

总主编 曹茂盛 李大勇 荆天辅

总主审 李庆芬 廖波 张宝生

材料科学与工程系列教材

根据 1998 年教育部颁布本科最新专业目录编写

常铁军 祁欣 主 编

刘喜军 南云 副主编

张静武 宋润滨 主 审

材料近代分析测试方法

哈尔滨工业大学出版社



材料科学与工程系列教材

总主编 曹茂盛 李大勇 荆天辅
总主审 李庆芬 廖 波 张宝生

材料近代分析测试方法

常铁军 祁 欣 主 编
刘喜军 南 云 副主编
张静武 宋润滨 主 审

哈尔滨工业大学出版社
哈尔滨

内 容 提 要

本书介绍了近代材料学科常用的几种分析测试方法,全书力求原理、方法、应用融为一体,简明而实用。内容包括光学显微分析、X射线衍射技术、电子光学微观分析技术、高分子材料分析技术及超声波检测技术。

本书可作为高等学校材料学科各专业本科生教材,亦可作为研究生教学参考书,也可供从事材料研究及分析测试方面工作的技术人员参考。

材料科学与工程系列教材 总编审委员会

主任委员 曹茂盛
副主任委员 张宝生 张显友 荆天辅
委 员 (委员按姓氏笔画排序)
邓启刚 王荣国 李大勇 李庆芬
孙德智 谢辅洲 陈 平 杨尚林
张德庆 姜兆华 赵 品 常铁军
戴金辉 廖 波

材料科学与工程系列教材 材料近代分析测试方法

Cailiao Jindai Fenxi Ceshi Fangfa

常铁军 祁 欣 主 编

刘喜军 南 云 副主编

张静武 宋润滨 主 审

*

哈尔滨工业大学出版社出版发行

哈尔滨工业大学印刷厂印刷

*

开本 787×1092 1/16 印张 17.75 字数 458 千字

1999年8月第1版 1999年8月第1次印刷

印数 1~3 000

ISBN 7-5603-1387-6/TG·48 定价 19.80 元

序 言

材料科学与工程系列教材是由哈尔滨工业大学出版社组织国内部分高校专家学者共同编写的一套大型系列教学丛书,被列为国家新闻出版署“九五”重点图书出版计划。编写本套丛书的基本指导思想是:总结已有、通向未来、面向 21 世纪,以优化教材链为宗旨,依照为培养材料科学人才提供一个捷径的原则,确定培养目标、编写大纲、书目及主干内容。为了确保图书品位、体现国家水平,编审委员会全体成员对国内外同类教材进行了长期细致的调查研究,广泛征求各参编院校第一线任课教师的意见,认真分析国家教育部新的学科专业目录和全国材料工程类专业教学指导委员会第一届全体会议的基本精神,进而制定了具体的编写大纲。经过全体编审人员的共同努力,现在这套教材即将出版发行,我们热切期望这套大型系列教学丛书能够满足国内高等院校材料工程类专业教育发展的需要,并且在教学实践中得以不断充实、完善和发展。

在本书的编写过程中,注意突出了以下几方面特色:

1. 根据科学技术发展的最新动态和我国高等学校学科归并的现实需求,坚持了加强基础、拓宽专业面、更新教材内容的基本原则。
2. 注重优化课程体系,探索教材新结构,即兼顾材料工程类学科中金属材料、无机非金属材料、高分子材料、复合材料共性与个性的结合,实现多学科知识的交叉与渗透。
3. 反映当代科学技术的新概念、新知识、新理论、新技术、新工艺,突出反映教材内容的现代化。
4. 坚持体现教材内容深广度适中,够用为原则,增强适用性。
5. 在系列教材编写过程中,进行了国内外同类教材对比研究,吸取了国内外同类教材的精华,重点反映新教材体系结构特色,把握教材的科学性、系统性和适用性。

此外,本套系列教材还兼顾了内容丰富、叙述深入浅出、简明扼要、重点突出等特色,能充分满足少学时教学的要求。

参加本套系列教学丛书编审工作的单位有:哈尔滨工业大学、哈尔滨工程大学、燕山大学、哈尔滨建筑大学、哈尔滨理工大学和齐齐哈尔大学等六所院校 50 余名专家学者,他们为本套系列教材编审付出了大量的心血,在此,编审委员会对这些同志无私的奉献致以崇高的敬意。在本套系列教材编审的过程中,得到了全国材料工程类专业教学指导委员会主任吴林教授和哈尔滨工业大学材料科学与工程学院副院长方洪渊教授的指导,中国工程院雷廷权院士应邀出席了本套系列教材的终审讨论会,并就学科建设、课程建设及教材建设提出了许多宝贵意见。在此,一并表示衷心的感谢。

