

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 30834—2014

---

## 钢中非金属夹杂物的评定和统计 扫描电镜法

Standard test methods for rating and classifying inclusions in steel—  
Scanning electron microscope

2014-06-24 发布

2015-04-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布

## 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 意义和用途 .....	2
5 设备 .....	3
6 取样 .....	3
7 试样制备 .....	3
8 校准与核查 .....	4
9 步骤 .....	4
10 夹杂物分类、评级和统计 .....	5
11 检验报告 .....	9
12 精度和偏差 .....	10
附录 A (资料性附录) 扫描电镜的典型采集条件 .....	11
附录 B (资料性附录) X 射线计数和化学分类统计 .....	12
附录 C (资料性附录) 方法一的检测结果典型实例 .....	14
附录 D (资料性附录) 方法三的检测结果的典型实例 .....	16

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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/TC 183)归口。

本标准起草单位:首钢总公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:严春莲、鞠新华、栾燕、其其格、崔桂彬、任群、尹立新、温娟、史学星。

# 钢中非金属夹杂物的评定和统计 扫描电镜法

## 1 范围

1.1 本标准介绍了利用扫描电镜(SEM)对钢中非金属夹杂物进行尺寸分布统计、化学分类及评级的程序。扫描电镜配置 X 射线能谱分析和自动图像分析功能。

1.2 本标准推荐了三种检验方法。方法一主要依据形态对夹杂物进行分类。方法二主要依据化学组成对夹杂物进行分类。方法一和二适用于压缩比大于或等于 3 的轧制或锻制钢材中 2  $\mu\text{m}$  以上非金属夹杂物的显微评定。方法三用来确定某类夹杂物的具体细节,如体积分数、数量分数等体视学参数,适用于各种铸坯或钢材中所有尺寸(包括 2  $\mu\text{m}$  以下)夹杂物的统计分类。

1.3 本标准只是一种推荐的非金属夹杂物检验方法,不对任何钢的验收合格级别进行规定。

1.4 本标准并未说明与应用有关的安全事项。使用者有责任建立正确的安全与健康条例,并在应用本标准前确定条例规定的适用性。

## 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(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 10561—2005 钢中非金属夹杂物含量的测定 标准评级图显微检验法(ISO 4967:1998, IDT)

GB/T 13298 金属显微组织检验方法

GB/T 17359—2012 微束分析 能谱法定量分析(ISO 22309:2006, IDT)

GB/T 18876.1 应用自动图像分析测定钢和其他金属中金相组织、夹杂物含量和级别的标准试验方法 第 1 部分:钢和其他金属中夹杂物或第二相组织含量的图像分析与体视学测定(ASTM E1245:2000, MOD)

GB/T 18876.2—2006 应用自动图像分析测定钢和其他金属中金相组织、夹杂物含量和级别的标准试验方法 第 2 部分:钢中夹杂物级别的图像分析与体视学测定(ASTM E1122:1996, MOD)

GB/T 27788 微束分析 扫描电镜 图像放大倍率校准导则(ISO 16700:2004, IDT)

GB/T 30067 金相学术语

## 3 术语和定义

GB/T 30067 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**分析条件 analysis rules**

#### 3.1.1

**采集条件 acquisition analysis rules**

终止 X 射线采集的条件(计数、时间或两者)、待分析元素列表、待分析视场数或颗粒数、待分析颗粒形态等,附录 A 是典型的采集条件列表。

3.1.2

**采集后分析条件 post-acquisition analysis rules**

定义 X 射线强度比或元素组成,以鉴别夹杂物属于哪一种化学类别。对方法 1 和方法 2 而言,定义夹杂物属于哪个化学分类,每一种化学分类所属夹杂物的类型(A、B 或 C 类)。

3.2

**化学分类 chemical classification**

根据分析条件定义夹杂物所属的组成分类。化学分类可宽泛分类,如硫化物,氧化铝,硅酸盐类;也可精细分类,如硫化钙,硅酸钙,钙长石等。

3.3

**临界长宽比 critical aspect ratio**

夹杂物延展性程度(长宽比)的临界值。

3.4

**不连续串(条)状夹杂物 discontinuous stringer**

两颗或多颗 C 类、三颗或多颗 B 类夹杂物排成一行,平行于热加工轴的方向,偏移串(条)状夹杂的中心线小于或等于 10  $\mu\text{m}$ ,任意两颗相邻夹杂物的间距小于或等于 40  $\mu\text{m}$ 。

3.5

**串(条)状夹杂物 stringer**

单颗在变形方向高度延展的氧化物夹杂;两颗或多颗 C 类、三颗或多颗 B 类夹杂排成一行,平行于热加工轴的方向,偏移串(条)状夹杂的中心线小于或等于 10  $\mu\text{m}$ ,任意两颗相邻夹杂物的间距小于或等于 40  $\mu\text{m}$ 。

3.6

**费雷特直径 Feret's diameter**

对不规则颗粒描述其大小常用的参数。经过该颗粒中心的直径称为一个费雷特直径。可以沿颗粒外径每隔 10°取一个费雷特直径。一般用这 36 个费雷特直径一起描述一个颗粒。将 36 个费雷特直径取平均值,即平均费雷特直径。36 个直径中最大和最小的分别为最大费雷特直径和最小费雷特直径。

## 4 意义和用途

4.1 建立本检验方法,利用扫描电镜/能谱仪进行如下分析:

——基于 GB/T 10561—2005 和 GB/T 18876.1 标准所列的程序,对钢中夹杂物的含量进行测定,同时还能利用 X 射线能谱仪分析单个夹杂物组成,从而对夹杂物进行化学分类;

——对钢中各种化学分类的夹杂物进行数量、尺寸和形态分布的测定。

4.2 方法一和方法二主要用于评定硅或铝脱氧、硅铝脱氧钢中非金属夹杂物的含量,或用于评定无硅或无铝添加剂的真空处理钢中非金属夹杂物的含量。本标准也为稀土添加剂处理的钢或钙系化合物处理的钢中非金属夹杂物的测定提供了指南(见 10.2.8),但在检验报告中应当描述依据夹杂物类型(A、B、C、D、DS)所评定的夹杂物性质。

