



“十二五”国家重点图书出版规划项目
材料科学研究与工程技术系列

材料科学与工程基础实验教程

Materials science and Engineering foundation Experiment Course

- 盖登宇 侯乐干 丁明惠 主编
- 李 莉 主审

哈尔滨工业大学出版社

“十二五”国家重点图书出版规划项目
材料科学研究与工程技术系列

材料科学与工程基础实验教程

盖登宇 侯乐干 丁明惠 主编
李 莉 主审

哈尔滨工业大学出版社

内 容 简 介

本书主要包括金相技术与显微分析实验、材料物理性能与力学性能实验、材料加工与表面技术实验、材料现代分析测试方法实验和材料设计与计算实验五个模块。教程以材料科学与工程一级学科的典型共性实验为基础,涵盖了材料科学基础、材料加工、材料物理、材料力学性能、表面技术、腐蚀防护以及现代分析测试技术,结合学科发展趋势加入了材料设计及工艺仿真等计算机应用的内容。

本书可作为材料类专业本科生实验教材或教师教学参考书,也可以供相近专业及工程技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

材料科学与工程基础实验教程 / 盖登宇, 侯乐干, 丁明惠主编. — 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 2012. 12

ISBN 978 - 7 - 5603 - 3406 - 6

I. ① 材… II. ①盖… ②侯… ③丁… III. ①材料科学-实验-高等学校-教材 IV. ①TB3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 283297 号



责任编辑 范业婷

封面设计 卞秉利

出版发行 哈尔滨工业大学出版社

社 址 哈尔滨市南岗区复华四道街 10 号 邮编 150006

传 真 0451 - 86414749

网 址 <http://hitpress.hit.edu.cn>

印 刷 哈尔滨工业大学印刷厂

开 本 787mm × 1092mm 1/16 印张 15.75 字数 352 千字

版 次 2012 年 12 月第 1 版 2012 年 12 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978 - 7 - 5603 - 3406 - 6

定 价 30.00 元

(如因印装质量问题影响阅读,我社负责调换)

前 言

“材料科学与工程基础实验教程”以材料科学与工程一级学科下各专业所涉及的典型共性实验为基础,涵盖材料科学基础、材料加工、材料物理、材料力学性能、表面技术、腐蚀防护以及现代分析测试技术等内容,结合学科发展趋势加入了材料设计以及工艺仿真等计算机应用的内容。实验编排以模块化进行,重视对基础知识的诠释以及基本实验技能的提高,同时编入部分设计性、综合性实验,以提高学生实践中的探究能力。

本书服务于材料科学与工程一级学科的“材料科学基础实验”、“材料物理实验”、“材料设计实验”、“材料加工综合实验”、“材料分析测试实验”等内容。全书共 49 个实验,力争做到瞄准材料科学与工程一级学科的前沿知识,拓宽知识面,加强常规基础实验,注重协调一级与二级学科之间的共同点及不同点,实现同一学科多专业知识的相互渗透。

本书的编写目标是在贴近大纲的基础上以提高学生实验技能为主要目的,重视将基础知识在实践中夯实。编写过程中注意吸收国内众多优秀教材的精华,保证实验内容的深度与广度,体现系统性。

本书按照内容模块分为 5 章,分别为金相技术与显微分析实验、材料物理性能与力学性能实验、材料加工与表面技术实验、材料现代分析测试方法实验以及材料设计与计算实验。所列实验均由实验目的、实验原理、实验设备与材料、实验内容与步骤、实验报告要求五部分组成。每个实验都注意对原理及方法的详尽探讨且淡化具体设备及过于详尽的细节介绍以使教材更加具有通用性。

本书由哈尔滨工程大学材料实验教学中心的老师参加编写,具体分工是:

实验 1~8 由崔秀芳编写,实验 9~18 由王本力编写,实验 20~27、29~32 由侯乐干编写,实验 33~44 由丁明惠编写,实验 19、28、45~49 由盖登宇编写。全书由盖登宇进行统稿定稿,由李莉,陈昭运两位教授审稿。

