

屠世润 高越 等 编译

金相原理与实践

JINXIANG YUANLI
YU SHIJIAN



机械工业出版社

金相原理与实践

屠世润 高越 等 编译

本书是根据作者在多年从事金相教学和科研工作的经验编写而成的。全书共分八章，主要介绍金相学的基本原理、金相试样的制备、金相显微镜的使用、金相分析的基本方法、金相定量分析、金相热处理、金相腐蚀、金相显微组织分析等。本书可作为高等院校金属材料专业及相关专业的教材，也可供从事金属材料工作的工程技术人员参考。

本书由屠世润、高越等编写，机械工业出版社出版。



机械工业出版社

本书阐述了以光学显微镜为主的金相研究方法的理论与实践。内容包括宏观浸蚀、金相试样制备、浸蚀方法、光学金相显微镜、显微硬度试验及定量金相分析等。介绍了各种试验方法的原理、演变过程及最新进展,并对具体操作方法作了详细说明。在附录中还列举了多种金属及合金的各种浸蚀方法及浸蚀剂配方。

本书可供从事金相试验、金属材料研究及金属热处理技术等方面工作的科技人员、高等学校有关专业的教师、研究生及高年级学生阅读参考。

金相原理与实践

屠世润 高越 等 编译

*

责任编辑:程淑华

封面设计:郭景云

*

机械工业出版社出版(北京阜成门外百万庄南街一号)

(北京市书刊出版业营业许可证出字第117号)

机械工业出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行·新华书店经售

*

开本 $787 \times 109 \frac{2^1}{16}$ · 印张 $25^1 \frac{1}{2}$ · 字数 627 千字

1990年2月北京第一版·1990年2月北京第一次印刷

印数 0,001—3,970 · 定价:15.40 元

*

ISBN 7-111-01720-X/TG·440

前 言

金相检验是现代材料科学技术中的主要试验方法，它广泛地应用于机械制造、冶金、航天、航空及电子等工业部门的生产及科研工作中。本书主要根据 Vander Voort 所著 METALLOGRAPHY Principles and Practice (McGraw-Hill Book Company 1984 年初版) 编译。原书作者多年从事金相检验方法的理论研究及实际工作。书中较详细地阐述了这一领域各种试验方法的发展和具体操作，其中有不少是近年出现的新方法和新标准，这些内容对各行业的金相检验工作者和材料试验研究工作者很有参考和实用价值。

因篇幅有限，同时考虑国内金相试验技术现状和实用性，对原著中部分内容，如一般出书中常见的常规硬度试验方法、很少应用的部分浸蚀剂配方和部分彩色金相图片等有关内容作了删节和改编。

本书由北京内燃机总厂职工技术协作委员会组织以中央试验室为主的科技人员翻译编写。其中：第一章由张新兰译，高越校；第二章由高越译，屠世润校；第三章由张新兰译，胡克琳校；第四章由刘滋春译，屠世润校；第五章由余定冠译，周亮校；第六章由屠世润译；附录由陶建新、许智泉译、高越校。另外，银戒三同志对第一、二、三章译稿进行了技术校对。部分技术问题还征求过张玉泉同志的意见。

本书的编写和出版工作得到了北京内燃机总厂工会、职工技协和中央试验室贾小源、张德明、杨志坚以及何顺林同志的支持和关怀，北内研究所陈启林同志为本书的出版也作了不少工作。

