样进行磨削和抛光时，必須小心，不要磨在氧气还未透入的表层上。試样磨去少，则在磨片上还能看到如图 2 所示的清晰綫紋。根据这种現象的一种方法，孔恩氏已作了报道。

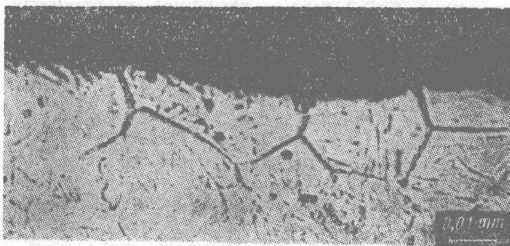


图 4 氧气扩散至 C15 鋼的表面內 927°C 下加热，
試样最后在水中淬冷(腐蝕: 15% 盐
酸乙醇; 750:1)

为了能够說明关于在不同温度、不同時間下，到底从磨样的表面帶走了多少鉄，因此作了片落試驗 (Verzunderungsversuche)。在这項試驗中，已經过磨削平面的鋼試样，事先加以精确測量，并在与氧化法所用相同条件下，将其放入一只馬弗炉內加热，在每一档温度下 (850、900、950 和 1000°C) 每次均有試样分別停留 20 分钟，1 小时及 3 小时的加热持續時間。最后对这些試样再如氧化法中所要求者，进行預备工作，对这样加过工的試样，重新測量其厚度。这組試驗的結果如图 5 所示。从三条曲綫中得到，在 900°C 中加热、氧化時間为 1 小时者，从表面帶走的鉄为 0.15 毫米。为了获得这个剝落层厚度到底相

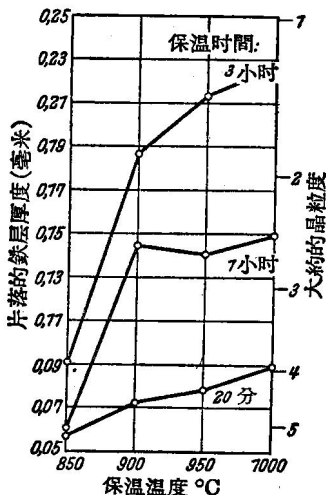


图 5 加热温度与保温時間对 C15 鋼試样片落
层厚度的影响
(試样在加热后磨削, 抛光及腐蝕)

当那种晶粒度的概念，在图的右面纵坐标上标志了大約的晶粒度。从这里可以看出，为使剝落相当于 3 級晶粒度的晶粒片落层，则温度 900°C 以上，1 小时就已够了。从試驗結果中发现，由于氧气扩散阻碍其成长的奥氏体晶粒，从表面上剝落，位于下面的晶界又重新显示出来，所以用扩散的氧气可高度避免其成长的阻碍。

需要澄清的第二点是加热持續時間对晶粒度的影响程度。对于这个問題，我們用氧化法测定了表 1 中 16MnCr5、C15 及碳素鋼 St4 三种鋼的奥氏体晶粒度，其間每种試样均加热 20 分钟、1 小时及 3 小时。图 6 乃其結果，我們看到，20 分钟后的晶粒长大还是相当少的，其后約至 1 小时时，則急剧上升，最后上升又回降或甚至完全停止。在通常情況下，晶粒度的上升在 1 至 3 小时之間是不显著的，所以从尽量縮短試驗時間出发，对所有以下試驗，均以 1 小时加热時間代替，看来亦是成功的。此外，由于不同試样厚度所引起加热時間上的可能差距，影响还是很小。