本书出版得到哈尔滨工程大学本科生教材立项资助,正式出版前,本书所有内容以讲义形式在哈尔滨工程大学材料科学与工程及材料物理两个专业实验课中试用多年。

由于编者水平有限,书中难免存在疏漏之处,敬请读者批评指正并提出宝贵意见。

编者

2012 年 7 月

目 录

| | |
|----------------------------------|-----|
| 第 1 章 金相技术与显微分析实验 | 1 |
| 实验 1 金相试样的制备 | 1 |
| 实验 2 光学金相显微镜与体视显微镜原理及应用 | 11 |
| 实验 3 显微摄影与数字图像处理 | 23 |
| 实验 4 定量金相方法 | 35 |
| 实验 5 金相分析中暗场及偏振光的应用 | 44 |
| 实验 6 铁碳合金平衡组织观察与分析 | 53 |
| 实验 7 铁碳合金非平衡组织观察与分析 | 59 |
| 实验 8 有色合金组织观察与分析 | 64 |
| 第 2 章 材料物理性能与力学性能实验 | 70 |
| 实验 9 材料表面硬度实验 | 70 |
| 实验 10 材料显微硬度实验 | 74 |
| 实验 11 金属拉伸力学性能的测定 | 76 |
| 实验 12 冲击实验 | 80 |
| 实验 13 热分析实验 | 84 |
| 实验 14 金属材料杨氏模量的测定 | 87 |
| 实验 15 材料磁化曲线的测定 | 90 |
| 实验 16 金属的比热容测定实验 | 94 |
| 实验 17 不良导体导热系数测定实验 | 98 |
| 实验 18 热膨胀法测钢的相变点 | 101 |
| 实验 19 穆斯堡尔谱分析实验 | 104 |
| 第 3 章 材料加工与表面技术实验 | 107 |
| 实验 20 钢的渗碳层与氮化层测定与组织分析 | 107 |
| 实验 21 双电桥测电阻法研究淬火钢的回火转变实验 | 110 |
| 实验 22 末端淬火法测定钢的淬透性实验 | 114 |
| 实验 23 材料焊接组织与性能分析实验 | 117 |
| 实验 24 盲孔法测量平板对焊焊接残余应力实验 | 121 |
| 实验 25 铸件温度场的测定实验 | 125 |
| 实验 26 低压铸造浇注过程水力模拟实验 | 129 |
| 实验 27 温度测量及控制实验 | 133 |
| 实验 28 虚拟仪器测试炉温实验 | 138 |
| 实验 29 射频反应磁控溅射法制备氧化钛薄膜 | 145 |

| | | |
|--------------|----------------------------|------------|
| 实验 30 | 磁钢表面化学镀镍 | 149 |
| 实验 31 | 氮化钛薄膜耐腐蚀性能评价 | 153 |
| 实验 32 | 球磨法制备微纳米粉体 | 157 |
| 第 4 章 | 材料现代分析测试方法实验 | 161 |
| 实验 33 | X 射线衍射仪结构、工作原理及操作 | 161 |
| 实验 34 | X 射线物相分析 | 166 |
| 实验 35 | 点阵参数的精确测定 | 170 |
| 实验 36 | X 射线衍射定量分析及残余奥氏体量的测定 | 174 |
| 实验 37 | 材料宏观应力的 X 射线法测定 | 178 |
| 实验 38 | 微小角入射 X 射线法测定薄膜的相结构 | 181 |
| 实验 39 | 扫描电镜的构造、工作原理及操作 | 183 |
| 实验 40 | 金属断口形貌扫描电镜观察 | 192 |
| 实验 41 | 涂层形貌扫描电镜观察 | 195 |
| 实验 42 | 微纳米颗粒的形貌扫描电镜观察 | 198 |
| 实验 43 | 透射电镜的构造、工作原理及操作 | 200 |
| 实验 44 | 透射电镜薄膜试样的制备及组织观察 | 208 |
| 第 5 章 | 材料设计与计算实验 | 210 |
| 实验 45 | 铁 - 碳相图计算 | 210 |
| 实验 46 | 钢的顶端淬火温度场仿真 | 216 |
| 实验 47 | 结构钢热处理仿真实验 | 225 |
| 实验 48 | 材料热力学计算实验 | 229 |
| 实验 49 | 人工神经网络优化结构钢工艺设计实验 | 240 |
| 参考文献 | | 244 |

第 1 章 金相技术与显微分析实验

实验 1 金相试样的制备

【实验目的】

- (1) 学习金相试样制备的基本原理。
- (2) 掌握金相试样制备的基本操作方法。
- (3) 熟悉金相试样组织的显示方法,并了解浸蚀的基本原理。

【实验原理】

金相试样的制备过程

金相试样是在所研究材料或体系上选取代表性的部位制备成可用于测试或分析,能够显示被检材料的真实组织的标准样品。制备好的金相试样表面应平整、光洁、无划痕、边缘不倒角,磨面应无塑性变形和热损伤产生,磨面中夹杂物不被污染,且样品制备过程的时间应尽量缩短。金相试样的制备主要包括取样、镶嵌、磨制、抛光和浸蚀等几个步骤。金相试样的制备、磨抛及浸蚀应参照《金属显微镜组织检验方法》(GB/T 13298—1991)的有关规定进行。

1. 取样

金相试样的取样工作包括两部分:首先是确定取样的部位;其次是对选定的位置采用合适的方法进行截取。

取样的部位应具备典型性和代表性,否则其检查结果将得不到正确的结论,而且会造成错误的判断,因此金相试样截取的方向、部位及数量应根据金属制造的方法、检验的目的以及相关的技术标准和技术协议选择有代表性的部位进行切取。

根据样品材料的加工特点,最常见的取样是横向取样和纵向取样。横向取样是指垂直于钢材轧制方向取样,如图 1.1 所示。一般锻轧件、脱碳、显微组织、网状组织、碳素工具钢及弹簧钢中的石墨、发裂等检验项目在材料横截面上取样。纵向取样是指沿着钢材的轧制方向进行取样,非金属夹杂物、液析、带状组织、白点、碳化物不均匀度、铁素体相等检验项目一般在材料纵截面上取样。需经热处理进行检验的项目,如本质晶粒度、晶间腐蚀、带状组织、网状组织、碳化物不均匀度等项目,是材料纵向还是横向取样可按有关规定标准执行,而铸件材料一般在心部取样。缺陷或失效分析测试实验取样时一般根据零件承载和失效特点,截取缺陷分析的试样,应包括零件的缺陷部分在内,以便进行分

析对比。例如,包括零件断裂时的断口,或者是取裂纹的横截面,以观察裂纹的深度及周围组织变化情况。取样时应注意不能使缺陷在磨制时被损伤甚至消失。此外,某些零件的金相检测需根据特殊零件取样的相关规定进行。例如,汽车齿轮渗碳零件的取样,通常马氏体及残留奥氏体检测取样部位在齿面的节圆处;心部铁素体检测取样部位在齿高 $1/3$ 处的中心部位;碳化物检测取样部位在齿顶角处;表面脱碳层取样部位在齿根处。