本书在选题和编写过程中得到了清华大学材料研究所陈南平教授的指导和帮助，在此表示衷心感谢。

译 者

目 录

第一章 宏观组织		1-6 特殊印痕法	27
1-1 引言	1	1-6.1 接触印	27
1-2 用浸蚀法显示和评定宏观组织	1	1-6.2 硫印	27
1-2.1 酸溶液宏观浸蚀	2	1-6.3 氧化物印	29
1-2.2 初生组织的含铜宏观浸蚀剂	3	1-6.4 磷印	30
1-2.3 显示应变图形的宏观浸蚀剂	5	1-6.5 铅印和铅渗出试验	31
1-2.4 宏观浸蚀的技术规范	6	1-6.6 其它印相法	33
1-2.5 宏观浸蚀组织分类	7	1-7 小结	33
1-3 宏观浸蚀的应用	8	第二章 光学显微镜试样制备	
1-3.1 结晶组织	9	2-1 引言	36
1-3.2 钢锭和钢坯的宏观组织	9	2-2 试样	36
1-3.3 连铸钢的宏观组织	11	2-3 切割	36
1-3.4 自耗电极重熔钢宏观组织	12	2-3.1 破断	37
1-3.5 枝晶轴间隔	12	2-3.2 剪切	37
1-3.6 锻造流线	14	2-3.3 锯切	37
1-3.7 晶粒或晶粒大小	16	2-3.4 砂轮切割	37
1-3.8 合金偏析	18	2-3.5 切片法	40
1-3.9 碳化物偏析	18	2-3.6 线切割	40
1-3.10 焊接件	19	2-3.7 电火花切割法	41
1-3.11 应变花样	21	2-3.8 微铣削	41
1-3.12 失效分析	21	2-3.9 小结	41
1-3.13 热处理工艺性能	22	2-4 镶样	41
1-3.14 火焰切割	22	2-4.1 清洗	42
1-4 机械方法显示宏观组织	22	2-4.2 粘附镶嵌	42
1-5 断口试验	23	2-4.3 夹子	42
1-5.1 成分	24	2-4.4 可塑性镶嵌材料	43
1-5.2 链状夹杂物	25	2-4.5 真空浸渗	50
1-5.3 石墨化程度	25	2-4.6 斜面镶嵌	51
1-5.4 晶粒度	25	2-4.7 边缘保持	51
1-5.5 硬化深度	25	2-4.8 导电镶嵌	54
1-5.6 过热测定	26	2-4.9 特殊镶嵌方法	54
1-5.7 质量评价	26	2-4.10 镶样的标记和存放	55

2-4.11 小结	55	3-2 浸蚀	99
2-5 磨光	55	3-2.1 浸蚀理论	99
2-5.1 磨削介质	58	3-2.2 浸蚀方法	102
2-5.2 设备	58	3-2.3 浸蚀问题	103
2-5.3 研磨	60	3-2.4 着色浸蚀	104
2-6 抛光	60	3-2.5 电解浸蚀	107
2-6.1 设备	61	3-2.6 阳极化处理	107
2-6.2 抛光布	61	3-2.7 恒电位浸蚀	108
2-6.3 抛光磨料	64	3-2.8 偏光浸蚀剂	109
2-7 磨削和抛光理论	68	3-3 热着色	110
2-8 电机械抛光	69	3-4 热蚀	112
2-9 浸蚀抛光	70	3-5 气体对比	113
2-10 化学抛光	70	3-6 蒸发—沉积干涉膜	113
2-11 电解抛光	71	3-7 磁性“浸蚀”	115
2-11.1 优点	72	3-8 离子轰击浸蚀	116
2-11.2 缺点	72	3-9 位错蚀坑	117
2-11.3 设备	72	3-10 腐蚀试验	119
2-11.4 理论	73	3-11 具体浸蚀方法介绍	119
2-11.5 影响电解抛光的因素	74	3-11.1 金属	119
2-11.6 机械抛光和电解抛光表面的比较	74	3-11.2 硼化物 碳化物 氮化物和 氧化物	159
2-12 专用抛光方法介绍	75	第四章 光学显微技术	
2-12.1 万能方法	75	4-1 引言	168
2-12.2 一般问题	76	4-2 光学理论中的基本概念	169
2-12.3 金属	79	4-3 光学显微镜	170
2-12.4 硼化物和碳化物	85	4-3.1 照明	171
2-12.5 碳素材料	85	4-3.2 聚光镜系统	172
2-12.6 陶瓷材料	86	4-3.3 滤光器	172
2-12.7 复合材料	86	4-3.4 物镜	173
2-12.8 矿石	86	4-3.5 目镜	175
2-12.9 聚合物	87	4-3.6 载物台	177
2-13 安全	88	4-3.7 显微镜参变量的控制	177
2-13.1 溶剂	89	4-3.8 透镜的缺陷	178
2-13.2 酸类	90	4-3.9 分辨率和景深	178
2-13.3 其它化学试剂	93	4-4 光学显微技术中的检测方式	185
2-13.4 小结	93	4-4.1 检测方法	185
2-14 本章小结	94	4-5 光学现象	197
第三章 浸 蚀		4-6 显微照相技术	198
3-1 引言	99		