4.3 方法一和方法二提供了一种按每类夹杂物及每个宽度系列夹杂物级别(0 级~5 级)以半级递增的定量评定方法。

4.4 方法三规定了按尺寸分布和化学分类分析和统计夹杂物的程序。方法三用于测定和记录夹杂物的一些基本体视学参数,例如,硫化物和氧化物的面积分数、每平方米硫化物或氧化物的数量等。方法三不用于评级。

## 5 设备

### 5.1 计算机自动控制的扫描电镜,配置以下附件:

- 数字图像仪及软件;
- 计算机控制、X-Y 方向马达驱动样品台:推荐使用自动样品台,也可进行手动操作,手动操作时要注意视场的连续性;
- 能谱仪:如果要测定氧,或分析碳化物、硼化物和氮化物,需要配置轻元素探测器。探测器分辨率应符合 GB/T 17359—2012 中 5.4 的要求;
- 背散射电子探测器和一些电子器件:可设置一个或多个阈值用于区分基体和夹杂物;
- 控制和图像采集软件:根据用户设定的参数,控制电子束和样品台,采集图像和谱图。

### 5.2 自动特征分析软件的要求如下:

- 可设置分析条件进行化学分类,按照化学组成、尺寸和形态进行特征归类;
- 应能够区分串(条)状和单颗球状氧化物,再根据不同的形态(B类或C类)区分串(条)状氧化物,并能测量每个视场各类串(条)状夹杂物的长度。将从B或C类串(条)状夹杂物分离出来的所有球状氧化物都归为D类或DS类氧化物。各种类型的夹杂物(A、B、C、D、DS)分离之后,自动特征分析软件还应能够测量单颗夹杂物或串(条)状夹杂物的宽度,将每类夹杂物分为细系或粗系;
- 能连接横穿视场边界的串(条)状夹杂物。

## 6 取样

6.1 方法一和方法二取样方法按 GB/T 10561—2005 的规定执行。方法三取样方法按供需双方协议执行。任何情况下,抛光面应平行于热加工轴线。

注:如果抛光面与热加工轴线的夹角大于  $6^\circ$ ,对非金属夹杂物的长度测量有很大影响。

6.2 若按方法一和方法二对轧制或锻制钢中的非金属夹杂物进行分类评级,则抛光面一般按  $200 \text{ mm}^2$  切取,至少应保证  $160 \text{ mm}^2$  的测试面积;若按方法三对各种铸坯或钢材中的夹杂物进行分类统计,则根据分析要求来确定测试面积。建议将试样面积相对取大一些,以便在远离试样边缘的规定面积内进行测量。

## 7 试样制备

7.1 试样制备按 GB/T 10561—2005 和 GB/T 13298 的规定执行。

7.2 抛光后的试样面不应有人为污染、外来物、划痕等干扰物。抛光时不能因过度突起、凹坑或撕拉改变夹杂物的真实形态。

7.3 一般来说,夹杂物更容易保留在淬火状态的试样中,而不是退火状态。如果退火试样中没有保留足够的夹杂物,那么应对试样进行标准热处理,回火温度应相对低些。热处理之后,应去除氧化层,纵向试样应重新研磨到脱碳层以下。

注:仅适用于可热处理的钢。

7.4 如果试样需要镶嵌,则镶嵌后的试样应保证有良好的导电性,参考 GB/T 17359—2012 中 4.6 的规定。

## 8 校准与核查

8.1 扫描电镜放大倍数的校准应按 GB/T 27788 的规定执行。

注：随着夹杂物的尺寸减小，颗粒的数量会大幅增加。如果放大倍数有误差导致低于理想尺寸的颗粒被计入，所收集谱图的数量、总的分析时间将大幅增加。

8.2 能谱仪校准应按 GB/T 17359—2012 中第 5 章规定执行。

8.3 能谱仪的能量分辨率应定期核查，按 GB/T 17359—2012 中 5.4 执行。

## 9 步骤

9.1 将参比材料(如一小片铝箔)用导电胶带粘贴在试样边部，确保铝箔表面光滑平整。

注：参比材料一般为纯铝材质，用于设置电子束流参数，或者检测束流稳定性，或者用作衬度设置。分析人员也可根据实际试样情况，选用其他材质的参比材料。

9.2 将试样及参比材料一同装入扫描电镜，设置适合背散射电子分析和能谱分析的工作距离。

9.3 考虑感兴趣的元素范围，设置加速电压。加速电压通常在 10 kV~25 kV 之间选择，可参见 GB/T 17359—2012 中 6.1。使用电镜制造商提供的程序，调整灯丝饱和点、合轴、设置其他参数等来优化图像质量。

9.4 设置探针电流。可将铝箔置于电子束下调整探针电流(或束斑尺寸)使死时间达到约 40%，也可通过皮可安培计和法拉第杯直接测量来设置探针电流。

9.5 选择背散射电子图像模式，设置放大倍数(如 100×)，然后按制造商推荐的程序设置合适的灰度阈值。例如，将铝箔和试样置于同一个视场内，调节亮度和对比度参数，使得铝箔和试样的衬度对比明显，一般设置铝箔灰度 40 左右，试样灰度 200 左右。然后在衬度不变的条件下，将试样中有夹杂物的区域置于电子束下，设置合适的夹杂物识别的灰度阈值。