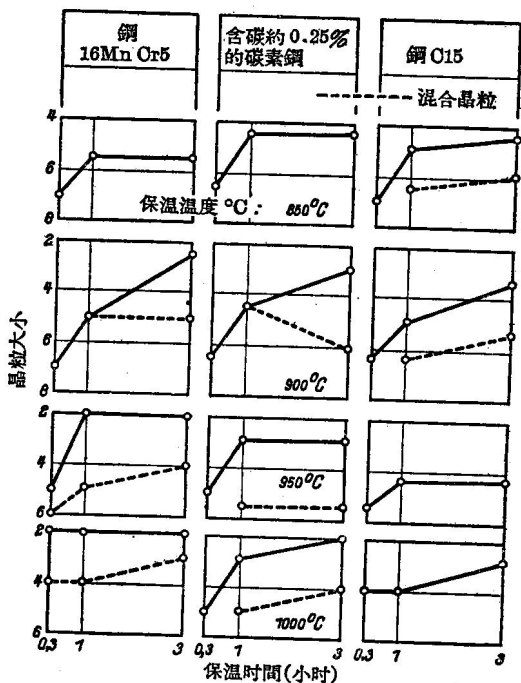


图 6 加热温度与保温時間对研究的三种鋼的
奥氏体晶粒度影响

通过这些試驗，使工作方式清楚后，則可使用到七种不同鋼种上去。首先是在加热持續時間为 1 小时的条件下测定其奥氏体晶粒度与温度的关系。从图 7 有关曲綫中清楚地指出，晶粒度随温度升高而

增大，而从一定温度开始，常出现一种混合晶粒 (Mischkorn)。仅用铝镇静 MR St 4 鋼如所期待的为明显的例外。

为考核长时间加热对晶粒度的影响，将试样在氩气保护下加热至 927°C，保温 7 小时，然后在同等温度下，用空气氧化 1 小时。所得之值与图 7 所载相同，并指明此处所期待的完全达到。出人意外的乃当试验温度提高 23°C 至 950°C 时，已排除了对时间的影响。此外，与其他鋼种相反，对渗碳鋼言，受加热时间的影响很少。

将同一鋼种，使在氩气和空气中作 927°C 长时间加热，将所評定晶粒度的結果与按照麦夸特-恩方法所得者相对照，其数值载于图 7 中，并指出，这两种方法是能很好地符合的。

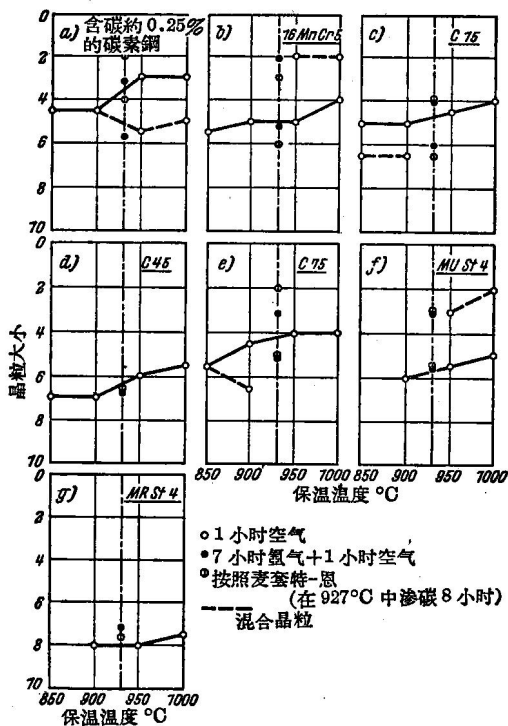


图 7 测定奥氏体晶粒中氧化法与按照麦夸特-恩渗碳法的对比

从比较上述三种测定晶粒度方法的结果后，可以肯定麦夸特-恩方法可用氧化法代替。用此法有个很大优点，所需费用和時間較少，每种試驗进行上无巨大困难。此外，它可用于每一种碳素鋼和含碳量較少的低合金鋼中，同时通过温度与時間的变动，使之适合于当时的真实操作条件，其中对調质鋼有特别意义，对它們說，不存在操作上的渗碳淬火。如采用普通的硝酸来代替盐酸作为腐蚀剂，則除奥氏

体晶界外，也能清楚地显示铁素体晶粒，这样就有可能在某些情况下，从同一磨片中直接观察到奥氏体晶粒与铁素体晶粒之间的关系。

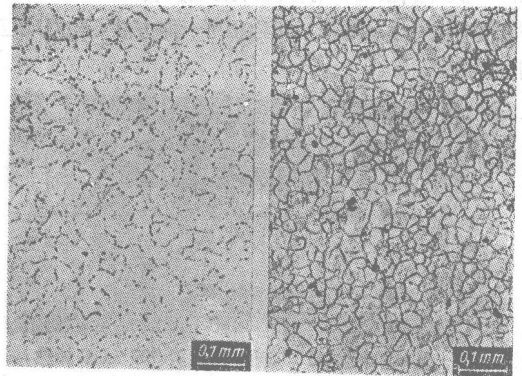


图 8 a 及 b 按麦夸特-恩法及氧化法对奥氏体晶粒度的可见性

a) 按麦夸特-恩法 b) 氧化法

按麦夸特-恩氏方法测定晶粒度，如果在晶界处的碳化铁未构成相关的网络时，常出现了困难，其晶界必须由断口 (Bruchstücke) 来辨认。在这些情况下，图 8 a 及 b 指出了氧化法的优越性。