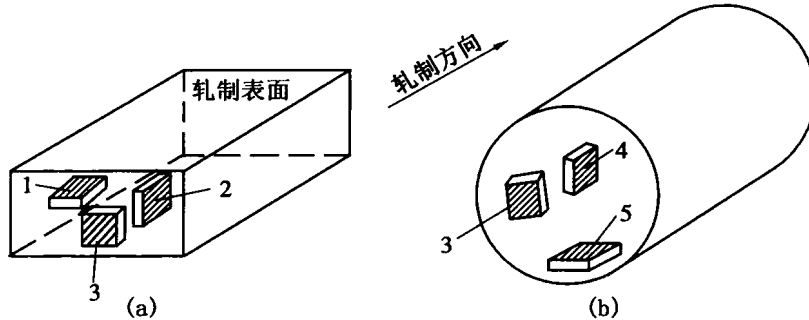


图 1.1 轧制型材金相试样的切取

1—与轧制表面平行的纵断面;2—与轧制表面垂直的纵断面;3—横断面;4—法向纵断面;5—切向纵断面

确定取样部位后,金相试样可用手锯、砂轮切割机、显微切片机、化学切割装置、电火花切割机、剪切、锯、刨、车、铣等机床截取,必要时也可用气割法截取。硬而脆的金属可以用锤击法取样。不论用哪种方法切割,均应注意不能使试样由于变形或过热导致组织发生变化。对于使用高温切割的试样,必须除去热影响部分。

金相试样的形状,一般选择方柱体和圆柱体两种。其尺寸不宜过大或过小,试样尺寸小时,拿起来不方便,且易造成边缘缺陷和磨面不平坦;试样过大,研磨时耗费时间多,同时试样的磨面也易残留磨痕和其他缺陷。方柱体试样以磨面面积小于 400 mm^2 ,高度为 $15\sim 20\text{ mm}$ 为宜;圆柱体的直径为 $10\sim 20\text{ mm}$,高度为 $10\sim 20\text{ mm}$ 。若对被研究的物体边缘没有要求时,可以倒掉棱角。如果试样有特殊性,则不限于形状尺寸的要求,可根据研究的目的,视具体情况而定。图 1.2 为常见金相试样的尺寸示意图。

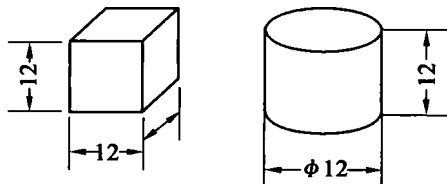


图 1.2 常见金相试样的尺寸示意图

切割时为了防止组织的改变必须注意两点:

①防止切割时金属材料发生范性形变,改变金相组织,如多晶体锌、镉中出现形变孪晶,软钢及有色金属的晶粒因受力而压缩、拉伸或扭曲等。

②防止金属材料因受热引起金相组织的变化,如淬火钢的马氏体组织,常因切割和磨削过程产生的热量而形成回火马氏体。某些低熔点金属(如锌、铅、锡等)的再结晶温度低于室温,试样切割过程中产生范性形变和热量,有时会引起再结晶过程,使试样原来的晶粒大小改变。因此切割试样时应尽量减小变形和发热。

2. 镶嵌

在金相试样的制备过程中,有许多试样直接磨抛(研磨、抛光)有困难,所以应进行镶嵌。经过镶嵌的金相试样通常为10~15 cm的块状样品,不但磨抛方便,而且可以提高工作效率及试验结果的准确性。镶嵌法还可满足高效自动化要求,根据磨抛机夹持头尺寸要求,制备镶嵌样品,可一次同时实现多个样品的磨抛要求,获得质量良好的磨抛表面。通常进行镶嵌的试样有:形状不规则的试件、线材及板材、细小工件、表面处理及渗层镀层、表面脱碳的材料等。