限于编审者的水平,疏漏和不妥之处在所难免,欢迎同行和读者指正。

材料科学与工程系列教材
编审委员会
1999 年元月

前 言

本书是根据国家教育部 1998 年调整的最新专业目录和全国材料工程类专业教学指导委员会的精神编写的系列教材之一。在编写的过程中,始终贯彻以宽口径为主,够用为度,要求做到删繁就简,由浅入深,着重于分析测试方法的基本原理及其应用,进而使理论性、系统性、实用性兼顾得当。

本书介绍了光学显微分析技术;X 射线衍射分析技术;电子光学微观分析技术;高分子材料分析测试技术及超声检测技术的基本原理、特点及应用。全书力求简明、实用、知识面宽、信息量大,以适应宽口径、少学时的教学体系。此外,全书尽可能吸纳更多的现代材料学科的最先进的分析测试技术和方法,以适应当前飞速发展的科学技术的需求。本书第一至四章由燕山大学南云编写,第五至十一、二十一章由哈尔滨理工大学祁欣编写,第十七至二十章由齐齐哈尔大学刘喜军编写,第十二至十六章由哈尔滨工程大学常铁军编写,并负责全书的统稿。全书由燕山大学张静武和哈尔滨理工大学宋润滨主审。

本书可作为高等学院材料学科各专业本科生、研究生教材,对材料学科领域的科技工作者亦有参考价值。

由于编者水平有限,恳请广大读者对本书疏漏及不当之处提出批评指正。

编 者

1999 年 3 月

来信请寄哈尔滨工业大学出版社 张秀华(收)

地址:哈尔滨市南岗区教化街 21 号

邮编:150001

目 录

第一章 光学显微分析仪器	1
1.1 显微镜成像原理	1
1.2 显微镜的使用	5
第二章 金相试样的制备	8
2.1 试样的截取和镶嵌	8
2.2 金属显微组织的显示	11
第三章 特殊光学金相技术与显微硬度的测定	14
3.1 偏振光显微镜的原理、结构及应用	14
3.2 相衬显微分析的基本原理和相衬显微镜的光学结构	15
3.3 高温金相显微镜的结构和应用	16
3.4 显微硬度及其测定	19
第四章 定量金相技术	21
4.1 定量金相概述	21
4.2 定量金相的符号及测量基本原理	21
4.3 显微组织特征参数测量	23
第五章 X射线物理学基础	28
5.1 X射线的本质	28
5.2 X射线谱	29
5.3 X射线与物质相互作用	31
第六章 X射线运动学衍射理论	35
6.1 X射线衍射方向	35
6.2 倒易点阵	37
6.3 X射线衍射强度	41
第七章 X射线衍射方法	48
7.1 粉末照相法	48
7.2 多晶衍射仪法	51
第八章 晶体取向的测定	57
8.1 劳厄实验方法	57
8.2 劳厄法成像原理和衍射斑点分布规律	58
8.3 劳厄衍射花样指数化	60
8.4 晶体取向的测定	61
第九章 点阵常数的精确测定	64

9.1	粉末衍射花样的指标化	64
9.2	点阵常数测量中误差的来源	67
9.3	点阵常数精确测定的方法	72
第十章	多晶体的物相分析	77
10.1	物相的定性分析	77
10.2	物相的定量分析	85
第十一章	宏观应力测定	93
11.1	X射线应力测定的基本原理	93
11.2	X射线应力测定方法	96
第十二章	电子与物质的交互作用	98
12.1	散射	98
12.2	高能电子与样品物质交互作用产生的电子信息	99
第十三章	透射电子显微分析	106
13.1	透射电镜的结构及应用	106
13.2	电子衍射	112
13.3	金属薄膜的透射电子显微分析	125
第十四章	扫描电子显微分析	139
14.1	扫描电镜工作原理、构造和性能	139
14.2	扫描电镜在材料研究中的应用	143
14.3	波谱仪结构及工作原理	147
14.4	能谱仪结构及工作原理	150
14.5	电子探针分析方法及微区成分分析技术	152
第十五章	表面成分分析	157
15.1	俄歇电子能谱分析	157
15.2	原子探针显微分析	163
第十六章	电子显微技术的新进展及试验方法的选择	171
16.1	电子显微术的新进展	171
16.2	现代显微分析方法的选择	178
第十七章	核磁共振与电子自旋共振波谱	182
17.1	核磁共振的基本原理	182
17.2	电子自旋共振波谱	194
第十八章	X射线光电子能谱	201
18.1	表面分析能谱的基本原理	201
18.2	X射线光电子能谱实验方法	204
18.3	X射线光电子能谱在高聚物研究中的应用	205
第十九章	固体高聚物的小角光散射	211
19.1	小角激光光散射	211
19.2	光散射技术在高聚物研究中的应用	218