4-6.1 获得好的显微照片	199
4-6.2 黑白照相技术	200
4-6.3 彩色照相技术	201
4-6.4 胶片处理	202
4-7 宏观照相技术	202
4-8 辅助技术	205
4-8.1 显微硬度	205
4-8.2 高温显微技术	205
4-8.3 用于就地试验的特殊载物台	207
4-8.4 放射性屏蔽室显微技术	207
4-8.5 现场显微技术	207
4-8.6 比较显微镜	209
4-8.7 电视监视器	209
4-8.8 清洁室显微技术	209
4-9 小结	210

第五章 硬 度

5-1 维氏硬度	215
5-2 显微压痕硬度	220
5-3 硬度的换算	227
5-4 应用	228
5-4.1 各向异性	228
5-4.2 压痕破裂	228
5-4.3 切削性能	230
5-4.4 相的识别	232
5-4.5 其它性能的预测	232
5-4.6 质量控制	234
5-4.7 残余应力	236
5-4.8 温度效应	236
5-4.9 磨损	238
5-4.10 其它方面的应用	242
5-5 小结	242

第六章 定量金相学

6-1 引言	248
6-2 测量基本事项	249
6-2.1 取样	249
6-2.2 试样制备	249
6-2.3 视场选择	249

6-3 标准图片法	250
6-4 组织梯度测量	250
6-4.1 脱碳	250
6-4.2 层深	252
6-4.3 涂层厚度	254
6-5 体视学术语	255
6-6 体积分率	257
6-6.1 面分析	257
6-6.2 线分析	258
6-6.3 点计数	258
6-6.4 统计分析	259
6-6.5 方法对比	261
6-6.6 小结	264
6-7 晶粒大小	264
6-7.1 晶粒形状	264
6-7.2 晶粒大小的测量	265
6-7.3 晶粒大小的分布	287
6-7.4 小结	291
6-8 夹杂物评定方法	291
6-8.1 图片比较法	292
6-8.2 非图片评定法	293
6-8.3 夹杂物的变形能力	295
6-8.4 小结	296
6-9 线长度	296
6-10 间距	297
6-10.1 平均自由程和平均间距	297
6-10.2 片间距	297
6-11 接触率	300
6-12 各向异性	300
6-13 形状	301
6-14 粒子大小	302
6-15 电子金相技术	305
6-16 定量断口金相学	306
6-17 图象分析	308
6-18 应用	310
6-19 小结	310

附 录

附录 A 宏观组织浸蚀剂	316
--------------------	-----

附录 B 以含铜化合物为基础的宏观浸蚀剂——用于钢铁材料浸蚀	327	附录 E 电机械抛光方法	330
附录 C 显示有色金属应变图样的宏观浸蚀剂	328	附录 F 浸蚀抛光方法	331
附录 D 化学镀和电镀方法	329	附录 G 化学抛光溶液	334
		附录 H 电解抛光溶液	339
		附录 I 显微组织浸蚀剂	352
		附录 J 位错浸蚀技术	395