镶样的方法有很多,如低熔点合金镶嵌、电木粉或塑料镶嵌和机械夹持等,如图1.3和图1.4所示。

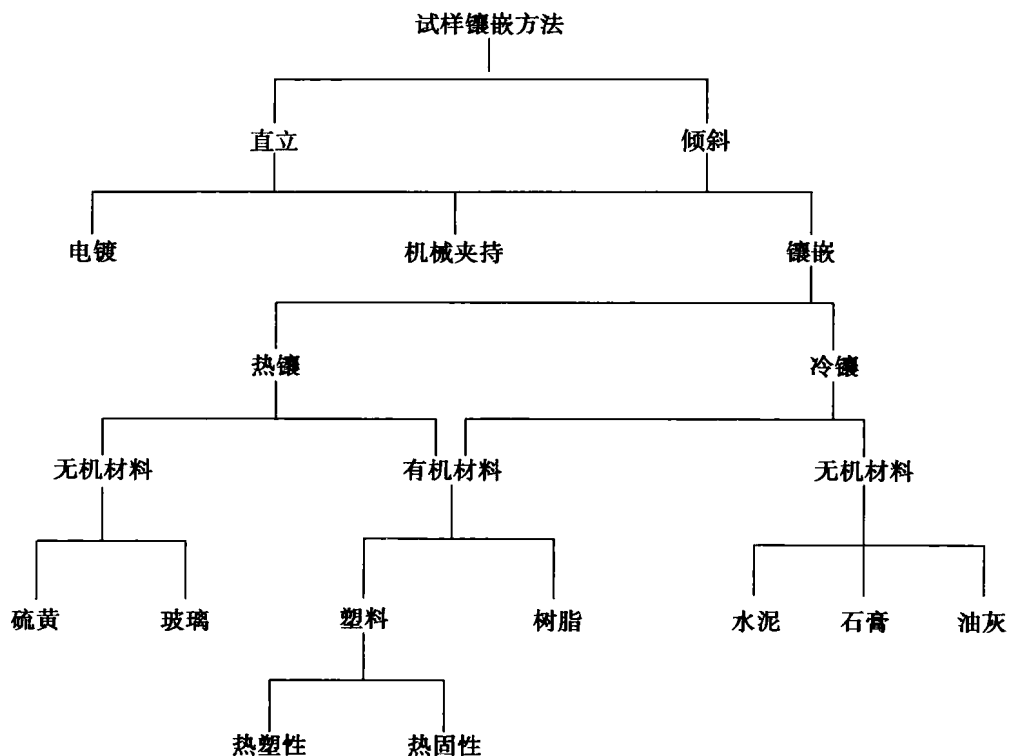


图1.3 常用镶嵌方法与材料

(1) 机械镶嵌法

机械镶嵌法是将试样放在钢圈或小钢夹中,然后用螺钉和垫块加以固定。该方法操作简便,适用于镶嵌形状规则的试样,如图1.4所示。对于钢铁或强度较大的金属材料,如外形较规则的薄板、圆柱体,可用机械镶嵌法。依照试样的外形,用夹具将试样夹持,易于磨光、抛光操作,装夹时须注意试样与夹具应紧密接触。薄板试样装夹时应采用硬度接近的金属片作为填片,以防薄板试样在磨光、抛光时歪斜或边缘倒角。薄钢板装夹时若以铜板作为填片最为理想。

(2) 树脂镶嵌法

树脂镶嵌法是利用树脂来镶嵌细小的金相试样,可以将任何形状的试样镶嵌成一定尺寸的试样。树脂镶嵌法可分为热压和浇注镶嵌法两类。热压镶嵌法是将聚氯乙烯、聚

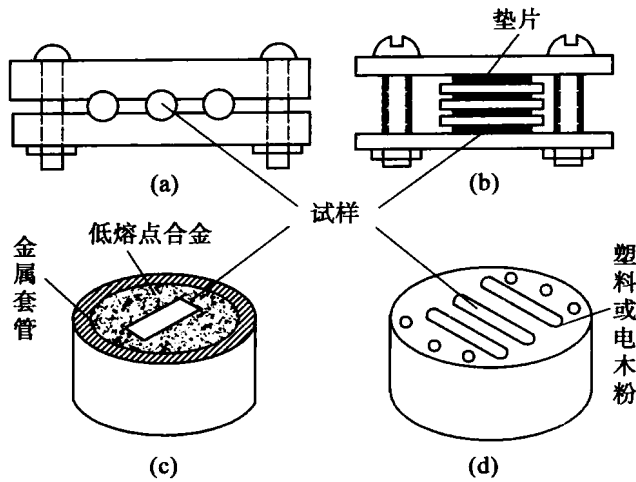


图 1.4 金相试样的镶嵌方法

苯乙烯或电木粉经加热至一定温度并施加一定压力和保温一定时间,使镶嵌材料与试样紧密地黏合在一起,然后进行试样研磨。热压镶嵌需要用镶嵌机来完成。金相试样镶嵌机主要包括加压设备、加热设备及压模三部分,如图 1.5 所示。使用时将试样放在下模上,选择较平整的一面向下,在套筒空隙间加入塑料,然后将上模放入压模(套模)内,通电加热至额定温度后再加压,待数分钟后除去压力,冷却后取出试样。由于热压镶嵌法需要加热和加压,对于淬火钢及软金属有一定影响,故可采用冷浇注法。浇注镶嵌法适用于不允许加热的试样、较软或熔点低的金属,形状复杂的试样、多孔性试样等,或在没有镶嵌设备的情况下应用。实践证明采用环氧树脂较好,常用配方为:环氧树脂 90 g,乙二胺 10 g,还可以加入少量增塑剂(邻苯二甲酸二丁酯)。按以上配比搅拌均匀,注入事先准备好的金属圈内,圈内先将试样安置妥当,约 2~3 h 后即可凝固脱模。