注：采用相同的衬度设置，不同分析人员对同一试样的检测会获得相同或相近的结果，保证检测结果的重现性。采用合适的阈值设置，可确保夹杂物识别的准确度。

9.6 按制造商推荐的程序控制样品台，设置待测试样的分析区域。

9.7 设置分析条件如下：

- 定义谱峰鉴定必需的最小计数量：关于 X 射线计数和化学分类的具体介绍，参见附录 B；
- 定义化学分类：例如，方法一中至少要定义两种化学分类：硫化物和氧化物；方法二中至少要定义三种化学分类：硫化物、氧化铝、硅酸盐。根据需要也可定义附加类别，如：硅酸钙类夹杂与 B 类夹杂形貌类似，并且具有相似的危害性，可将其归于 B 类夹杂。报告中应给出化学分类和所属的主要夹杂物类型；
- 为鉴别夹杂物属于哪一类，需规定 X 射线谱必须满足的峰强：峰强包括下面的一个或多个参数：1) 谱峰强度范围；2) 峰背比；3) 峰强比；4) 元素百分比；或 5) 其他表征某种类型夹杂物的化学参数。

9.8 设置图像及能谱分析参数，如：夹杂物最小/最大尺寸、临界长宽比、谱图范围、X 射线采集模式等。附录 A 列出了扫描电镜的典型采集条件。

9.8.1 在选定的放大倍数下，为使夹杂物有足够的像素保证计算机程序进行精确的测量，需选择适宜的数宇图像分辨率。若要检测一个 2 μm 的颗粒，电子束的步长(像素大小)最多是 2 μm。如果 10 cm 的监视屏上显示一幅分辨率 256×256 的图像，视场宽为 512 μm，放大倍数是 195.3×(放大倍数=10/0.051 2)，而要精确测量一个 2 μm 的颗粒，可采用 10%即 0.2 μm 的步长大小，对应于放大倍数 1 953×。根据用户输

人的最小夹杂物尺寸,有些分析软件可自动选择像素大小和放大倍数。本例中,可使用 $195.3\times$ 的放大倍数寻找夹杂物,一旦检测到夹杂物,放大倍数将自动升高到 $1\,953\times$ 来测定夹杂物尺寸。临界长宽比AR是夹杂物形态特征的一个关键参数,大于或等于这个参数时夹杂物被认为是可变形的夹杂物。GB/T 10561—2005采用临界长宽比为3,为保持与GB/T 10561—2005一致,方法一和方法二采用临界长宽比为3。

9.8.2 方法三中,当夹杂物的最小数量(如1 000个)或者一定的试样面积(如 $160\text{ mm}^2$ )被满足时,分析均会自动终止。采用两个条件来终止分析,可确保低夹杂物含量钢的检测区域具有代表性,并保证在较短时间内分析更多典型产品中特定数量的夹杂物。

9.9 自动化分析开始运行。

9.10 按10.1(方法一)和10.2(方法二)规定的步骤:

- a) 通过化学组成、形态和宽度识别夹杂物;
- b) 以长度、数量或直径为基础计算级别;
- c) 存储结果,生成检验报告。

或按10.3(方法三)规定的步骤,通过化学组成、形态和宽度识别夹杂物,以一定的条件为基础进行统计分析,生成检验报告。

9.11 保存原始数据。

注:原始数据可后续再进行处理。

## 10 夹杂物分类、评级和统计

本标准采用方法一(形态分类法,见图1)和方法二(化学分类法,见图2)进行分类和评级,采用方法三(见图3)进行统计。

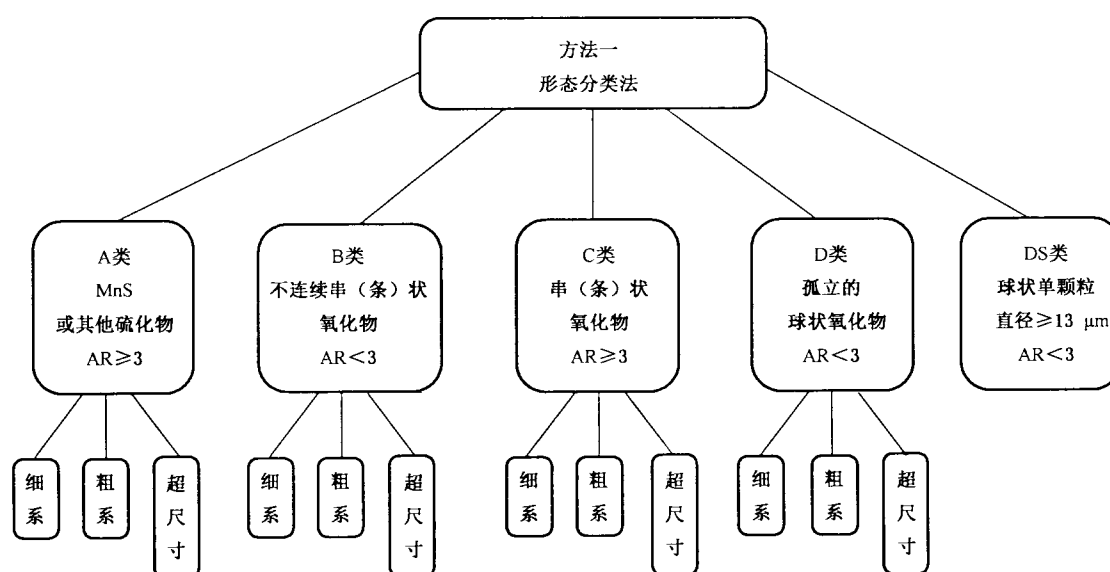


图1 方法一分类示意图



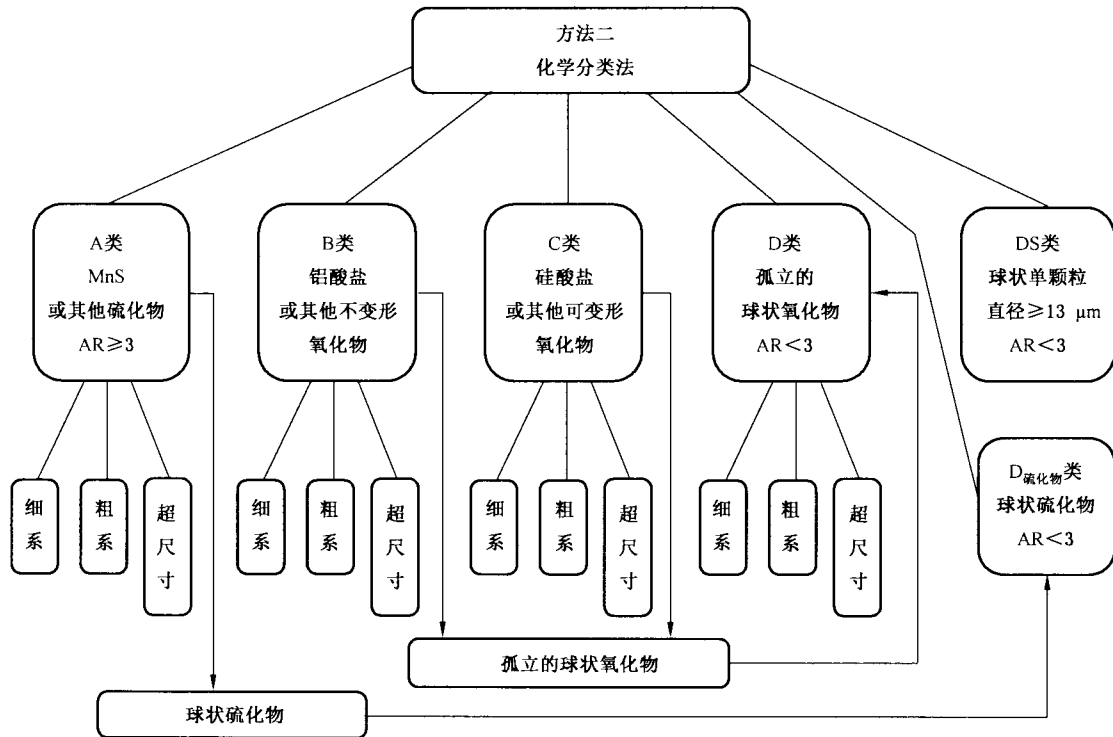


图 2 方法二分类示意图

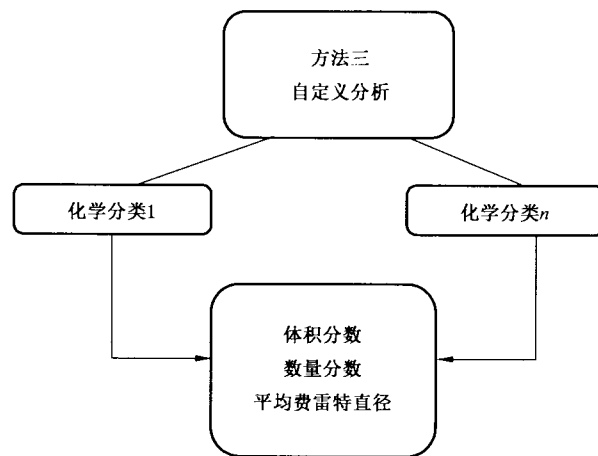


图 3 方法三分类示意图

### 10.1 方法一：形态分类法

10.1.1 方法一采用与 GB/T 10561—2005 标准相同的夹杂物分类和形态定义，并采用特征能谱来确认夹杂物、区分硫化物和氧化物、复合或异常夹杂物。

10.1.2 GB/T 10561—2005 标准根据夹杂物的形态和化学组成，将夹杂物分为 A、B、C、D 和 DS 五大类，再按照其宽度分为粗系和细系。A 类为硫化物类，具有高的延展性，有较大范围长宽比；B 类为氧化铝类，大多数没有变形，长宽比一般  $< 3$ ，沿轧制方向排成一行（至少有 3 个颗粒）；C 类为硅酸盐类，具有高的延展性，有较大范围长宽比（一般  $\geq 3$ ）；D 类通常是氧化物类，呈球状，长宽比小（一般  $< 3$ ），无规则

分布;DS类为直径 $\geq 13\ \mu\text{m}$ 的单颗粒球状夹杂物。

10.1.3 方法一先根据形态即长宽比将夹杂物分为两类:长宽比 $\geq 3$ 的夹杂物,具有高延展性,主要是A类和C类;长宽比 $< 3$ 的夹杂物,延展性较低或者没有延展性,主要是B类、D类和DS类。再将长宽比 $\geq 3$ 的夹杂物根据化学组成,分为A类(硫化物,含硫)和C类(硅酸盐类,含氧)。然后将长宽比 $< 3$ 的夹杂物根据分布[成串(条)或孤立]分为B类、D类和DS类。由3个或3个以上颗粒组成(单个颗粒长宽比 $< 3$ )的不连续串(条)状夹杂物为B类,一般是氧化铝类;孤立的夹杂物颗粒为D类,其中直径 $\geq 13\ \mu\text{m}$ 的单颗粒夹杂物属于DS类。

10.1.4 对于A、B、C类夹杂物,距夹杂物中心线 $\pm 10\ \mu\text{m}$ 以内的颗粒均视为串(条)状夹杂物的一部分。夹杂物相邻颗粒间距在 $40\ \mu\text{m}$ 以内的应视为同一串条。如果同一串(条)状夹杂物内夹杂物的宽度不同,则应将该夹杂物的最大宽度视为该串(条)状夹杂物的宽度。

10.1.5 对各类夹杂物进行分类后,按宽度或者直径分为细系、粗系和超尺寸(见表1)。A、B、C类夹杂测量最大宽度,D类夹杂测量最大直径。宽度小于 $2\ \mu\text{m}$ (A、B、C类)或者直径小于 $2\ \mu\text{m}$ (D类)的夹杂物不计入后续的级别计算中。