第一章 宏观组织

1-1 引言

在日常质量检验、失效分析和研究工作中，常常应用宏观试验方法，它们一般作为微观分析的先导。然而，在质量检验中，往往单独作为产品验收的依据。可以采用的破坏性和无损试验方法多种多样，最基本的包括诸如裂缝、折迭和氧化皮等表面缺陷的肉眼观察。

本章只描述破坏性试验方法而不涉及无损检测的内容。破坏性方法有下列几种：

- 宏观浸蚀
- 接触印
- 破断
- 铅渗出

对于材料生产，正确运用这些方法是最根本的问题。在质量检验中，日常生产工艺常常是根据固定规程制定的，宏观方法用来检查产品是否符合标准。至于失效分析，工程师可以用这些方法来判断质量，确定有问题的部位以便进一步进行分析，有时则用来确定零件的生产工艺。在科学研究中，工序往往变化不定，宏观观察用来显示实际制造过程所产生的差异。在各类研究中，宏观试验的具体细节略有出入，专业人员应透彻了解试验的方法、应用及对测试数据的分析。

分析测试数据需要了解生产工艺过程，因为宏观组织取决于结晶过程和所使用的冷热加工工艺。可以断言，由于各种因素，如铸造方法、铸锭尺寸和形状、化学成分等都会显著影响结晶形式，而可能使宏观组织有明显的不同。

无论从宏观还是微观上看，可以说没有任何一种材料是完全均匀的。这种不均匀的程度因材料的性质、制造方法以及生产成本而有很大差异。好在，只要这些差异控制在规定的极限范围以内，则这种正常的不均匀性就不是使用中的一个严重问题。有些缺陷，如缩孔、白点，一般说就非常有害。其它如疏松、偏析和夹杂物等的影响则很难判断。因此，必须考虑这些缺陷的严重程度，随后的加工量以及材料应用的性质。

在所有列举的金相方法中，宏观浸蚀试验最为有用。本章着重叙述宏观试验，并举出它在各种材料中应用的大量实例。

1-2 用浸蚀法显示和评定宏观组织

一切质量评价，都应当以简单而可靠的方式，对全视场进行全面大幅度的宏观观察开始。先就材料的宏观组织进行评定，再对其具体细节作微观检查。当浸蚀片上观察到反常现象时，可将试片折断或制备成金相试样加以研究。从对应于试件热加工轴横向或纵向上所作的宏观侵蚀，工厂冶金师可迅速而有效地对较大面积的质量作出评价。因此，它是一种很有效的检测手段，而且是全面质量检查程序的基础。

早期的浸蚀剂已经在 Berglund, Rinmann 和 Sorby 等的著作和经典教科书中详述过了^{(1) (2)}。

1-2.1 酸溶液宏观浸蚀

第一个钢的“深”浸蚀方法是由 Waring 和 Hofamman 按 9 份盐酸、3 份硫酸加 1 份水配成的溶液而研制出来的。但在有关使用强酸来评价高应力构件这一点上, 该文引起了很多的不同意见。当时, 人们对用酸“深”浸蚀的最初反应是否定的, 但此后大量的研究工作显示出它的巨大价值。

自上述两位研制者的初次研究提出后, 引起了人们用强酸进行钢的深浸蚀研究的极大兴趣。应用最广的为试剂级盐酸^①和水的 1:1 溶液, 加热到 71~82℃ 保持 15~45min。浸蚀可以在锯切面上进行, 但清晰度不如磨削面上的好。Gill 和 Johnstin 发现这种浸蚀剂比类似的硝酸或硫酸的水溶液更具有浸蚀选择性⁽³⁾。它的一个重要特点是在使用中的蒸发损失不会明显地改变成分。

在研制宏观浸蚀剂时须考虑下列各点:

- 应产生全面完好的效果, 应能通用于大多数材料, 能显示众多的组织特征和缺陷。
- 成分应简单, 既经济又便于配制。
- 使用和保存中应稳定不变质。
- 使用安全, 不产生异味。

因盐酸和水的 1:1 溶液较其它试剂更能满足上述要求而得到广泛应用。附录 A 列出适用于钢铁以及其它金属的宏观浸蚀剂配方:

盐酸和水的 1:1 溶液极易腐蚀硫化锰, 但对氧化铝不起作用。含高铝的钢, 如渗氮合金钢, 最好用 V.T.Malcolm 研制的含盐酸 10%, 硝酸 2% 的水溶液浸蚀, 在 82℃ 下作用 15~60min。

随着合金含量的递增, 偏析程度及其它相应问题也增加。腐蚀肯定在基体和偏析的界面上进行, 腐蚀去偏析或基体面而留下凹坑。硫化物和碳化物也可能在被腐蚀之列。在研究者能够区别出是非金属夹杂物还是偏析或碳化物造成的凹坑之前, 必须将试件淬硬并再浸蚀。如果是由非金属夹杂物引起的, 则凹坑在退火和淬火两种试片上反映的程度相同。

Watertown Arsenal⁽⁴⁾ 用 38 份盐酸、12 份硫酸加入 50 份水配成有别于标准配方的另一种浸蚀剂^②。这一试剂往往可产生比标准浸蚀剂更清晰的特征, 而且使用中浓度不会有显著变化。

宏观浸蚀通过揭示下列各点, 全面展示金属和合金的均匀性程度:

- 结晶或加工造成的组织特征细节
- 化学不均匀性的定性描述
- 由结晶、加工等造成的物理不均匀性
- 焊接组织或气割形成的热影响区
- 未淬透钢或因淬火不均匀产生的硬度分布图象
- 磨削损伤

① 工业级盐酸中 HCl 含量为 28%, 而试剂级含量为 36.5~38%。

② 将硫酸缓慢注入水中, 边加边搅拌, 待冷却后加盐酸。

- 操作不当造成的热效应

前三项特征以热酸浸蚀最好，其余四项则以浸蚀剂室温浸蚀显示为好。宏观浸蚀通常于磨削面上进行，但在有些场合，特别是使用冷浸蚀剂时，用抛光面的效果就更好。某些冷浸蚀剂可显示化学成分偏析，可拍照下来作资料，可能时采用接触印记录。

为了观察上述特征，材料取样必须恰当且正确运用宏观浸蚀的操作步骤。好在只要遵守若干注意事项，这些试验操作还是简单易行的。此外，还需考虑以下各项试验中的变动因素：

- 代表性样品的选取
- 确定表面取向
- 试样表面的正确制备
- 最佳浸蚀剂成分的选择
- 浸蚀温度和控制
- 测试结果的汇总与整理

在工厂的日常检验中，冶金师通常从同炉钢的第一个、中间、最后一个钢锭上，分别截取头部、尾部（有时是中间）试样。有些产品，则是对所有轧制成所需尺寸的钢坯取样。这些试样需加工消除按长度或去除头尾废料进行热剪切的剩余斜面。通常，厚度控制在 12.7 ~ 25.4mm 之内，因试样较大就重，妨碍加工。切口两端还应互相平行。对于大截面钢材的试样，建议分成两片以上；但应避免直接通过截面中心切割。尽管纵向截面对评价偏析和机械性能的不均匀性十分有用，但在大多数情况下仍然采用横向截面。至于钢材的日常检验，一般锯切面即可满足浸蚀要求，但要检测出微小细节，光洁的磨削面当然更好。有些浸蚀剂则要求光滑的磨光或抛光表面，方可正确地描绘宏观组织。

不需要去掉试样上的轧制氧化皮，但切割面上所有油污和残渣必须清除。淬火钢材试样不宜用热浸蚀，否则会发生开裂或破断。同样，钢材切割前应先行软化，防止切割时的损伤而使浸蚀图象失真。为了避免因切割或磨削而造成的损害，采用适当的加工方法是必要的。