結 語

按照麦夸特及恩测定奥氏体晶粒度的一般方法，存在一系列缺点，为去除这些缺点，当前的工作須继续发展氧化法。

此处所采用的氧化法的性质，乃是将预先磨好的试样放入一座不装保护气的馬弗炉内加热。试样的表面在空气中加热受到一次起鳞，另一方面，氧气沿着奥氏体晶界扩散到还未起鳞的材料内部。将表面很小心地磨去，并以盐酸乙醇腐蚀后，就能看到由氧气扩散而显现的奥氏体晶界。在处理中，时间和温度可較大幅度地变动，以适应操作中的条件，就中以 950°C 中加热，保温時間 1 至 3 小时，最后以水淬冷者为最适合。

氧化法的应用，曾在 C15, C45, C75, 16MnCr5, MSt 4 和一些含碳量約 0.25% 的其他碳素鋼中作了試驗，由此繪出了許多曲綫。这些曲綫给出了温度从刚超过 Ac3 点起至 1000°C、加热持續時間从 20 分钟至 8 小时的条件下，其奥氏体晶粒的成长。从曲綫中能指出，在相同的試驗温度和保温時間下，氧化法和按麦夸特-恩的試驗法能很好地符合一致。由于在氧化过程中，所試驗的试样上层經常在起鳞剥落、經常显现新的晶界，其晶粒成长不受阻碍，所

以在氧化法中，晶粒成长的影响受限到最小程度。

除簡易省时外，氧化法还有的优点是：在試驗中，試样的化学成分不受变动，这在操作上要求相同条件中可以使用，特別对于調质鋼，它在操作中是沒有滲碳淬火的。

× × ×

对这个报告有下列几种議論。

阿道尔夫·罗塞(Adolf Rose)：看来需要指出的是，用氧化法測定晶粒度是与一些假設相連系起来的，这些假設限制了用途。对于氧化所需要的奥氏体轉变持續時間不能保持在最低数內。它亦沒有排除奥氏体晶粒在其界限确定后，还繼續长大的可能性。还有，正象加热板显微镜(Heiztischmikroskop)下所作奥氏体晶粒研究中一样，晶粒的构成只包含在自由表面上，可以想象，这些情况还会变动到內部去。如去除了这些假設，則作为方法来讲，变成是沿着早先的奥氏体晶界去观察鉄素体网络(Ferritnetzwerk)和观察馬氏体的形成。第一种观察受到須具有一定含碳量的試样、并須最适当地冷却的限制。对第二种观察，除受限于馬氏体的淬冷外，并无其他受限制的假設。这样測定晶粒度就比較困难，因为針状馬氏体的排列与早先的奥氏体晶粒之間，不常是可以順利地辨識出来。

艾恩斯特·孔茲(Ernst Kunze, Krefeld)：麦夸特-恩的滲碳法与氧化法之間，应从所試的鋼加以区别对待。对于滲碳鋼的試驗中，我认为晶界的評定以麦夸特-恩氏方法为較妥善，因为此法中长的滲

碳時間接近于滲碳鋼滲碳所要的保温時間。如果注意到在氧化法中，奥氏体轉变持續時間只是很短暫的，則不禁要問，在这些試驗中，这二种方法的結果怎么会很好地符合一致呢。

下面我所做的方法，同样能很好代替麦夸特及恩对晶粒度評定的方法：將鋼样在已很小心地清洗过的氬气內加热，經若干時間后輸以若干空气或氧气，使其构成一层輕度的氧化膜。將氧化了的試样浸入不含水分的熔盐(Salzschnmelze) (例如硝酸鈉)中，則其鱗片很易暴露下来，能很清晰地看出其奥氏体晶界。