10.1.6 以A类夹杂物、B类或C类串(条)状夹杂物的每个视场总长度、D类夹杂物每个视场的总数目和DS类夹杂物的直径为基础,评定 $0.5\ \text{mm}^2$ 试验面积上的夹杂物级别。级别值可按每 $0.5\ \text{mm}^2$ 面积上的长度或数量或每单位面积上的长度或数量给定,但测量必须在连续的 $0.5\ \text{mm}^2$ 试验面积上进行。级别值按表2给出的界限值给出,这些界限值均为每个级别的长度或数量的最小值。

10.1.7 宽度超过表1规定的粗系最大宽度的夹杂物按超尺寸评定。

10.1.8 采用稀土脱氧或钙系化合物处理的钢,其内生夹杂也可根据形态和宽度进行分类,但要定义合适的化学分类,并在报告中列出。

表1 夹杂物宽度

单位为微米

夹杂物类型	细系		粗系		超尺寸
	最小宽度	最大宽度	最小宽度	最大宽度	最小宽度
A	$\geq 2$	4	$> 4$	12	$> 12$
B	$\geq 2$	9	$> 9$	15	$> 15$
C	$\geq 2$	5	$> 5$	12	$> 12$
D	$\geq 2$	8	$> 8$	13	$> 13$

注: D类夹杂物为最大直径。

表2 夹杂物级别的最小界限值

级别	夹杂物类别				
	A	B	C	D	DS
	总长度 $\mu\text{m}$	总长度 $\mu\text{m}$	总长度 $\mu\text{m}$	数量 个	直径 $\mu\text{m}$
0.5	37	17	18	1	13
1.0	127	77	76	4	19
1.5	261	184	176	9	27
2.0	436	343	320	16	38
2.5	649	555	510	25	53

表 2 (续)

级别	夹杂物类别				
	A	B	C	D	DS
	总长度 $\mu\text{m}$	总长度 $\mu\text{m}$	总长度 $\mu\text{m}$	数量 个	直径 $\mu\text{m}$
3.0	898	822	746	36	76
3.5	1 181	1 147	1 029	49	107
4.0	1 498	1 530	1 359	64	151
4.5	1 898	1 973	1 737	81	214
5.0	2 230	2 476	2 163	100	303

## 10.2 方法二:化学分类法

10.2.1 方法二主要依据化学组成对夹杂物进行分类,有时也参考形态。

10.2.2 方法二根据化学组成可将夹杂物分成 A、B 和 C 三类。A 类夹杂是硫化物(一般是硫化锰),B 类夹杂是铝酸盐(一般是氧化铝),C 类夹杂是硅酸盐。

10.2.3 通常,A、B、C 三种分类已满足要求。若对孤立夹杂物颗粒感兴趣,也可从 A、B、C 三类中根据形态(长宽比)和分布[成串(条)或孤立]分离出 D 类球状氧化物(长宽比 $<3$ ,孤立存在)和  $D_{\text{硫化物}}$  类球状硫化物(长宽比 $<3$ ,孤立存在)。直径 $\geq 13 \mu\text{m}$  的单颗粒夹杂物可归为 DS 类。在一些应用中,孤立的球状颗粒并不单独归类,而是保留其原先按化学组成归入的主要夹杂物类型。例如,一颗氧化铝夹杂虽然没有以串(条)状出现,仍可归为 B 类。哪类夹杂物归为 D 类可根据供需协议来决定。但如需评定级别,则应将 A 类、B 类和 C 类夹杂物细分为串(条)状和孤立的球状,即从 A、B、C 三类中分离出 D 类、 $D_{\text{硫化物}}$  和 DS 类。

10.2.4 对各类夹杂物进行分类后,按宽度或者直径分为细系、粗系和超尺寸(见表 1)。A、B、C 类夹杂物测量最大宽度,D、DS 类夹杂物测量最大直径。宽度小于  $2 \mu\text{m}$ (A、B、C 类)或者直径小于  $2 \mu\text{m}$  的 D 类夹杂物不计入后续的级别计算中。

10.2.5 以 A 类夹杂物、B 类或 C 类串(条)状夹杂物的每个视场总长度、D 类夹杂物每个视场的总数目和 DS 类夹杂物的直径为基础,评定  $0.5 \text{ mm}^2$  试验面积上的夹杂物级别。级别值可按每  $0.5 \text{ mm}^2$  面积上的长度或数量或每单位面积上的长度或数量给定,但测量应在连续的  $0.5 \text{ mm}^2$  试验面积上进行。级别值按表 2 给出的界限值给出,这些界限值均为每个级别的长度或数量的最小值。

10.2.6 宽度超过表 1 规定的粗系最大宽度的夹杂物按超尺寸评定。

10.2.7 复合夹杂物(如氧硫化物或双相夹杂)可根据化学组成和含量来分类。如果夹杂主要是硫化物并且其面积大于 50%,则归为 A 类。如果主要是不变形的氧化物(如氧化铝夹杂)并且其面积大于 50%,则归为 B 类,如果主要是可变形的硅酸盐并且其面积大于 50%,则归为 C 类。对于临界长宽比  $AR < 3$  的复合夹杂物,若其孤立存在,则可从化学分类中移除而归为 D 类或  $D_{\text{硫化物}}$  类。

10.2.8 采用稀土脱氧或钙系化合物处理的钢,其内生夹杂也按 10.2.7 同样处理。定义化学分类(如硫化钙、硅酸钙、钙长石、锰铝榴石等),并将化学分类分配到主要夹杂物类型中。

## 10.3 方法三:自定义分析法

10.3.1 当方法一和方法二不适用时推荐方法三。方法三允许夹杂物按材料和应用需要而进行个性化的分析,允许自定义化学分类的标准。长宽比可按实际需要进行适当地选择。分析的终止条件可定义

