

高速钢中碳化物相的定量分析  
X 射线衍射仪法

YB/T 5336—2006

(GB/T 8359—1987 调整)

Carbides in high speed steel—Quantitative phase analysis  
—Method of X-ray diffractometer

本标准适用于淬火、退火、回火态的钨系、钨钼系高速钢中碳化物相 MC、M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>、M<sub>6</sub>C 的 X 射线衍射定量分析。

1 原理及计算公式

当高速钢中的碳化物仅含有 MC、M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>、M<sub>6</sub>C 三相时,它们的含量与 X 射线衍射线累积强度之间有如下关系:

$$\left. \begin{aligned} X_{MC} &= \frac{1}{K_{M_6C}^{MC}} \cdot \frac{I_{MC}}{I_{M_6C}} \cdot X_{M_6C} \\ X_{M_{23}C_6} &= \frac{1}{K_{M_6C}^{M_{23}C_6}} \cdot \frac{I_{M_{23}C_6}}{I_{M_6C}} \cdot X_{M_6C} \\ X_{MC} + X_{M_{23}C_6} + X_{M_6C} &= 1 \end{aligned} \right\} \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $X_{MC}$ 、 $X_{M_{23}C_6}$ 、 $X_{M_6C}$ ——分别为 MC、M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>、M<sub>6</sub>C 在碳化物总量中所占的重量分数;

$I_{MC}$ 、 $I_{M_{23}C_6}$ 、 $I_{M_6C}$ ——分别为各碳化物相在特定晶面上的衍射线累积强度;

$K_{M_6C}^{MC}$ 、 $K_{M_6C}^{M_{23}C_6}$ ——分别为 MC 和 M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> 对 M<sub>6</sub>C 的衍射线强度比例常数,即 K 值(含义见 GB 5225—85《金属材料定量相分析 X 射线衍射 K 值法》)。

本标准规定各碳化物相进行测定的特定晶面为 MC(111)、M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>(511)、M<sub>6</sub>C(422)晶面。

本标准给出在 CoK<sub>α</sub> 辐射(后置石墨单色器)条件下的 K 值为:  $K_{M_6C}^{MC}=1.877$ 、 $K_{M_6C}^{M_{23}C_6}=1.226$ 。

MC、M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>、M<sub>6</sub>C 在钢中所占的重量百分含量由下式给出:

$$\left. \begin{aligned} W_{MC} &= X_{MC} \cdot G \\ W_{M_{23}C_6} &= X_{M_{23}C_6} \cdot G \\ W_{M_6C} &= G - W_{MC} - W_{M_{23}C_6} \end{aligned} \right\} \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $W_{MC}$ 、 $W_{M_{23}C_6}$ 、 $W_{M_6C}$ ——分别为 MC、M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>、M<sub>6</sub>C 在钢中所占的重量百分含量;

G——表示 MC、M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>、M<sub>6</sub>C 三种碳化物相的总量在钢中所占的重量百分含量。

G 采用电解萃取称重法测定(见附录 A)。

2 试样

2.1 制样

2.1.1 把沿(111)晶面切割的单晶硅片镶嵌在中空试样框架内,使晶片平面与平板试样框架表面一致作为试样载体。

2.1.2 将电解萃取的阳极沉淀物置于玛瑙乳钵中,轻轻研散后,倒于单晶硅载体上,滴数滴无水乙醇,用一根质地细软小棍,待粉末呈糊状时螺旋搅拌,使其均匀地附着在单晶硅载体上。

## 2.2 阳极沉淀物的定性鉴定

对电解萃取的阳极沉淀物应进行 X 射线衍射定性鉴定,判定是否有基体或其他产物的衍射线条。若有,则应重新电解萃取。

## 2.3 试样无穷厚条件的检查

按 2.1.2 制备好的试样,进行是否满足无穷厚条件的定性检查,以不出现硅的(111)晶面的衍射峰为原则。否则须重新制样。

## 2.4 测量试样

符合 2.2、2.3 的试样,还须满足 X 射线照射区域不超出试样的被测范围,方可进行测量。

# 3 试验仪器和试验条件

## 3.1 衍射仪

衍射仪的综合稳定度应优于 1%(见 GB 5225—85)。

## 3.2 试验条件

3.2.1 采用 Co  $K_{\alpha}$  辐射(用后置石墨单色器)。

3.2.2 扫描速度为  $0.25^{\circ}/\text{min}$ 。

3.2.3 纸速为  $20\text{mm}/\text{min}$ 。

3.2.4 时间常数为 4s。

# 4 测量步骤和结果计算

## 4.1 测量

每个试样重复制样三次,每次制成的试样测量三次衍射线的累积强度。衍射线累积强度的测量可采用峰高与半高宽乘积法或计数法。

## 4.2 结果计算

4.2.1 计算每次测量的强度比  $I_{\text{MC}}/I_{\text{M6C}}$  和  $I_{\text{M23C6}}/I_{\text{M6C}}$ ,并用每个试样三次制样的九次测量结果计算强度比平均值。

4.2.2 用 4.2.1 所求得的强度比平均值及给出的  $K$  值代入(1)式,求出  $X_{\text{MC}}$ 、 $X_{\text{M23C6}}$ 、 $X_{\text{M6C}}$ 。

4.2.3 把 4.2.2 所得的结果及(A1)式计算的  $G$  值代入(2)式,求出钢中碳化物的重量百分含量  $W_{\text{MC}}$ 、 $W_{\text{M23C6}}$ 、 $W_{\text{M6C}}$ 。

# 5 精度

各种碳化物在高速钢中的重量百分含量因 X 射线衍射分析所引起的相对标准偏差  $\sigma_{-1}$ (计算见 GB 5225—85)符合表 1。

表 1

各种碳化物在高速钢 中的重量百分含量 $W, \%$	再现性 $R, \%$	重复性 $r, \%$
$1 < W \leq 4$	$\leq 4$	$\leq 6$
$4 < W \leq 10$	$\leq 2$	$\leq 4$
$10 < W \leq 15$	$\leq 1$	$\leq 3$
$15 < W \leq 20$	$\leq 0.7$	$\leq 2$
$20 < W$	$\leq 0.5$	$\leq 1$

## 附录 A

### (补充件)

#### A.1 电解萃取称重法测定 G 值

##### A.1.1 电解制度

电解液:5%盐酸(比重 1.19)+2%柠檬酸的甲醇溶液;

电流密度: $D=50\text{mA}/\text{cm}^2$ ;

电解温度: $T=-8\sim 0^\circ\text{C}$ ;

电解时间: $t=0.5\text{h}$ 。

##### A.1.2 G 值的测定

电解所得的阳极沉淀物经清洗、离心收集,干燥后直接称重测定。

$$G = \frac{\text{阳极沉淀物重量}}{\text{电解前试棒重量} - \text{电解后试棒重量}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{A1})$$

#### 附加说明:

本标准由北京钢铁研究院、重庆特殊钢厂等单位起草。

本标准主要起草人陆金生、石少均、王迺宣、陈鸿业、谢锡庆、金学彩、孙金贵、高秀娟、覃道湘、杨承岳。