蒂脫里希·希賴勃尔(Dietrich Schreiber)：从一个平的磨面看，則連同拋光的磨削是較适合的，此外奥氏体晶界不仅直接显示在表面上。

氧化法和按照麦夸特-恩滲碳法的結果相符合一致，亦經我們用統計法作了考核。例如將4种含碳量約0.1~0.2%的各种鋼的45个熔炼号(Schmelzen)研究其奥氏体晶粒度，按其結果可將鋼分为二組，即鋼的晶粒度从1~4，和另一种从5~8。对第一組鋼用氧化法測定其晶粒度为平均3.7，而按麦夸特-恩方法，其平均晶粒度为2.5。在晶粒較細的鋼組中(晶粒度5~8)按氧化法的相应值为5.9，按麦夸特-恩法为5.5。两种方法間的符合程度对晶粒較細的鋼很好，对較粗晶粒的鋼則較差。

(陈錫康譯自《Archiv für das Eisen-
hüttenwesen》Heft 12, 1961
857~861 頁)

用腐蝕气体显出奥氏体晶粒的新方法

〔日本〕 染野 檀 等

緒 言

奥氏体晶粒度的确定法已在日本工业标准中有所規定,除此之外尚有不同測定法。通常利用奥氏体晶粒边界的特性来显示高温中的奥氏体晶粒。作者认为,在不銹鋼的光亮加热中利用 HCl 气体,就能使 HCl 气体强烈地腐蝕晶粒边界,因此对利用这种腐蝕气体的作用来显出晶粒进行了研究。

为了要在常温中了解高温中的組織,必須在高温中用化学方法显出組織而在常温中加以保持。如瞬間氧化法和大气压下的氧化法等都是利用高温中化学反应的方法。假如象 HCl 那样的腐蝕性气体在高温中对鋼发生作用的話,那么由于腐蝕速度上的差别,不但能显出晶粒边界,而且也能显出該温度下的基体組織。

本文是关于二三种材料用这种腐蝕性气体显出奥氏体晶粒边界的試驗結果的报告。

实验装置和方法

1. 光亮加热和气体浸蝕

图 1 是气氛调节装置和气体浸蝕炉的簡图。用装入高压容器的氢和氮作为中性气体。試样首先在中性气体中光亮加热,隨即把腐蝕性气体(例如 HCl 和 Cl_2 气体)混入而进行气体浸蝕。光亮加热时如中性气体中混有氧或水蒸汽,那么就有引起材料氧化或脫碳那样的副作用之慮。为了防止这种副作用,

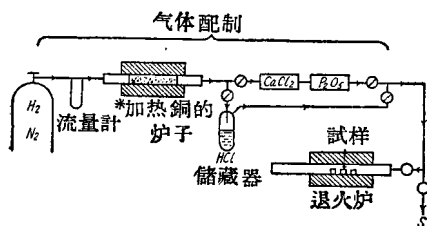


图 1 气体配制装置和退火炉

* 用铜屑在炉中加热,以去除 H_2 或 N_2 中的氧气。

—校者注

用,应注意預先去除这些氧化性的气体。

2. 真空加热和气体浸蝕

图 2 所示为这种实验用的装置。装置的主要部分是透明石英管。鋼試片 A 先放入試样罐 B 中。試样用推杆 C 借磁性的作用而移动并推入反应管 D 的 E 端。然后用推杆 F 推进反应管 D 中。反应終了后再由推杆 F 自反应管的另一 H 端推出而自然地落入水銀槽 J 中冷却。K 为取出試样的出口。这装置的 M 上有 10^{-4} 毫米水銀柱以上的真空装置,并可在 N 上与图 1 气体调节装置的 S 相連。使用这种装置可使真空加热后容易进行气体浸蝕。这是先在气体容器中贮存浸蝕用的气体,再由进口 N 引入图 1 所示装置所调节的气体。如用空气或氧作为浸蝕气体,那么应用氧化法也有可能。

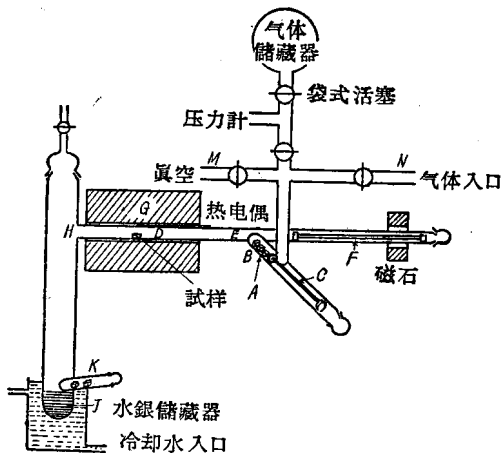


图 2 气体浸蝕装置

3. 浸蝕气体

有各种气体可作为浸蝕气体之用,但腐蝕生成物应能气化,氧化物一般是高熔点的,反之氯化物則非常富有揮发性,因此用氯化氢或氯气来腐蝕是有利的。其中氯气对于真空装置的潤滑油和扩散泵油等有强烈作用的缺点,因此主要使用氯化氢。