为夹杂物的最大数量,而不只是试样面积。夹杂物可按形态进一步细分。

10.3.2 在扫描电镜/能谱仪自动夹杂物分析中,夹杂物的大小、形态、组成和位置等参数都会自动存储下来,对这些参数可进行总结归纳以满足不同的应用、工艺或规定的需要。例如,测定某化学组成夹杂物的数量及尺寸分布(如不锈钢含钛夹杂);确定夹杂物强化钢中夹杂物的分布及化学组成;分析铸态钢中的夹杂物;按特殊方法对夹杂物进行分类,例如在轮胎帘线钢中按宽度对所有非硫化物的颗粒分类。在某些有特殊限制或规定的钢中,也可使用本方法。

10.3.3 方法三可定义相关的化学分类、尺寸范围和形态分类,而不采用间接术语如 A 类、B 类、C 类及 D 类,或者细系、粗系和宽度。化学分类是夹杂物的分类名称,然后可测定每类夹杂物的尺寸分布。在本标准中不规定夹杂物分析的最小尺寸,而是由具体应用来确定,可采用较高的放大倍数测定光学显微镜里看不到的小尺寸夹杂物。

10.3.4 体积分数是一个重要的体视学参数,相当于面积分数和单位面积内夹杂物的数量。方法三可给出每个视场内夹杂物的体积和数量分数、每个夹杂物的最大费雷特直径等体视学参数。通过计算可获得夹杂物的平均面积和平均自由程等比率参数,这些参数的定义和详细介绍见 GB/T 18876.1 标准。

## 11 检验报告

11.1 检验报告宜包括如下内容:

- a) 本标准号;
- b) 钢的种类、牌号和炉号;
- c) 产品尺寸;
- d) 取样方法及检测面位置;
- e) 放大倍率;
- f) 选用的检测方法;
- g) 观察的视场数或总检测面积;
- h) 各项检测结果;
- i) 对非传统类型夹杂物所采用的下标的说明;
- j) 实验设备及分析软件;
- k) 参比材料。

11.2 对于本标准中方法一和方法二的评级,给出每类夹杂每个宽度系列在给定级别上的视场总数(与 GB/T 10561—2005 中 B 法类似),级别从 0 级到 5 级以整数级或半级递增。对夹杂物含量低的钢,级别可以四分之一或十分之一的步长递增,计算公式见 GB/T 10561—2005 的附录 D。方法一的检测结果典型实例见附录 C。

注:对于 D 类夹杂物,一个视场内有一个夹杂物是 0.5 级,那么在 0 级~0.5 级之间就没有级别。

11.3 可根据供需双方协议给出检测结果报告。例如,报告简化为仅包括某一夹杂物的类型、宽度或级别值,或者只报出最恶劣视场级别,或者在最恶劣视场级别的视场数。

11.4 使用连续排列的视场数据可能无法得到真正最恶劣视场(见 GB/T 10561—2005 中 A 法)的评级。有效的最恶劣视场评级要求使用更精准的数据分析方法,例如,自动查阅所有数据,搜寻任一  $0.5 \text{ mm}^2$  视场中的最高级别,而不考虑之前的视场边界。

11.5 按供需双方协议要求,可测定一个指标参数来表征夹杂物含量。

11.6 若要对一批多个试样取平均值,可使用 GB/T 18876.2—2006 推荐的方法计算出每类夹杂每个宽度系列每一级别的平均视场数。

11.7 长度、宽度或两者都超长的夹杂物应单独报出数据。A 类、B 类和 C 类夹杂物的长度以及全部夹杂物的宽度均要给出。

11.8 根据需要可定义 0 级视场,例如,空白视场(不存在某种类型及宽度系列的夹杂物)或不评级视场(有夹杂物存在,但夹杂物长度小于 0.5 级或宽度小于  $2\ \mu\text{m}$ )。

11.9 对于复合型夹杂物或双相夹杂物,应报出化学分类,并描述其特征。例如,球状铝酸钙被一薄层钙锰硫化物包覆,不规则的铝酸盐部分或全部嵌入硫化锰条状夹杂中。

11.10 既然所有夹杂物都可测得其元素组成,那么方法一可以报出夹杂物的化学组成信息。对于稀土或钙系化合物处理的钢,或采用其他非传统方法脱氧的钢,必须报出夹杂物的化学组成和级别。方法二和方法三都包括化学组成数据。

11.11 在所有方法中,分析得到的体视学数据可列入测试报告。

11.12 方法三可提供化学分类的全部尺寸分布数据,包括体视学数据。

11.13 报告数据包括每类夹杂物的数量分数、面积分数、单位面积内颗粒的数量、平均费雷特直径、最大费雷特直径等。

11.14 附录 D 提供了方法三的检测结果典型实例,列出了所选化学分类的分析条件。

## 12 精度和偏差

从化学分析的角度来看,对给定样品多次测试的精度和偏差很大程度上取决于是否从每个夹杂物中收集到可靠的 X 射线光谱信号(即获取足够的统计计数量)并将其归入合适的化学分类。具体说明参见附录 B。

附 录 A  
(资料性附录)  
扫描电镜的典型采集条件

表 A.1 给出了扫描电镜的典型采集条件。

表 A.1 扫描电镜的典型采集条件

参 数	说 明
放大倍数	整体扫描所用的放大倍数,放大倍数可自动增大测定颗粒
夹杂物最小尺寸	夹杂物颗粒分析的最小尺寸(平均费雷特直径)
夹杂物最大尺寸	夹杂物颗粒分析的最大尺寸(平均费雷特直径)
夹杂物最大数量	分析终止条件,鉴定的夹杂物数量达到该值时分析将终止
视场最大数量	分析终止条件,分析的视场数量达到该值时分析将终止
最长总时间	整个夹杂物分析任务的终止条件
最小长宽比	考虑延长夹杂物而设最小长宽比,其定义为长度与宽度的比值,长度为最大直径,宽度垂直于最大直径
光谱最小计数量	能谱分析中所有峰计数的总量,必须等于或大于该计数量颗粒才被计入分析,可用作阈值来排除干扰谱峰
鉴定元素必需的最小计数量	每个元素的最小计数量。谱峰标定的一个条件是谱峰(P)的净计数量必须大于背底(B)平方根的3倍,即 $P > 3(B^{1/2})$
每个夹杂物最长计数时间	允许夹杂物颗粒的最长谱峰积累时间,为分析终止条件
每个视场最大颗粒数量	终止条件。分析的颗粒数量达到该值时视场分析终止
X射线采集模式	点——将电子束置于颗粒的中心 线——重复画取测量线 光栅——围绕颗粒周界扫描一个长方形区域 周界——重复追踪颗粒的周界
搜索像素大小	搜索颗粒所用的像素大小:例如 $256 \times 256$ 或 $512 \times 512$
搜索停留时间	颗粒检测时电子束停留在每一点的时间,毫秒
测量停留时间	颗粒尺寸测量时电子束停留在每一点的时间,毫秒。该值越高,测量的图像噪声越小,但分析速度越慢
图像停留时间	每一像素的停留时间,用以采集数字图像
化学参数	用来存储每一个颗粒化学组成的细节。 例如,含量、个数、强度比等