第二十章 热分析技术	227
20.1 差热分析	227
20.2 示差扫描量热法	231
20.3 热分析技术在高聚物研究中的应用	234
第二十一章 超声波检测	238
21.1 超声波检测的物理基础	238
21.2 超声波发射声场与规则反射体的回波声压	247
21.3 仪器、探头和试块	255
21.4 超声波探伤方法和通用探伤技术	257
参考文献	265
附录	266

第一章 光学显微分析仪器

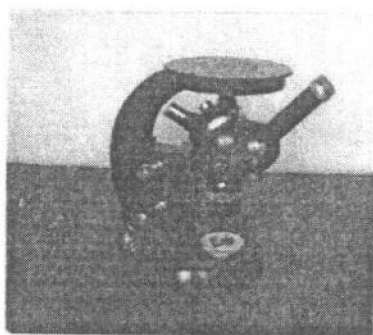
金相显微镜是用于观察金属内部组织结构的重要光学仪器,它是基于光线在均匀的介质中作直线传播,并在两种不同介质的分界面上发生折射或反射等现象构成的。研究这些现象的理论称为几何光学。随着几何光学和物理光学的发展,金相显微镜已日臻完善。

1.1 显微镜成像原理

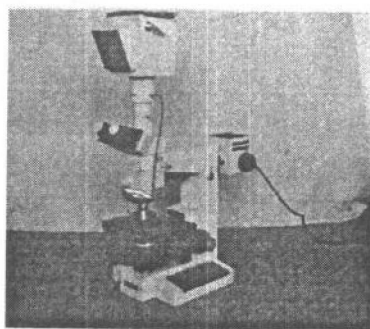
1.1.1 显微镜种类

普通光学显微镜的类型很多,常分台式、立式和卧式三大类。若按用途的不同来分,还有各类特种显微镜,如偏光显微镜、相衬显微镜、干涉显微镜及高温、低温金相显微镜等。目前新型的金相显微镜已趋万能(多种用途)。

台式显微镜主要由一镜筒(包括上装目镜和下配物镜)、镜体(包括座架和调焦装置)、光源系统(包括光源、灯座及垂直照明器)和样品台四部分组成。台式金相显微镜具有体积小、重量轻、携带方便等优点,其多用钨丝灯泡作光源,分直立式光程和倒立式光程两种。图 1-1 为常用的两种台式金相显微镜外形。



(a)XJB - 1 型



(b)XPT - 7 型

图 1-1 台式金相显微镜外形

立式金相显微镜是按倒立式光程设计的,并带有垂直方向的投影摄影箱,如奥地利的 Reichert MEF 型、前苏联的 MNM - 7 型等。与台式显微镜相比,立式金相显微镜具有附件多、使用性能广泛,可做明视场、暗视场、偏光观察与摄影等。某些显微镜如 MEF 有多种光源,还配备干涉、相衬装置及高温附件。

大型卧式金相显微镜是按倒立式光程设计的,并带有可伸缩水平投影暗箱。卧式金相显微镜由倒立式光程镜体、照明系统和照相系统三部分组成,并配有暗场、偏光、相衬、干涉及显微硬度、低倍分析等附件,设计较为完善,具有优良的观察和摄影像质。图 1-2

为前东德产的 Neophot - 21 型卧式金相显微镜外形。

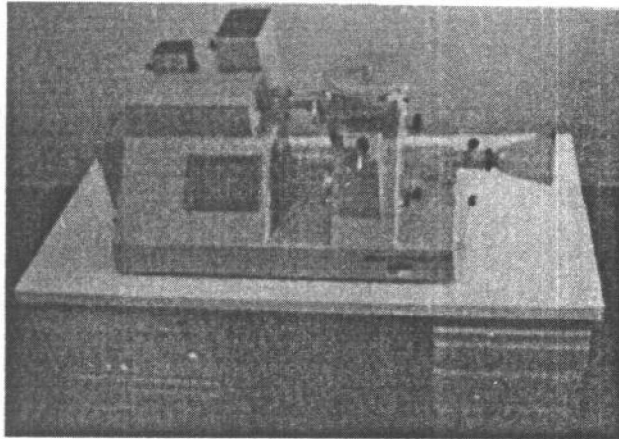


图 1-2 Neophot - 21 型卧式金相显微镜外形

1.1.2 金相显微镜成像原理

利用透镜可将物体的像放大,但单个透镜或一组透镜的放大倍数是有限的,为此要考虑用另一透镜组将第一次放大的像再进行放大,以得到更高放大倍数的像。显微镜就是基于这一要求设计的。显微镜装有两组放大透镜,靠近物体的一组透镜称为物镜,靠近观察的一组透镜称为目镜。