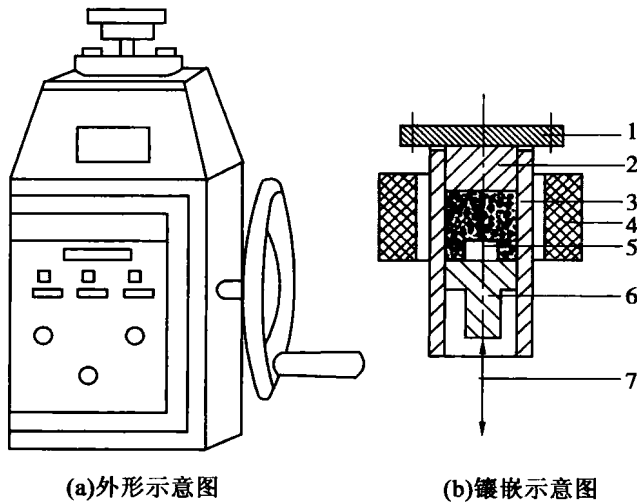


图 1.5 XQ2 型镶样机

1—旋钮;2—上模;3—套模;4—加热器;5—试样;6—下模;7—加压机构

3. 磨制

磨制是为了得到平整的磨面,为抛光作准备,一般分为粗磨和细磨两步。切取试样后形成的粗糙表面,经粗磨、细磨、抛光后磨痕逐渐消除,得到平整光滑磨面。

不论是砂轮磨平的试样,还是用砂轮切割机切取的试样,表面都很粗糙且具有严重的变形层,故需要不同粒度的金相砂纸逐步磨光。磨光过程使表面变形层逐渐减小,其变化如图 1.6 所示。试样截取后,第一步进行粗磨即磨平,这部分工作除使试样表面平整外,主要是使组织损伤层减少到最低程度,因此磨制时施加的压力大小要合适。粗磨一般在落地砂轮或粗砂纸上进行。磨料粒度的粗细,对试样表面粗糙度和磨削效率有一定影响。此外,粗磨时还应注意蘸水冷却,防止组织变化。第二步是细磨即磨光过程,试样经粗磨后表面虽已平整,但还存在较深的磨痕及表面加工变形层,需要通过从粗到细的不同金相砂纸的磨制,把它们逐渐减轻,为进一步抛光作好准备。磨光时施加的压力大小要合适,在更换下道细砂纸时不必减小压力,因为在合适的范围内施加的压力大,磨光速率也大,而对损伤层的影响并不大。但是用力不宜过大,时间也不宜过长,以免试样表面氧化,产生新的损伤层,给抛光带来困难。金相砂纸是磨光金相试样的重要材料,一般采用的磨料为碳化硅和氧化铝。手工磨光试样时,砂纸应放在玻璃板上,依次用 280 号、500 号水砂纸、0、01、02、03 号金相砂纸磨光,每更换一道砂纸,试样应转动 90° ,并将前一道磨痕彻底去除。除了手工细磨外,还可用金相试样预磨机机械细磨,但磨光时需注意用水冷却,避免磨面过热。每换一次砂纸都必须将试样清洗干净,不允许把上道工序的残留磨料带到下道工序去,经过这样磨光的试样,肉眼观察非常光滑,置于显微镜下观察,只呈现出一个方向的细磨痕。

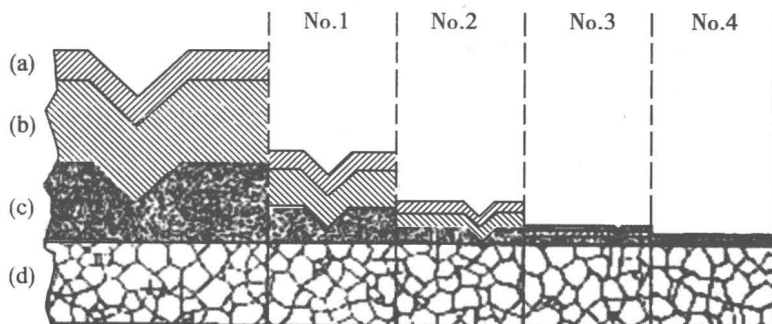


图 1.6 砂纸磨光表面变形层消除过程示意图

(a)——严重变形层;(b)——变形大的层;(c)——变形微小层;(d)——无变形的原始组织;
No. 1——第一步磨光后试样表面的变形层;No. 2——第二步磨光后试样表面的变形层;No. 3——第三步磨光后试样表面的变形层;No. 4——第四步磨光后试样表面的变形层

4. 抛光

抛光的目的是去除金相磨面由细磨所留下的细微磨痕及表面变形层,使磨面成为无划痕的光滑镜面。常用的抛光方法主要有机械抛光、电解抛光和化学抛光。

(1) 机械抛光

机械抛光是靠抛光微粉的磨削和滚压作用,把金相试样抛成光滑的镜面。抛光时抛

光微粉嵌入抛光织物的间隙内,相当于磨光砂纸的切削作用。

机械抛光所使用的设备主要是抛光机,抛光机由电动机带动抛光盘工作,结构比较简单。良好的抛光机不允许有能感觉到的径向和轴向跳动,使用时抛光盘应平稳,噪声小。抛光时常用的磨料有氧化铬、氧化铝、氧化铁和氧化镁,将抛光磨料制成水悬浮液后使用。现在比较常用的抛光磨料是金刚石研磨膏,它的特点是抛光效率高,抛光后表面质量好。抛光织物对金相试样的抛光具有重要的作用,依靠织物与磨面间的摩擦使磨面光亮。在抛光过程中,织物的纤维间隙能储存和支承抛光粉,从而产生磨削的作用。一般常用的粗糙抛光织物用帆布,细抛和精抛织物用海军呢、丝绒和丝绸等。抛光操作时,对试样所施加的压力要均匀,且应先重后轻。在抛光初期,试样上的磨痕方向应与抛光盘转动的方向垂直,以利较快地抛除磨痕。在抛光后期,需将试样缓缓转动,这样有利于获得光亮平整的磨面,同时能防止夹杂物及硬性的相产生曳尾现象。