試 样

主要对碳素鋼(S35C、SK7、SK4等*)进行試驗,特殊鋼則对表1所列的鋼种进行。

以这种鋼材切成 $10 \times 10 \times 5$ 毫米的試样,把观察面作鏡面似的拋光后以供实验之用。在高温中气体浸蝕一定時間后急冷,然后立即水洗、干燥,并用显微镜檢查。

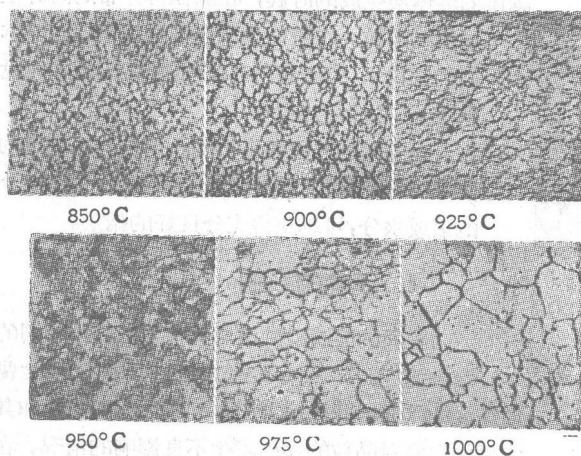
表1 特殊鋼試样的化学成分

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	
S Cr 22	0.19	0.24	0.64	0.017	0.012	1.02	0.07	—	0.19	
SOM 4	0.41	0.31	0.53	0.019	0.005	1.11	0.09	0.22	0.21	B
SNO 22	0.18	0.33	0.52	0.015	0.008	0.82	3.31	—	0.16	0.0014
Ni-Cr-Mo	0.54	0.18	0.70	0.012	0.011	1.00	2.09	0.30	—	
SNOM 25	0.14	0.26	0.37	0.015	0.010	0.73	4.02	0.23	0.17	

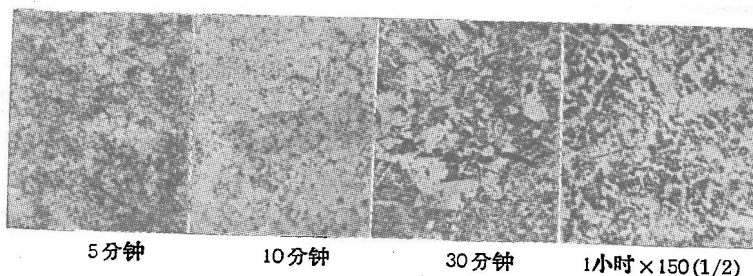
实验結果

1. 加热温度的影响

照相1所示是在 $850 \sim 1000^\circ\text{C}$ 加热1小时晶粒成长后,轉換活塞送入氯化氫气体浸蝕10分钟所显出的晶粒边界状况。用SK7的試样,晶粒的显出



照相1 用气体浸蝕法显示温度对表面晶粒度的影响
試样: SK7 $\times 150(1/2)$



照相2 用 925°C 氯化氫腐蝕時間对表面的影响
試样: S35C。

較好。在較高的温度中,不仅进行晶粒边界的腐蝕,而且亦进行晶粒面的腐蝕,可清楚地看出 975°C 試样的双晶生成。温度在 950°C 以上的試样为了使晶粒边界清晰起見,把浸蝕面輕微地拋光。

2. 气体浸蝕時間的影响

关于普通显微組織的显出,如浸蝕的时间不适当,就不能順利地显示出組織。也和高温气体浸蝕的情况相同,是以气体的种类、濃度、处理温度和鋼材的种类为轉移的。用氫气通过濃盐酸液面而帶入氯化氫的情况下,在 1000°C 浸蝕1~2分钟不够充分,3分钟則开始清楚地显出晶粒边界,5~10分钟的浸蝕最好。