图 1-3 为金相显微镜成像原理简图。物体 AB 置于物镜的一倍焦距(F_1)之外但小于两倍焦距之内,它的一次像在物镜的另一侧两倍焦距之外,形成一个倒立、放大的实像 $A'B'$;当 $A'B'$ 位于目镜的前一倍焦距(F_2)以外时,目镜又使映像 $A'B'$ 放大,而在目镜的前两倍焦距之外,得到 $A'B'$ 的正立虚像 $A''B''$ 。因此,最后的映像 $A''B''$ 是经过物镜、目镜两次放大后得到的。其放大倍数应为物镜放大倍数与目镜放大倍数之积。

物体 AB 经第一次放大的倍数

$$M_{物} = \frac{A'B'}{AB} = \frac{\Delta + f'_1}{f_1}$$

式中, f_1 、 f'_1 分别为物镜的前焦距与后焦距, Δ 为显微镜光学镜筒长。

与 Δ 相比,物镜的 f'_1 很短,可忽略,故 $f_2 \approx \Delta/f_1$ 。像 $A'B'$ 经目镜第二次放大的倍数

$$M_{目} = \frac{A''B''}{A'B'} \approx \frac{D}{f_2}$$

式中, f_2 为目镜的前焦距, D 为人眼明视距离,一般 $D \approx 250\text{mm}$,所以显微镜的放大倍数应为

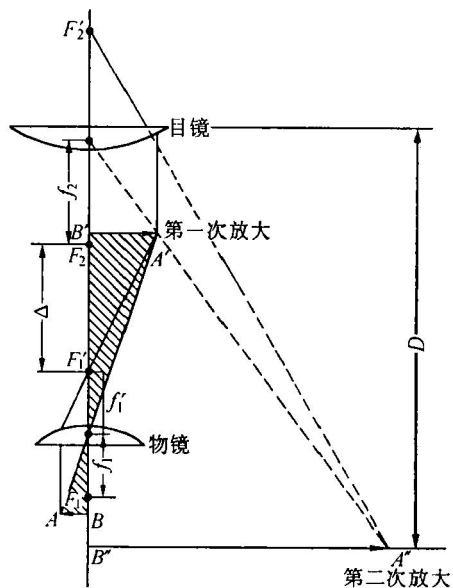


图 1-3 金相显微镜成像原理图

$$M = M_{\text{物}} \cdot M_{\text{目}} \approx \frac{\Delta}{f_1} \cdot \frac{D}{f_2}$$

当显微镜的机械筒长度设计得恰好等于光学镜筒长度时, $M = M_{\text{物}} \cdot M_{\text{目}}$, 否则 $M = M_{\text{物}} \cdot M_{\text{目}} \cdot C$, C 为与机械镜筒长及光学镜筒长有关的系数。

1.1.3 透镜像差及校正

透镜在成像过程中, 由于透镜本身物理条件的限制, 使像变形和像模糊不清。这种像的缺陷, 称为光学系统的像差。

像差按产生原因可分两类: 一类是单色光成像时的像差, 即单色像差, 如球差、慧差、像散、像场弯曲和畸变; 另一类是多色光成像时, 由于介质折射率随光的波长不同而引起的像差, 即色差。色差又分位置色差和放大率色差两种。各种像差的存在从不同方面影响显微镜的成像质量, 在设计中虽可尽量使之减小, 但不可能完全消除。

1. 球差

由光轴上某一物点发出的单色光束经光学系统后, 若不同孔径角的光线交光轴于不同位置, 从而使轴上像点被一弥散光斑所代替, 称光学系统对该物点的成像有球差, 即 $LA = S' - \bar{S}'$, 见图 1-4。对于正透镜, $LA > 0$, 对于负透镜, $LA < 0$ 。根据正、负单透镜球差的上述性质, 如将正透镜和负透镜适当地组合起来, 即可得到消球差的光学系统, 进而达到校正球差的目的。