抛光时间不宜过长,以磨痕全部消除呈镜面即可停止,清洗干燥后备用。抛光样品可以进行如夹杂物、疏松等项目的观察,其余项目需进行腐蚀,以便观察相关的组织。

(2) 化学抛光

化学抛光犹如化学侵蚀一样,只需将试样浸在化学抛光液中,在一定温度下经过一定时间以后,即能得到光亮的表面。在化学抛光过程中,由于无外加电流通过,因此抛光时磨面凸起处的溶解速度不像电解抛光那样迅速,因而化学抛光只能得到表面光滑不能达到表面平整的要求,从显微几何形状来看,其表面呈现较光滑的、起伏的波形。若此起伏相差的垂直距离在物镜垂直鉴别范围以内,那么在金相显微镜下仍能观察到组织。一般低倍或中倍放大观察均能得到良好的结果。化学抛光兼有化学侵蚀作用,能显示出金相组织,可直接进行显微观察。此外化学抛光对于磨面原来的光洁度要求不很高,如用01号砂纸粗磨后即能顺利进行化学抛光。化学抛光需要在一定的工作温度范围内进行,最好采用玻璃容器,抛光时需适当搅拌,以防止表面点腐蚀现象。化学抛光法的优点是所需设备简单,操作方便,消除扰乱层快。其缺点是掌握最佳条件困难,夹杂物蚀掉后,微孔隙会扩大,此外由于经化学抛光后的表面不够平整,难以在高放大倍数的情况下进行检验。所以较少采用。

(3) 电解抛光

电解抛光是把磨光的样品浸入电解液中,在样品和阴极间施加直流电,当电流密度适当时,样品表面发生选择性溶解,磨制表面的微小突出部分通过的腐蚀电流大,溶解较快。最后,样品表面的微小凸出变平,形成镜面,电解抛光的原理如图1.7所示。一般试样经过0号或00号砂纸磨光后即可进行电解抛光。经电解抛光的金相试样能显示材料的真实组织,尤其是硬度较低的金属或单相合金,对于极易加工变形的合金,如奥氏体不锈钢、高锰钢等采用电解抛光更为合适。但不适用于偏析严重的金属材料、铸铁以及夹杂物检验的试样。电解抛光靠电化学的作用使试样达到抛光的目的,用不锈钢作为阴极,被抛光的试样作为阳极,容器中盛放电解液,当接通电源后,试样的金属离子在溶液中进行溶解,在一定电解的条件下,试样表面微凸部分的溶解比凹陷处来得快,从而逐渐使试样表面由粗糙变平坦光亮。

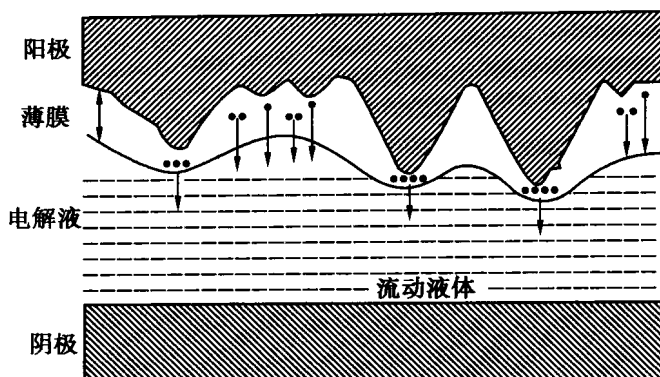


图 1.7 电解抛光原理示意图

电解抛光使用的直流电源采用的是低压蓄电池充电器,电路中装有电流表和电压表。抛光时应先接通电源,然后夹住试样,将试样放入电解液中,此时立即正确地调整至额定抛光电流,并给电解液以充分的搅拌与冷却或加热。抛光完毕后,必须先将试样自电解液内取出,然后切断电源,并将试样迅速移入水中冲洗、吹干。常用的电解抛光液和规范见表 1.1。

表 1.1 常用的电解抛光液和规范

| 抛光液名称 | 成分/mL | 规格 | 适用范围 |
|-----------|-------------------------------------|------------------------|--------------|
| 高氯酸-乙醇水溶液 | 乙醇:800,水:140,高氯酸($w = 60\%$):60 | 30 ~ 60 V 15 ~ 60 s | 碳钢、合金钢 |
| 高氯酸-甘油溶液 | 乙醇:700,甘油:100,高氯酸($w = 60\%$):200 | 15 ~ 50 V 15 ~ 60 s | 高合金钢、调整钢、不锈钢 |
| 高氯酸-乙醇溶液 | 乙醇:800,高氯酸($w = 60\%$):200 | 35 ~ 80 V 15 ~ 60 s | 不锈钢、耐热钢 |
| 铬酸水溶液 | 水:830,铬酸:620 | 1.5 ~ 9 V 2 ~ 9 min | 不锈钢、耐热钢 |
| 磷酸水溶液 | 水:300,磷酸:700 | 1.5 ~ 2 V 5 ~ 15 s | 铜及铜合金 |
| 磷酸-乙醇溶液 | 水:200,乙醇:380,磷酸:400 | 25 ~ 30 V 4 ~ 6 s | 铝、镁、银合金 |

5. 浸蚀

抛光好的金相试样,要得到有关显微组织的信息,还必须经过组织的显现。长期以来习惯地把这一步操作称为试样浸蚀或试样腐蚀。未经浸蚀的金相试样,其组织组成的反光能力差别大于 10% 才能明显地区分开来,因此仅有少数合金中,由于各相组成物的硬度差别较大,或由于各相本身色泽显著不同,在显微镜下能分辨出它的组织。例如,钢中非金属夹杂物,铸铁中的石墨等,不经浸蚀就能在光学显微镜下检验评级。但多数情况下,抛光金相试样不经浸蚀,不能显示其显微组织,由于组织组成的反光能力差别小,入射光均匀地被反射,人的眼睛不能区分其组织组成。要使人眼能识别抛光金相试样组织中的各种相或组成,必须采用各种方法来显示组织,使相或组成间的衬度增大。常用的金属组织浸蚀法有化学浸蚀法和电解浸蚀法。