## 附录 B

(资料性附录)

## X 射线计数和化学分类统计

## B.1 X 射线计数统计

B.1.1 X 射线的产生和测量是一个数据统计的过程。在扫描电镜中电子束照射到试样上,如果电子携带足够的能量,那么就产生 X 射线,然后设定的一束 X 射线可能离开试样表面并击中探测器,最后将被检测和计数。因此,即使是理想试样经高质量仪器的检测,特定 X 射线的测量强度变化也很大。

B.1.2 测试结果的分散程度由高斯软件进行处理,测量计数的真实值由平均值  $\sqrt{I^\circ}$  确定,标准偏差也由  $\sqrt{I^\circ}$  给定。高斯分布显示 95.4% 的测量值分布于  $\sqrt{I^\circ} \pm 2\sqrt{I^\circ}$  范围,99.7% 的测量值分布于  $\sqrt{I^\circ} \pm 3\sqrt{I^\circ}$  范围,即任一测量值有 95% 的可能性落于  $\sqrt{I^\circ} \pm 2\sqrt{I^\circ}$  区间,有 99% 的可能性落于  $\sqrt{I^\circ} \pm 3\sqrt{I^\circ}$  区间。

B.1.2.1 在实际 X 射线测量时,如果谱峰计数量超过背底计数  $3\sqrt{B}$ ,考虑背底浮动的统计概率仅为 0.3%,这时认为该谱峰肯定存在。定义最小检测限时通常采用  $3\sigma$  标准。

B.1.2.2 计数时间延长,计数量增加,谱峰测量值越接近真实值。如果计数量  $I$  为 10 000,假定  $I = I^\circ$ ,则估计 99% 的计数会落在 9 700~10 300 区间,即  $I \pm 3\sqrt{10\ 000}$ 。 $\pm 3\%$  的变化对夹杂物分类的精确度可能不会产生任何影响。但是,如果  $I$  仅为 36,那么估计测量结果会偏离 50%,导致错误分类。但是如 B.2 所述,若分类足够明显,即使少量计数也可进行准确的分类。

## B.2 单个夹杂 X 射线分析的终止条件

B.2.1 扫描电镜夹杂物分析结果直方图表示了在预定分类内的夹杂物分布情况。测量误差主要来源于两个方面:1)由于 EDX 计数量不够而导致的夹杂物错误分类(见 B.1);2)由于夹杂物数量不够而导致每一种分类内夹杂物数量的统计偏差。

B.2.2 每一种分析必须精确及时才有意义,因此有必要优化每个夹杂物的分析时间和所分析的夹杂物总数量。而这种优化主要取决于每一试样的特点。例如,对于夹杂物数量较少、分布均匀及分类明显的试样,很快就会得到准确的结果。这是因为:1)分类明显时,就没有必要漫无目的地收集大量的 X 射线去分类。2)各类夹杂物尺寸相近时,每类夹杂物的计数量累积较快。或者说,如果所感兴趣的某一分类相似于其他一个或多个分类,这就有必要收集更多的 X 射线去准确区分。大多数夹杂物分类都很明显,相对少量的 EDX 计数就很容易区分。

B.2.3 如果某一分类的夹杂物数量很少,这就需要分析更多的夹杂物以获取足够的统计分布数据。另外,对于每一个光谱也需要收集更多的 EDX 计数,这样可确保其他分类中的夹杂物不会被错误归入该稀少的分类中,否则相对误差就很大。

B.2.4 常用的 EDX 数据采集终止条件有多种,包括:1)达到规定的时间(总时间或活时间)后终止;2)达到规定的总计数量后终止;3)感兴趣元素在所有感兴趣区域获取规定的计数量后终止。

分析夹杂物时可视情况采用上述一种或两种条件:

——终止条件 1)和 3)结合是最佳的。时间终止条件用来排除图像中不符合计数要求的特征,这些特征可能是灰尘或细毛等表面污染。满足时间终止条件,分析立即停止。大多数情况下,EDX 采集在达到规定的计数量后终止;

- 选择一个终止条件的问题可归结为选择一个计数条件。在每一个分类中通过人工判断夹杂物的数量来获得经验值,操作者可观察到准确评定夹杂物需要多少计数量,计数条件设为最大值;
- 通常情况下,对一个钢样进行准确的分类 1 500 个总计数量已足够了。在优化的 SEM/EDX 系统中,2 s 内就可以从一个 2  $\mu\text{m}$  的夹杂物中收集 1 500 个计数,这样时间终止条件一般设为 3 倍长,即 6 s。

### B.3 确立最佳计数条件的经验方法

**B.3.1** 用不同的计数条件多次分析同一试样,最长或最大的终止条件可认为是对试样的最准确表征。

**B.3.2** 对于每个分类,绘出每个计数条件每次分析的颗粒数量图,颗粒分布的宽度可代表分析的相对准确度。

**B.3.3** 所选择的分析条件可达到速度和准确度的最佳平衡。



## 附录 C

(资料性附录)