如浸蝕时间在30分钟以上,那么晶粒面有显著的腐蝕,晶粒边界就不清楚了。照相2所示是S35C試样在 925°C 加热1小时并浸蝕5分钟至1小时的条件下的浸蝕状况。如氯化氫的濃度小,那么在長時間的浸蝕下也会清晰地显出晶粒边界的。例如照相6所示是氯化氫的分压力为1毫米,在 1000°C 进行30分钟至1小时的浸蝕,亦有清晰的晶粒边界。

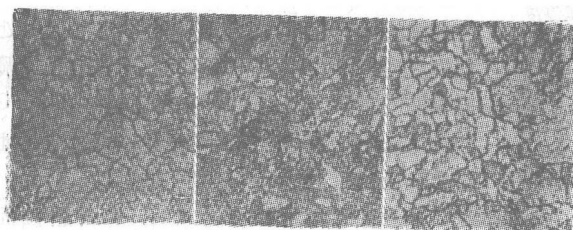
* 分別相当于我国的35, 65和碳10号鋼——譯者注。

3. 稀釋气体的影响

(1) 在用氫和氮作为稀釋气体的情况下，沒有看出有本质的差异。

(2) 脫碳的影响。試样如由稀釋气体引起脫碳或滲碳，那么也有表面显出晶粒而內部的晶粒并不正确显出的情况，在用氫或氮的情况下，有水蒸汽或氧夹杂会引起脫碳。为了要明了脫碳的影响，調节了气氛中的蒸汽压力并研究試样表面晶粒的显出情况。其結果是925°C加热1小时脫碳显著的試样，有出現較為細小晶粒的場合；如注意脫水可获得良好的結果。鋼在湿潤的氫中820°C左右长时加热后，表面产生柱状鉄素体层。在此情况下，表面由于显出鉄素体层的晶粒而与內部的晶粒不同。

照相3所示是SK7在改变氫的干燥度并在820°C加热3小时后的表面晶粒。但看不出由于干燥度的差别。在任何情况下，在断面的考查中，都看不出鉄素体层的生成。但应注意可能由于鋼中的含碳量、晶粒度、气氛中脫碳性气体成分的濃度以及处理時間而产生鉄素体层。

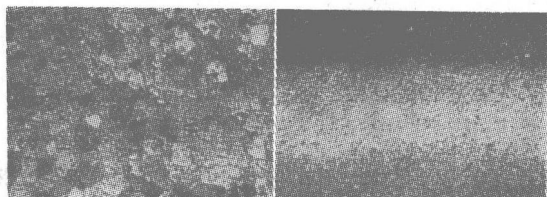


气氛： H_2 用 $CaCl_2$ + P_2O_5 干燥 H_2 用 $CaCl_2$ 干燥 湿的氫
×500(1/2)

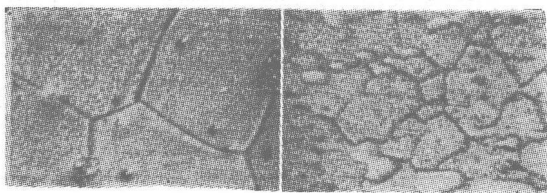
照相3 在820°C用气体浸蚀法时水蒸气对表面晶粒的影响，試样：SK7

茲述高速鋼的實驗結果作为鉄素体层容易产生之例。把高速鋼在氫中加热，在1100°C以下的晶粒极小；在1200°C以上則出現非常大的表面晶粒。照相4所示是第2种高速鋼(SKH2)*在1200°C加热1.5小时后的晶粒。照相4a~b是用氯化氫气体腐蝕的表面晶粒，显示出晶粒极为粗大。但試研究其断面，內部的晶粒如照相4d所示那样非常細的。試样表面如照相4c所示的因显殊脫碳而产生鉄素体层，可看出这种試样的晶粒边界极大。因此可知上述照相4a~b表面晶粒表现了这鉄素体层的晶粒。

按照高速鋼的状态图，这种处理温度如在低碳方面，那么由鉄素体固溶体和碳化物所成；如在高碳方面則以 γ 固溶体为主。这样的材料，在脫碳情况下，鉄素体固溶体中的碳扩散系数远較 γ 固溶体的



a) 用气体浸蝕的表面 晶粒 ×150(1/2) b) 用气体浸蝕的表面 晶粒 ×1500(1/2)



c) 脫碳組織 ×150(1/2) d) 內部晶粒 ×1500(1/2)