(1) 化学浸蚀法

化学浸蚀主要利用化学试剂,借助于化学或电化学反应显示金属组织。对于纯金属及单相合金的浸蚀纯粹是一个化学溶解过程,磨面表层的原子被溶入浸蚀剂中,在溶解过程中由于晶粒与晶粒之间的溶解度的不同,组织就被显示出来。而两相合金的浸蚀与单相合金的浸蚀的原理不同,它主要是电化学腐蚀过程。合金中的两个相具有不同的电位,当磨面浸入浸蚀剂中便形成许多微小的局部电池,具有较高负电位的一相成为局部电池的阳极,被很快地溶入浸蚀剂中,因而该相逐渐呈现凹沟。具有较高正电位的另一相成为阴极,在正常电化学反应下不受浸蚀,保持原有的光滑平面。多相合金的浸蚀也是一个电化学反应过程。一般电化学反应对于多相合金的浸蚀,往往是负电位较高的各相都产生溶解作用,只有正电位较高的一相未被浸蚀,一般不能鉴别多相组织,所以要用多种浸蚀剂进行浸蚀。

化学浸蚀前磨面必须冲洗清洁,去除污垢,浸蚀的方法有浸入法和揩擦法。浸入法是将试样用夹子或手指夹住,浸入盛有浸蚀剂的器皿中,使磨面朝上,并使试样全部浸入。在浸蚀过程中应摇动浸蚀剂,使磨面受蚀更均匀。整个浸蚀过程中,光亮的磨面经浸蚀逐渐失去光泽,再变成银白色或淡黄色,最后成为灰黑色。一般宜浸蚀得浅些,先在显微镜下观察浸蚀的程度,如果组织尚未显露,可以不经抛光再进行浸蚀。揩擦法是将试样磨面朝上平放在工作台上,以蘸有浸蚀剂的棉花在磨面上轻轻揩擦。此法浸蚀后磨面易产生浸蚀不均匀。它适合大型工件和大试样的金相检查。浸蚀时间的长短,依样品材料的不同而不同。一般而言,组织越弥散越易浸蚀,而淬火钢、合金元素含量高的材料、不锈钢等浸蚀时间宜长些。浸蚀时间在相当程度上取决于制作经验,一般浸蚀到表面稍微发暗即可。不同的材料显示不同的组织,应该选择合适的浸蚀液。把浸蚀适度的试样从浸蚀剂中取出后,应迅速用清水彻底冲洗,然后浸入酒精中或用酒精喷射试样磨面,再用热风吹干,喷酒精的目的是使磨面加快干燥,吹风时试样应倾斜,防止表面积水而形成“水渍”。浸蚀后的试样磨面应保持清洁,保护磨面不受损坏。浸蚀后的试样如果不要求及时观察,或需保存,应立即放入干燥器内。常用金相化学浸蚀剂见表 1.2。

表 1.2 常用金相化学浸蚀剂

| 浸蚀剂名称 | 成分 | 适用范围 |
|------------|--|---------------------|
| 硝酸酒精溶液 | 硝酸 1~5 mL,酒精 100 mL | 淬火马氏体、珠光体、铸铁等 |
| 苦味酸酒精溶液 | 苦味酸 4 g,酒精 100 mL | 珠光体、马氏体、贝氏体、渗碳体 |
| 盐酸、苦味酸酒精溶液 | 盐酸 5 mL,苦味酸 1 g,酒精 100 mL | 回火马氏体及奥氏体晶粒 |
| 盐酸、硝酸溶液 | 盐酸 10 mL,硝酸 3 g,酒精 100 mL | 高速钢回火后晶粒、氮化层、碳氮化层 |
| 氯化铁、盐酸水溶液 | 氯化铁 5 g,盐酸 50 mL,酒精 100 mL | 奥氏体-铁素体不锈钢、18-8 不锈钢 |
| 混合酸甘油溶液 | 硝酸 10 mL,盐酸 20 mL,甘油 30 mL | 奥氏体不锈钢、高 Cr-Ni 耐热钢 |
| 氯化铁盐酸溶液 | 氯化铁 5 g,盐酸 15 mL,水 100 mL | 纯铜、黄铜及其他铜合金 |
| 过硫酸铵水溶液 | 水 100 mL, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10 g | 纯铜、黄铜及其他铜合金 |
| 氢氧化钠水溶液 | 氧化钠 1 g,水 100 mL | 铝及铝合金 |
| 硫酸铜-盐酸溶液 | 硫酸铜 5 g,盐酸 50 mL,水 50 mL | 高温合金 |
| 赤血盐-氢氧化钠溶液 | 赤血盐 5 g,氢氧化钠 5 g,水 100 mL | 碳化钛镀层 |

(2) 电解浸蚀法

化学浸蚀法虽然有不少强烈作用的浸蚀剂,但对于某些具有极高化学稳定性的合金,仍难清晰地显示出它们的组织,如不锈钢、耐热钢、热电偶等材料。

电解浸蚀的工作原理基本上与电解抛光相同。在电解抛光开始时试样产生“浸蚀”现象,这一阶段正好是电解浸蚀的工作范围。由于各项之间与晶粒之间的析出电位不一致,在微弱电流的作用下各相的浸蚀深浅不同,因而能显示各相的组织。常用电解浸蚀剂见表 1.3。