## 方法一的检测结果典型实例

表 C.1 给出了方法一的检测条件,表 C.2~C.6 给出了方法一的检测结果。

表 C.1 方法一的检测条件

钢种	X1
试样编号	1#
放大倍数	100×
视场面积/mm <sup>2</sup>	0.5
测试面积/mm <sup>2</sup>	175.5
视场数	351
夹杂物数量	1 778

表 C.2 A类夹杂各级别的视场数

分类	宽度/μm	0	0.5	1	1.5	2	2.5	3	3.5	4	4.5	5
细系	2.0~4.0	351	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
粗系	4.0~12.0	351	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
超尺寸	>12.0	351	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

表 C.3 B类夹杂各级别的视场数

分类	宽度/μm	0	0.5	1	1.5	2	2.5	3	3.5	4	4.5	5
细系	2.0~9.0	333	6	9	3	0	0	0	0	0	0	0
粗系	9.0~15.0	351	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
超尺寸	>15.0	351	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

表 C.4 C类夹杂各级别的视场数

分类	宽度/μm	0	0.5	1	1.5	2	2.5	3	3.5	4	4.5	5
细系	2.0~5.0	350	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
粗系	5.0~12.0	349	0	2	0	0	0	0	0	0	0	0
超尺寸	>12.0	351	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

表 C.5 D类夹杂各级别的视场数

分类	宽度/μm	0	0.5	1	1.5	2	2.5	3	3.5	4	4.5	5
细系	2.0~8.0	29	166	150	6	0	0	0	0	0	0	0
粗系	8.0~13.0	331	20	0	0	0	0	0	0	0	0	0
超尺寸	>13.0	347	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0

表 C.6 DS 类夹杂的统计及评级

序号	面积/ $\mu\text{m}^2$	最大费雷特直径/ $\mu\text{m}$	X/mm	Y/mm	级别
1307	229.5	19.9	62.526	28.043	1
1402	768.9	35.4	58.113	29.318	1.5
1575	247.7	17.8	63.194	30.414	0.5
1 650	329.6	29.8	59.349	30.873	1.5

## 附录 D

(资料性附录)

## 方法三的检测结果典型实例

表 D.1 给出了方法三的检测条件,表 D.2~D.4 给出了方法三的检测结果。

表 D.1 方法三的检测条件

钢种	X2
试样编号	2#
放大倍数	50×
视场数	38
测试面积/mm <sup>2</sup>	120.5

表 D.2 方法三的常规检测结果

分类	个数	数量分数/%	面积/ $\mu\text{m}^2$	每平方厘米的数量
MnS+Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	16	63.0	4.61E-05	2.06E+03
MnS	84	28.7	3.35E-05	9.4E+02
TiN+Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7	2.6	2.95E-06	8.60E+01
MnS+Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	1.5	2.78E-06	5.00E+01
TiN+MnS	3	1.1	1.74E-06	3.68E+01
TiN	2	0.8	1.11E-06	2.46E+01
MnS+TiN	3	1.1	7.15E-07	3.68E+01
其他	2	0.8	3.09E-07	2.46E+01
MnS+TiN+Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1	0.4	3.09E-07	1.23E+01
总计	275	100.0	8.96-05E	3.27E+03

表 D.3 按最大费雷特直径( $\mu\text{m}$ )统计的面积分数

分类	面积分数/%	1~2	2~5	5~10	其他
MnS+Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	51.5	30.5	42.5	19.9	7.1
MnS	37.4	11.8	31.7	23.7	32.8
TiN+Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.3	0.0	59.3	40.7	0.0
MnS+Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.1	0.0	30.9	29.0	40.1
TiN+MnS	1.9	7.4	0.0	92.6	0.0
TiN	1.2	0.0	100.0	0.0	0.0
MnS+TiN	0.8	21.2	78.8	0.0	0.0
其他	0.3	100.0	0.0	0.0	0.0
MnS+TiN+Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.3	0.0	100.0	0.0	0.0
总计	100.0	20.7	38.9	23.2	17.2

表 D.4 夹杂物的平均组成

分类	个数	化学成分(原子分数)/%						
		Al	Si	S	Cr	Mn	Ca	Ti
MnS+Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	168	0	0	48	10	42	0	0
MnS	84	0	0	56	3	41	0	0
TiN+Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7	0	0	0	8	0	0	92
MnS+Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	9	0	54	2	35	0	0
TiN+MnS	3	0	0	30	3	19	0	49
TiN	2	0	0	0	1	0	0	99
MnS+TiN	3	0	0	50	0	40	0	10
其他	2	0	0	80	20	0	0	0
MnS+TiN+Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1	0	0	26	7	22	0	45
总计	275	0	0	48	6	38	0	5

注：采集后分析条件定义了以上化学分类(数字代表一种夹杂物中各元素的百分含量,依据夹杂物中元素含量而将其归入相应的分类,本例中使用原子百分比：  
MnS+Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>=Cr≥0.05 Mn>0.10 S>0.20 Mn+Cr+S>0.90 Cr>Al  
MnS=Mn>0.15 S>0.20 Mn+S>0.90 Cr>0.05  
TiN+Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>=Cr>0.10 Ti>0.30 Cr+Ti>0.75 Ti>S  
MnS+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>=Al>0.10 Mn>0.10 S>0.20 Al+Mn+S>0.90  
TiN+MnS=S>0.20 Mn>0.10 Ti≥0.50 Mn+S+Ti>0.90  
TiN=Ti>0.50  
MnS+TiN=S>0.20 Mn>0.10 Ti≥0.05 Mn+S+Ti>0.90  
MnS+TiN+Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>=Ti>0.05 Mn>0.07 S>0.07 Ti+Cr+Mn+S>0.90  
其他分类。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
钢中非金属夹杂物的评定和统计  
扫描电镜法

GB/T 30834—2014

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 34 千字  
2014年7月第一版 2014年7月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-49707 定价 24.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 30834-2014