照相4 高速鋼(SKH2)在1200°C的脫碳和晶粒度

碳扩散系数为大。而且鉄素体固溶体的碳固溶度相当大，因此碳通过扩散速度快的鉄素体固溶体层而迅速脫碳并在表面产生鉄素体固溶体层。当这种鉄素体固溶体层生成的时候，在晶粒再分布的同时生成大的晶粒。在表面生成这样的鉄素体固溶体层的条件下，应避免用气体浸蚀法，因此在无脫碳气氛中进行为佳。

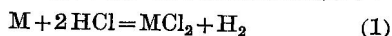
高速鋼的处理温度极高，这是非常特殊的例子。普通鋼材如能注意除去气氛中氧化成分的氧或水分，可以获得充分良好的結果。

4. 鋼种的影响

普通的溶液浸蚀按照鋼种而有极不相同的浸蚀速度。高温气体浸蚀也根据鋼种而发生腐蝕速度的差异。此外按照添加元素亦有因氧化和其它副作用而对晶粒的显出发生不良影响的情况。在研究各种金属和氯化氫的高温化学作用时，其金属氯化物的性质是重要的。表2所列金属氯化物的融点和沸点。

由此可知金属的氯化物一般容易挥发，在測定晶粒度的温度范围内，其蒸汽压力相当高，因此在試样表面并不产生氯化膜。此点是与氧化物完全不同的性质。

再則在氫的气氛中氯化氫和金属的反应如下：



* 其化学成分为 C 0.65~0.85%，Si < 0.35%，Mn < 0.6%，S < 0.03%，P < 0.03%，Cr 3.5~4.5%，W 1.7~1.9%，V 0.5~1.0%。

表 2 金属氯化物的熔点和沸点

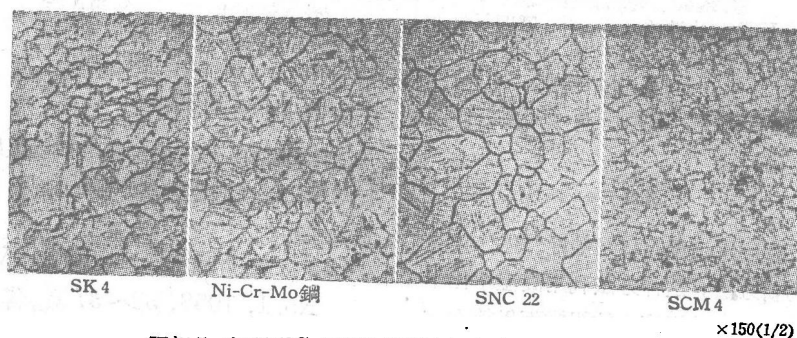
金属氯化物	熔点 (°C)	沸点 (°C)
CuCl ₂	630	分解
NiCl ₂		973 (升华)
FeCl ₂	677	1023 (升华)
CrCl ₂		1200
TiCl ₂	-30	136.4
AlCl ₃	190° (2.5 大气压)	177.8 (升华)
SiCl ₄	-70	57.71

因此可以预料式(1)的平衡偏于左面的并不十分腐蚀的铜、镍，偏于右面的反应相当快的硅、铝、钛、铬等。图 3 所示为这种用氯化氢的高温腐蚀的一例。同图又示出碳素钢、19% 铬钢和 18-8 不锈钢在氯

化氢的分压 1 毫米水银柱的氢气流中加热情况下的腐蚀量。指出碳素钢在 900~1050°C 的腐蚀量几乎与时间成直线地增加，合金钢则成抛物线地增加，腐蚀是局部地强烈进行的。

在钢中含大量铬、硅、锰等的情况下，这些金属被气氛中的氧化成分所氧化，因此晶粒的显出并不清晰。在普通结构钢的范围内，如能充分除去气氛中的水分，那么由于混入微量的氯化氢而容易光亮加热，所以没有障碍。