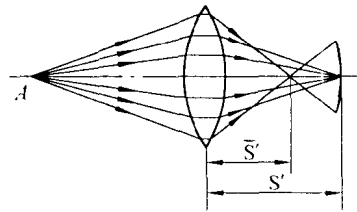


图 1-4 球差

2. 像散

当光学系统对非近光轴的物点以原光束成像时, 若像点被分离的子午焦线 T 和弧矢焦线 S 所代替, 则称系统对给定的物点的成像有像散, 即 $ST = x'_T - x'_S$, 见图 1-5。

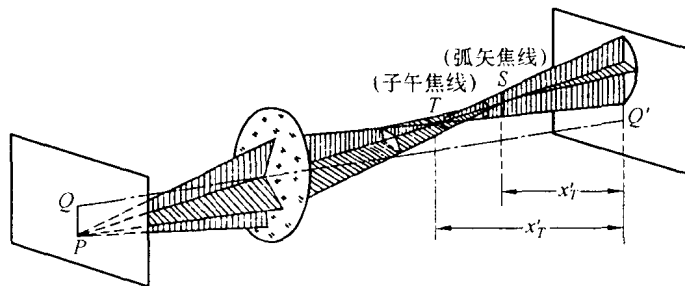


图 1-5 像散

像散的大小除与视场角有关外, 还与邻近介质的折射率及折射面的曲率有关。由于正、负透镜的像散符号相反, 故适当地选配系统各球面曲率和各介质的折射率, 并合理放置光阑, 则可得到对于一定视场像散为零的光学系统。

3. 彗差

由靠近轴的轴外点发出的宽光束, 经光学系统成像时得到的不是像点, 而是彗星形的光斑, 这种像差即为彗差。

彗差同球差一样, 严重影响成像的清晰程度, 实际的光学系统必须使之消除。彗差与透镜的形状有关, 可通过改变透镜形状和采取组合透镜减小或消除。

4. 像场弯曲

对于垂直系统光轴的物平面,明晰圆的轨迹一般是个曲面,见图 1-6, $\Sigma_M, \Sigma_S, \Sigma_C$ 分别代表子午焦线、弧矢焦线和明晰圆的轨迹,其偏离近轴光线所决定的像面的距离,就是像场弯曲。

像场弯曲取决于系统中透镜的焦距与其折射率之间的关系。有显著像场弯曲的光学系统会使投射在屏幕上的映像无法同时清晰,这给实用(如照相)带来不便,故用于照相的物镜要能较好地校正像场弯曲。采用组合系统并适当配选透镜变距及其折射率,可改善或消除像场弯曲;对于单透镜,可通过在透镜前适当位置放一光阑来校正或消除像场弯曲(见图 1-7)。

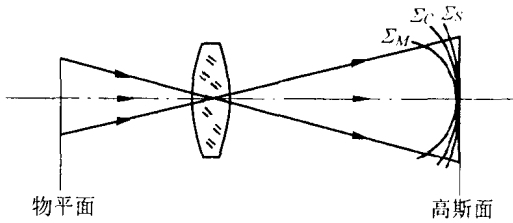


图 1-6 像场弯曲

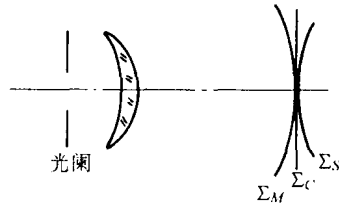


图 1-7 调整光阑位置消除像场弯曲

5. 畸变

影响像与几何相似性的像差称为畸变,它是由于光束的倾斜度较大引起的,从而造成透镜近轴部分放大率与边缘部分放大率不一致,但其不影响像的清晰程度,故对一般显微镜观察影响不大。

6. 色差

任何实际的光学材料,对不同波长的光其折射率是不同的。当光轴上的物点发出的多色光经单透镜成像时,将得到一系列与各色光对应的不重合的像点,即各色群像的叠集,所以成像模糊不清,这种色差称为轴向色差或位置色差(见图 1-8a)。轴向色差 $L_{ch} = L'_C - L'_F$ 。