1-2.2 初生组织的含铜宏观浸蚀剂

用含铜离子的浸蚀剂对钢材进行宏观试验比热酸浸蚀法的研究要早，这类含铜试剂列于附录 B 中。最先研制成功的是 Heyn 氏试剂，其它一些试剂归功于为得到更好结果所作的努力。这类试剂主要用于显示磷或碳偏析以及枝晶组织。研制初期，磷偏析是酸性转炉钢的一个重要问题。而今，很少再生产酸性转炉钢，磷偏析退居次要位置。然而，碳偏析却依然是评价问题的热门，尤其是高碳钢。这类试剂目前主要用于研究工作，有时也用于质量检验。用途之一是，显示材料的初生组织，近斯开发的试剂已应用于研究受载金属的应变图样的显示。

Stead 氏 1 号试剂是广泛应用的一种浸蚀剂，该氏推荐的用法如下：滴少量试剂于试件表面，作用约 1min，随擦随滴新液；重复这一过程直至取得所需浸蚀图象为止。Magnusson^[5]指出，这样只能得出试样截面上不均匀的浸蚀，如浸入溶液中则结果更佳。这与 Stead 的不得将试件作浸入浸蚀的观点正好相反。

Magnusson 完成了用 Stead 溶液显示各种焊接初生组织的详细研究^[5]。他指出，为了清楚地观察到初生组织，就必须减少二次的和三次组织的影响。在浸蚀前对试样热处理可达

到此目的，正火有一定效果，但最好是淬火和回火。他建议在高于上临界点 52°C 以上奥氏体化，经短时间（5min）保温后，快速淬火使之形成马氏体组织，并在 552°C 和 677°C 之间回火 1h。回火温度高于 677°C 会使反差模糊。

Stead 溶液用于抛光表面。据 Magnusson 称，热处理后，在最后几个抛光工序之间，试样用硝酸酒精液浸蚀。最终抛光后，在 0.5% 硝酸酒精溶液中浸蚀 5s。清洗干燥后，浸入溶液中浸蚀。开始用 1 份 Stead 溶液加 3 份酒精以及 1/4 份水的试剂浸 45s。冲净试样后，将加有 10 滴 H_2O_2 的 50mL 10% 氨水溶液滴在试验表面上 5~10 滴。用棉花擦去沉积铜。然后，用 1 份 Stead 试剂加 2 份酒精的溶液浸蚀两次，每次 30s（中间经清洗，干燥），然后再用稀 Stead 溶液（稀释度不必很精确，也许是 1 份酒精）作用 15s。以苦味酸酒精溶液预浸蚀所得反差较弱。Magnusson 也建议用 10mL 0.5% HNO_3 加 3 滴 4% 苦味酸酒精溶液预浸蚀以增强反差。

Oberhoffer 试剂由于可得到较好而均匀的结果，也被广泛地应用。但是，如 Magnusson 所指出，表面必须抛光，而且，如抛光面在浸蚀前先在空气中放置约 1h，则效果最佳。Pokorny 就含铜溶液宏观浸蚀剂，对表面状况的影响作了详细研究⁽⁶⁾。抛光产生两项表面效应，即机械变形层和化学吸收层。他认为，有此两层时，预浸蚀效果最好。但大多数其他研究者则主张必须把机械变形层去掉。经金刚石和氧化铝抛光后，用 AES（俄歇电子能谱仪）和 SIMS（二次离子质谱仪）研究化学吸收层的结果表明，该层是由金属氧化物加硫或铵的化合物所组成，取决于抛光是在城市还是在农村环境下进行的。化学层可由离子轰击法去除，除去大约 4nm 后即可得到纯净的金属表面。

Pokorny 指出，新鲜抛光表面的浸蚀效果一般，而在空气或真空中放置 20h 后再浸蚀，结果十分优异。他建议金刚石抛光的时间以能消除磨痕即可，然后在空气中放置一段时间再浸蚀。