照相 5 所示为二三种钢的晶粒显出情况，都显示得很清楚。照相中可看出含镍的钢的晶粒面呈魏氏组织，但认为这是由冷却途中的转变而来的。



照相 5 在 925°C 用气体浸蚀法显出的钢的晶粒边界

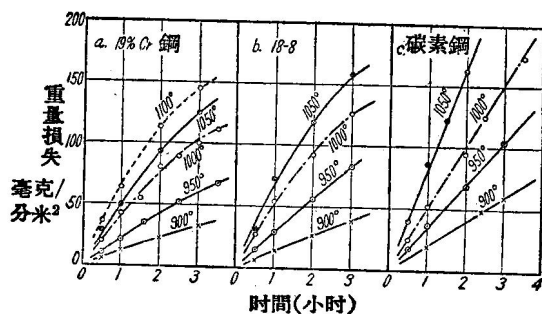
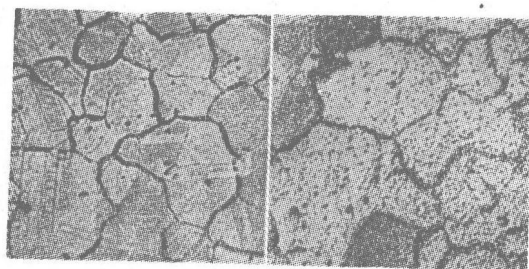


图 3 用氯化氢高温腐蚀时温度对钢的失重关系



照相 6 不銹鋼在 1000°C 用气体浸蚀法显出的表面组织

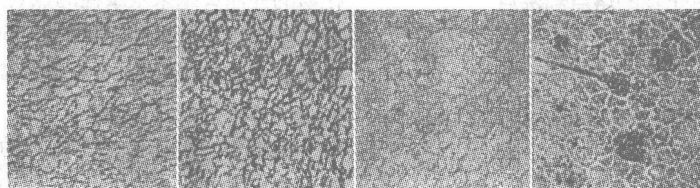
一般说来，特殊钢的晶粒较碳素钢容易显出。高铬钢由于铬的选择氧化而光亮加热极为困难，照相 6 所示为 18-8 不锈钢和 19% 铬钢的高温腐蚀情况。处理条件是在氯化氢的分压 1 毫米水银柱的氢中 1000°C 加热 2 小时，都清楚地显出晶粒边界，并明显地指出奥氏体不锈钢和铁素体不锈钢的高温腐蚀的差异。

5. 与其它方法的比较

奥氏体晶粒的显示虽有种种方法，但只比较了其中的淬火回火法、瞬间氧化法和常压氧化法。

照相 7 所示是这些方法的结果。照相 7a 为碳素钢 SK 7 在 925°C 加热 1 小时后的结果(常压氧化法是 5 小时加热后的结果)。常压氧化法有氧化后把试样斜的切断加以研磨就显出正确的晶粒，本实验是从表面直接研磨的。因此可能看到略为细小晶粒的情况。

照相 7b 是作为特殊钢 SNCM 25 在 925°C 加热后的结果。用气体腐蚀法呈现魏氏组织，可清楚地看出晶粒边界。淬火回火法要求熟练，否则不易显出晶粒边界，但这些方法之间并无大的差异。



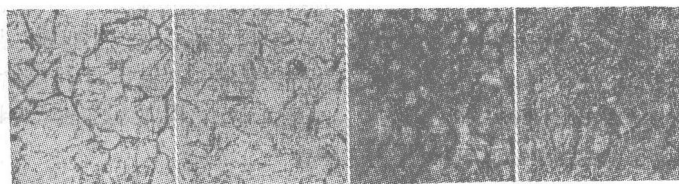
HCl 气体浸蝕
(H₂) (1 小时)

HCl 气体浸蝕
(N₂) (1 小时)

瞬間氧化法
(1 小时)

常压氧化法
(5 小时)

(a) 試样: SK 7, 温度: 925°C ×150(1/2)



HCl 气体浸蝕

瞬間氧化法

常压氧化法
(5 小时)

退火法

(b) 試样: SNOM 25, 温度: 925°C ×150(1/2)

照相 7 用气体浸蝕法和其它方法显出的奥氏体晶粒边界

总 結

本文叙述了利用氯化氢这样腐蚀性气体作为显出奥氏体晶粒的新方法。这种方法利用高温中化学反应速度的差异显出在此温度中的組織而仍能在常温中加以研究, 因此为最簡易的方法。装置和檢出

方法比較簡單, 也把內部真的粒度很好地再显出, 获得与氧化法或其它方法一致的结果, 因此可以认为适合实用。

(王允元譯自《鉄と鋼》Vol. 44,
No. 1, 1958, 33~37 頁, 傅松圃校)