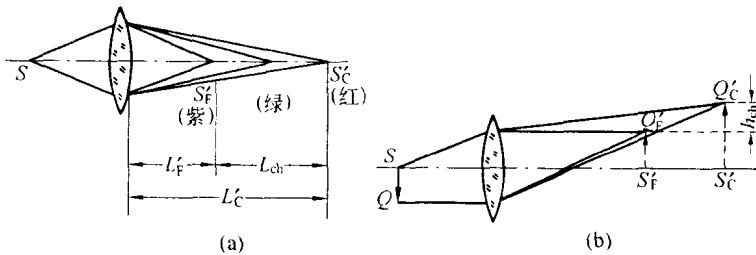


图 1-8 色差

(a)轴向色差; (b)放大率色差

造成这种色差的原因是一般光学材料对紫光的折射率总是大于对红光的折射率,故当以相同入射角通过透镜时,折射出的紫光较红光有较大的偏转角。同时,随物体高度的

不同,还存在垂直轴向的色差,称为放大率色差或横向色差,用 h_{ch} 表示(见图 1-8b)。

采用组合的光学系统,借助组合系统各组元焦距与其介质色散参数的恰当组合,或组合间隔的合理确定,可得到消除色差的光学系统。

光学系统中的色差,主要指位置色差,影响金相显微镜成像质量的像差主要是球差、色差和像场弯曲,其中球差和色差影响像的中央部分像质,而像场弯曲对像边缘有较大影响。

1.2 显微镜的使用

金相显微镜必须依靠附加光源进行工作。照明系统的任务是根据研究目的调整、改变采光方法并完成光线行程的转换,其主要部件是光源与垂直照明器。

1.2.1 光源及其使用方法

1. 光源的要求与种类

对于金相显微镜,光源强度要大,并可在一定范围内任意调整(借助于调压装置、滤光片或光阑);光源的强度要均匀(借助于聚光镜、毛玻璃等实现);光源发热程度不宜过高;光的位置(高低、前后、左右)可以调整。

目前金相显微镜中最常用的光源是白炽灯和氙灯,此外还有碳弧灯、水银灯等。

一般中、小型金相显微镜都配有白炽灯(即钨丝灯),其工作电压 6 ~ 12V,功率 15 ~ 20W 适于各种台式、立式显微镜观察及短投射距离的金相摄影,某些大型金相显微镜也备有钨丝灯作金相观察之用。超高压氙灯是球形强电流的弧光放大灯,具有亮度大,发光效率高及发光面积小等优点,近年来被广泛采用,尤其适于作偏光、暗场、相衬观察及显微摄影时的光源,正常工作电压 18V,额定电流 8A。

2. 光源的使用方法

光源由于集光透镜位置不同,使光程中集光情况不同,因而得到不同的效果。金相显微镜中光源常用的使用方法为临界照明、科勒照明、散光照明和平行光照明。

(1) 临界照明

临界照明又称奈尔雄(Nelson)照明,是早期金相显微镜设计中多用的照明方式,因其灯源成像在试样表面而对显微照相会产生很不均匀的照明,故目前很少使用。

(2) 科勒(Köhler)照明

科勒照明是目前广泛应用的照明方式,其特点是:光源的一次像聚焦在孔径光阑处,孔径光阑同光源的一次像一起聚焦在接近物镜的后焦平面上。光源不需要包含一个均匀发射光的表面即可提供一个很均匀的照明场,故对光源要求不甚严格。

(3) 散光照明

如用绕丝灯作为临界照明的光源,钨丝的投影像叠映在显微放大的物像上,则有显著的明暗差别。为此,在第二透镜组前面放置一块毛玻璃,使毛玻璃中央得到较大面积的均匀照明,于是光线在毛玻璃上的散射面就成了显微镜的二次照明光源,使之最终得到均匀照明的像域。

(4) 平行光照明

将点光源置于透镜焦点上,经透镜后将得到平行的光束。平行光照明效果较差,主要

用于暗视场照明,各类光源均可适用。

3. 垂直照明器与光路行程

金相显微镜的光源一般位于镜体的侧面,与主光轴成正交,故需一个“垂直照明器”起光路垂直换向作用。垂直照明器的种类有平面玻璃、全反射棱镜、暗场用环形反射镜等。

由于观察目的不同,金相显微镜对试样的采光方式要求也不相同,一般分为明视场照明光路行程和暗视场照明光路行程。明视场照明是金相研究中的主要采光方法,暗视场则适于观察平面视野上细小的浮雕微粒,常用于鉴定非金属夹杂物。

1.2.2 显微镜的放大率及景深

由 1.1 节可知,显微镜的放大倍数理论上为物镜和目镜二者放大倍数的乘积。实际上,显微镜的有效放大倍数还与所使用物镜的主要性能参数,如数值孔径、鉴别率和景深有关。

1. 物镜的数值孔径

数值孔径大小表征了物镜的聚光能力,常用 NA (Numerical Aperture) 表示,它是金相显微镜一个很重要的参数。NA 值越大,物镜聚光能力越强,从试样上反射时入物镜的光线越多,从而提高了物镜的鉴别能力。