Buhr 和 Weinberg 比较了用标准 1:1HCl 试剂热浸蚀，以及用 Oberhoffer 试剂作用于掺有放射性磷定向结晶的 AISI（美国钢铁学会）3403 材料产生的放射自显影图的结果⁽⁷⁾。此项工作起因于 Kirkaldy 等人关于 Oberhoffer 试剂不宜用于显示磷偏析的报告。两项研究都证实 Oberhoffer 试剂不能得出铜的沉积率同合金含量之间的有效关系。他们观察到，热 HCl 浸蚀剂仅能显示枝晶轮廓，并浸蚀富磷区，但无法显示二次枝晶轴。Oberhoffer 试剂则可使铜优先沉积在磷贫化区，勾画出相当清晰的磷偏析。二次枝晶磷贫化区仅勉强地被显示出来，其宽度与放射自显影图所显示的相似。

Buhr 和 Weinberg 观察到铜一开始先在磷贫化区沉积⁽⁷⁾。然后，发生第二次浸蚀的区域，看来与深度腐蚀的针状暗区组织有关。这种浸蚀产生黑色枝晶。

他们并以下列钢材研究碳含量对 Oberhoffer 试剂作用的影响，见表 1-1。

钢 A 和钢 C 含磷量低，用 Oberhoff 试剂不能显示出枝晶图象。钢 B 略有显示，而钢 D 的枝晶图象则轮廓清晰。这些结果清楚地表明，要显示枝晶，在有磷含量足够的同时还必须有碳才行。磷含量的影响也分别用 0.006%、0.020%、0.043% 和 0.090% 等不同含量的

此处按原文 125°F 换算而来。因为我国法定温度计量单位为摄氏度，故本书一律加以转换，余类推。应用时请读者注意。——编译者

⑤ 含 3.5% 苦味酸的乙醇溶液。

AlSi14340 铸件作了试验。全部四种试样经浸蚀后都展现枝晶，且随着含磷量的增高而益趋明显。根据 Karl 所述，Oberhoff 试剂显示磷的下限为 0.003%⁽⁸⁾。

表 1-1 用作研究钢材的成分

符号	重量(%)				
	C	P	Mn	Si	S
A	0.01	0.001	0.39	0.33	0.004
B	0.01	0.061	0.37	0.33	0.004
C	0.46	0.001	0.52	0.31	0.007
D	0.45	0.053	0.10	0.28	0.007

1-2.3 显示应变图形的宏观浸蚀剂

1921 年，Fry 发表了应用微观和宏观两种浸蚀剂显示钢铁应变线的方法，Fry4 号宏观试剂（见附录 B）已被广泛应用。溶液中含多量盐酸，浸蚀时可阻止游离铜沉积于试样上。抛光后的试样于试剂中浸泡 1~3min，从溶液中取出后，继续用蘸有试剂并涂有 CuCl_2 的布料擦蚀 2~20min^①。试面周期地用酒精清洗（不得用水），吹干检验。如表面欠光亮，要继续擦拭。浸蚀结果产生与最大剪切应力区相对应的明暗带图象。

浸蚀试样前，建议先在 204~260℃ 之间时效处理 30min。如表明有脏物，必须用蘸有饱和浸蚀剂的布料擦去。浸蚀后，用较浓的盐酸冲洗有好处，此后方可安全地经清水冲洗并干燥。除应变线之外，浸蚀还可能产生晶粒反差。

Koster⁽⁹⁾ 和 MacGregor, Hensel⁽¹⁰⁾ 的研究，揭示了为什么 Fry 试剂对有些钢材有作用，而对另一些则没有反应。Koster 认为，此种浸蚀效果上的变化是由于时效处理效应。Fry 试剂只是在时效时沉淀出铁的氮化物后才起作用。氮含量和氮的形成方式极其关键。如酸性转炉钢等含氮量高的钢种只需浸蚀几分钟，而含氮量低的平炉钢则需几小时或更长时间方能显示出应变图象。含氮量更低的钢不能成功地进行浸蚀。MacGregor 和 Hensel 指出，Fry 试剂极易腐蚀含氮 0.01~0.05% 的低碳钢。含氮量低而 Fry 试剂不起作用的钢材，若在其抛光表面进行轻微渗氮处理后再浸蚀，则十分成功。