表 1.3 常用电解浸蚀剂

| 电解液成分 | 规范 | | | 用途 |
|--|----------------------------|-------|-----|-------------|
| | 电流密度/(A·cm ⁻²) | 时间/s | 阴极 | |
| FeSO ₄ 3 g Fe ₂ (SO ₄) ₃ 0.1 g 水 100 mL | 0.1~0.2 | 30~60 | 不锈钢 | 中碳钢、高合金钢、铸铁 |
| 铁氰化钾 10 g 水 90 mL | 0.2~0.3 | 40~80 | 不锈钢 | 高速钢 |
| 草酸 10 g 水 100 mL | 0.1~0.3 | 40~60 | 铂 | 耐热钢、不锈钢 |
| CrO ₃ 10 g 水 100 mL | 0.2~0.3 | 30~70 | 不锈钢 | 高合金钢、高速钢 |
| CrO ₃ 1 g 水 100 mL | 6 | 3~5 | 铝 | 铜合金 |
| 氟硼酸 1.8 mL 水 100 mL | 30~45 | 20 | 铝 | 合金 |
| 氢氧化钾 10 g 水 100 mL | 4 | 20 | 不锈钢 | 不锈钢 |

【实验设备与材料】

(1) 仪器设备:金相显微镜,试样切割机,砂轮机,抛光机,手工湿磨工具,电吹风等。

(2) 实验材料及用品:金相样品,不同型号的水砂纸,金相砂纸,抛光膏,无水乙醇,浸蚀剂,镊子,脱脂棉,玻璃板等。

【实验内容与步骤】

(1) 实验前仔细阅读实验相关原理及实验内容。

(2) 由指导教师讲解金相试样制备的基本操作规程,分组领取有色金属或者钢铁试样。

(3) 用砂轮机打磨试样,直至平整。

(4) 采用不同方法镶嵌试样。

(5) 用砂纸由粗到细磨光试样。

(6) 采用机械抛光机对试样进行抛光。

(7) 根据《金相化学浸蚀剂手册》选择合适的浸蚀剂,浸蚀试样磨面,在金相显微镜下观察所制备试样的显微组织特征,并手工绘制显微组织示意图。

- (8) 指导教师演示电解抛光操作,观察电解抛光装置和电解抛光的操作演示。
- (9) 将制备好的金相试样放入实验室的干燥器皿内,供下一实验拍摄用。
- (10) 实验完毕后清理仪器设备。

【实验报告要求】

- (1) 实验目的。
- (2) 简述金相组织分析原理。
- (3) 概述金相试样制备的要点。
- (4) 绘制浸蚀后试样显微组织。
- (5) 总结实验操作技巧及存在的问题。

实验 2 光学金相显微镜与体视显微镜原理及应用

【实验目的】

- (1) 了解金相显微镜的成像原理、基本构造及各主要部件及元件的作用。
- (2) 掌握金相显微镜的正确操作方法。
- (3) 了解体视显微镜的成像原理、基本构造,学习和掌握体视显微镜的使用方法。
- (4) 学习和初步掌握体视显微镜的使用和维护方法。

【实验原理】

I. 金相显微镜的成像原理和使用方法

金相显微镜是用于观察金属内部组织结构的重要光学仪器,金相显微镜将试样放大 100 ~ 1 500 倍,观察研究材料内部组织的方法称为金相显微分析法,该方法是研究金属材料微观结构最基本的方法。所有光学仪器都是基于光线在均匀介质中的直线传播,在两种不同介质的分界面上发生折射和反射,研究这些现象的理论称为几何光学。随着几何光学及物理光学的发展,金相显微镜已日臻完善。为了能正确地使用各种现代的金相显微镜,首先学习金相显微镜的成像原理。

1. 金相显微镜的成像原理

目前金相显微镜仍是研究金属显微组织的最基本的仪器之一。金相显微镜的种类很多,但基本原理大致相同。凸透镜可以将物体放大成像,但单个透镜或一组透镜构成的放大镜放大倍数有限。若利用另一组透镜将第一次放大的像再次放大,就可以获得更高的放大倍数。金相显微镜正是根据这一原理设计的,其放大成像原理如图 2.1 所示。在金相显微镜中装有两组放大透镜,靠近物体的一组透镜称为物镜,靠近眼睛的一组称为目镜,被观察的物体 AB 置于物镜的前焦点 f_1 稍远的位置,由物体反射的光线穿过物镜,经物镜折射后获得一个放大的倒立实像 $A'B'$,它正好位于目镜的前焦点 f_2 以内,因而目镜将其再次放大成倒立的虚像 $A''B''$,这就是我们在显微镜下观察到的经过两次放大后的物像。

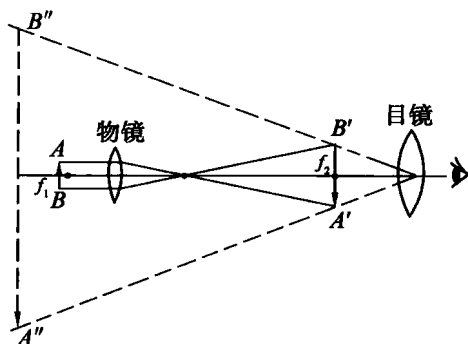


图 2.1 金相显微镜的成像原理图