根据理论推导, $NA = n \sin u$, 式中 n 为物镜与观察物间的介质折射率, u 为物镜的孔径半角, 见图 1-9。

从上面公式可以看出,提高数值孔径的途径有二:一是增大透镜直径或物镜的焦距,以增大孔径半角 u ,但此法导致像差增大和制造困难,故不实用。另一种方法是增加物镜与观察物间的折射率 n ,此法因使衍射光的角度变狭,即通过物镜的衍射光束增加,故利于鉴别组织细节,浸油物镜就是利用了这一原理。此外,在相同介质中,波长短的光源有较大的折射率,同样也将有较多的衍射光束进入物镜。

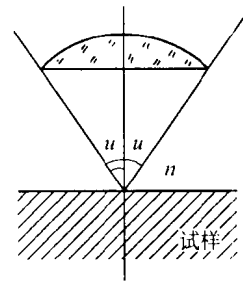


图 1-9

2. 物镜的鉴别率及显微镜的有效放大倍数

物镜的鉴别率是指物镜具有两个物点清晰分辨的最大能力,用两个物点能清晰分辨的最小距离 d 的倒数表示。 d 越小,物镜鉴别率越高。根据理论推导

$$d = \frac{\lambda}{2NA}$$

式中, λ 为入射光的波长, NA 为数值孔径。可见 NA 越大或 λ 越小,物镜的分辨能力越高。金相显微镜的鉴别率最高只能达到物镜的鉴别率,故物镜的鉴别率又称为显微镜的鉴别率。

在显微镜中保证物镜鉴别率充分利用时所对应的显微镜的放大倍数,称为显微镜的有效放大倍数,用 $M_{\text{有效}}$ 表示。经推导

$$M_{\text{有效}} = (0.3 \sim 0.6) \frac{NA}{\lambda}$$

由此可知,显微镜的有效放大倍数由物镜的数值孔径和入射光波长决定。已知有效放大倍数就可正确选择物镜与目镜的配合,以充分发挥物镜的鉴别能力而不致造成虚放大。

3. 景深

景深又称垂直鉴别率,是指在固定像点情况下,成像面沿轴向移动仍能保持图像清晰的范围,它表征物镜对应于不同平面上目的物细节能否清晰成像的一个性质。景深的大小由满意成像的平面的两个极限位置(位于聚焦平面之前和之后)间的距离来度量。

若人眼分辨能力为 $0.15 \sim 0.30\text{mm}$, n 为目的物所在介质的折射率, NA 为物镜数值孔径, M 为显微镜放大倍数,则景深 h 可表示如下

$$h = \frac{n}{(NA) \cdot M} \times (0.15 \sim 0.30)(\text{mm})$$

由上式可知,如要求较大的景深,最好选用数值孔径小的物镜,或减小孔径光阑以缩小物镜的工作孔径,这样就不可避免地降低了显微镜的分辨能力。这两个矛盾因素,只能视具体情况决定取舍。

第二章 金相试样的制备

金相检验是研究金属及合金内部组织的重要方法之一。要进行金相检验,就需制备金相试样。为获得正确的金相检验结果,选取的试样首先要有代表性,即能代表所要研究、分析的对象。其次金相试样的磨面须平整光滑、没有磨痕。为了显示金属与合金的内部组织,还需用适当的化学或物理方法对试样抛光面进行浸蚀。

2.1 试样的截取和镶嵌

2.1.1 金相试样的取样原则

用金相显微镜对金属的一小部分进行金相分析,其成功与否首先决定于所取试样有无代表性。在一般情况下,研究金属及合金显微组织的金相试样应从材料或零件在使用中最重要的部分截取,或在偏析夹杂等缺陷最严重的部位截取。在分析损坏原因时,则应在损坏的地方与完整的部位分别截取试样,以探究其损坏或失效的原因。对于有些产生长裂纹的部件,则应在裂纹发源处、扩展处和裂纹尾端分别取样,以分析裂纹产生的原因。对于大型的金相分析项目或较重要的金相检验项目,在报告中都应有图或文字说明试样选取的部位及方向。

金相试样截取的部位确定以后,需进一步明确选取哪个方向、哪个面作为金相试样的磨面。按照在金属或钢材上所取的断面位置不同,可分为横向试样(磨面为原构件的横截面)和纵向试样(磨面为原构件的纵截面)。横向试样常用于观察:(a)试样中心至边缘组织分布的渐变情况;(b)表面渗层、硬化层、镀层等表面处理的深度及其组织;(c)表面缺陷,如裂纹、脱碳、氧化、过烧等疵病的深度;(d)非金属夹杂物在整个断面上的分布情况;(e)测定晶粒度等。纵向试样常用于观察:(a)非金属夹杂物大小、变形情况及其含量;(b)带状组织的存在或消除情况;(c)塑性变形引起的晶粒或组织变形的情况。

对于一些常规检验的取样部位,有关的技术标准中有明确规定,必须严格执行。

2.1.2 金相试样的截取

金相试样较理想的形状是圆柱状或正方柱体,其直径或边长约 10 ~ 20mm,高约 10mm。一般由实际情况决定,形状与大小以便于握在手中磨制为原则。对于要进行镶嵌的试样,可根据要求检测及镶嵌模子的尺寸选择适当大小。

试样的切割应依具体材料选择适当方法,无论用何种方法切割试样,应尽量减小变形和发热,以保证所取试样组织与原金相组织一致。软钢、普通铸铁及有色金属可用一般的车、铣、刨等加工方法,也可用手锯或锯床切取;有一定硬度的材料,如淬火处理后的钢铁材料,常用砂轮切割机切取,某些试样也可用电火花切割;对于硬而脆材料,如白口铁可先

将其击碎,然后拣出合适形状和尺寸试样,或镶嵌成符合要求的金相试样。

2.1.3 金相试样的镶嵌

当试样尺寸过于细薄(如薄板、细线材、细管材等),磨光抛光不易持拿,或者当试样较软,易碎又需要检验边缘组织以及为了便于在自动磨光和抛光机上研磨的试样,都需要镶嵌或夹持。镶嵌是把试样镶入镶嵌料中,夹持是把试样夹入预先制备好的夹具内。为达到保护试样边缘和便于手持操作的目的,要求夹具或镶嵌料紧贴试样,没有空隙;夹具和镶嵌料的硬度要稍低于或等于试样的硬度;夹具和镶嵌料在浸蚀时应不影响试样的化学浸蚀过程。

镶嵌分为冷镶嵌和热镶嵌。冷镶嵌指在室温下使镶嵌料固化,反应式为,环氧树脂 + 固化剂 = 聚合物 + 热,一般适于不宜受压的软材料及组织结构对温度变化敏感或熔点较低的材料。热镶法是把试样和镶嵌料一起放入钢模内加热压,冷却后脱模,反应式为,树脂 + 压力 + 热 = 聚合物。

进行冷镶嵌时,将金相试样置于模子中,注入冷镶剂,冷凝后脱模(也有部分不脱模的),编号后即可进行下道工序操作。冷镶剂有多种,有“自凝牙托水”和“牙托粉”,调成糊状即可使用。环氧树脂也是常用的冷镶料,加入适当的固化剂后,就可在室温进行镶嵌,并在室温固化。

热镶嵌料常用的有酚-甲醛树脂,酚-糠醛树脂,聚氯乙烯、聚苯乙烯,前两种主要为热凝性材料,后两种为热塑性材料,并呈透明或半透明性。在酚-甲醛树脂内加入电木粉,可以染以不同颜色。热镶嵌是在镶嵌样机上进行,它主要包括加压设备、加热设备和压模三部分。镶样时将要检验的试样磨面除去油渍等,向下放在下模上,在套筒空隙间填入塑料,放入上模,加压加热,待温度和压力分别达到规定要求时,停止加热,此时镶嵌已成型,稍待几分钟,即可取出镶嵌试样。

对于需要研究表层组织的试样,为防止倒棱,还可用机械夹具夹持试样。夹具应选择与试样硬度、化学性能近似的材料,确保磨光和抛光时不出现磨损不一,以及浸蚀时不出现伪组织。

2.1.4 金相试样的磨制

经截取镶嵌好的试样表面粗糙、形变层厚。在显微镜检查之前,必须经过磨光和抛光。制备金相样品最好磨料是氧化铝和金刚石,它们既适于粗磨、细磨,也适用于粗抛和精抛。

1. 金相试样的磨光

磨光是为了消除取样时产生的变形层。为消除变形层,一般先用砂轮磨平,再用砂纸磨光。对于用砂轮锯或钼丝切割机截取的试样,表面平整光滑,可直接用砂纸磨光。

现在金相用的砂纸有两类,一类是干砂纸(多半由混合刚玉磨料制成),用于干燥条件下磨光;另一类是水砂纸(用碳化硅磨料、塑料或非水溶性粘结剂制成),在水冲刷条件下使用最好。磨光用砂纸的编号、粒度和实际尺寸如表 2-1 和表 2-2 所示。