Bish 研制成功一种用改进的 Fry 试剂腐蚀冲压成形的低碳钢板，使之显示应变图象的方法^(11, 12)。即将表面磨去约 1mm，然后在以石蜡作润滑剂的粗金刚砂布上打磨，再在 150、220、400 和 600 号碳化硅砂纸上，以水润滑打磨。接着用 60mL H_2O_2 ，140mL 水再加 10mLHF 的溶液化学抛光。试件先经脱脂，然后在化学抛光剂中擦试 10s。经水漂洗后，浸入 20~25% 的 HCl 溶液中，再漂洗、干燥。继而置入以 36g CuCl_2 ，144mL HCl 和 80mL 水配成的改进 Fry 溶液中擦蚀并浸泡浸蚀。试件表面生成的黑色沉积用浸入化学抛光剂中的方式除去。紧接着再次用水冲洗、稀 HCl 浸泡，然后再冲洗、干燥。Bish 试剂应以分析纯 HCl 配制。他认为，浸蚀要成功，则要求去掉试样在截取和磨削过程中产生的表面损伤，而精磨产生的损伤则以化学抛光法消除。化学抛光似乎也产生活性表面。Bish 指出，如通常所见，此法只浸蚀非变形区，而无损于变形区。

宏观浸蚀法也已扩大到显示有色金属的应变图象。附录 C 中列举显示铝和镍基超合金

① 须戴上橡胶手套操作。

的方法。

大多数金属的应变图象可通过试样变形后退火产生再结晶来显示^{〔13〕}。在承受临界应变量（通常在 5~8%之间）的区域内，晶粒长大极快。这些临界应变区在宏观浸蚀中显得格外清晰。

1-2.4 宏观浸蚀的技术规范

作为验收材料依据的宏观组织分级已经制订出来，而且目前也还相当简单易行。凡有严重缺陷或良好的宏观组织均可一目了然。可是，如要给有疑问的宏观组织作出正确的分级判断，则尚需具备制造工艺和实际应用的经验和知识。如测试件还要经热加工成较小的截面，工厂冶金工程师应该了解附加的热加工是否足以改善宏观组织。要不，有时还必须建议将钢坯轧制成小于原要求的截面，以获得合格和可出售的产品。

美国材料试验学会（ASTM）长期以来作了许多宏观组织浸蚀技术方面的工作，最近已将有色和黑色金属用宏观浸蚀剂编辑成一个技术标准，即 ASTM E340。ASTM 也已制订出评定钢的宏观组织技术规范。早在 1948 年就提出了 ASTM 规范 A317“锻钢件宏观浸蚀试验和检验方法标准”。这一标准展示宏观浸蚀所显示的常见缺陷照片。

第一个宏观组织分级图片是 1957 年出版的 MIL-STD-430“钢棒和钢锭的宏观照片标准”。该标准由 5 个系列 8 张宏观浸蚀图片组成，按严重程度递增的顺序排列，说明见表 1-2：

表 1-2 宏观组织分级说明

代号	级别说明	代号	级别说明
A	中心缺陷	C	环形缺陷
B	皮下缺陷	D	其它缺陷(夹杂物、白点和裂缝)

D 级包括互不相关的特殊类型的缺陷示例。本分级图片已收入 MIL-STD-1459A(MU)“军用标准——弹药件用钢棒、钢坯和钢锭宏观照片标准”中。

MIL-STD-430 已经修订成 MIL-STD-430A，其中分级图片有些变化。用了两套分级图片，第一套示出各有 5 张图片的三个系列的宏观浸蚀照片，其说明见表 1-3：

表 1-3 MIL-STD-430 分级标准说明

代号	级别说明	代号	级别说明
S	皮下缺陷	C	中心偏析
R	不规则缺陷		

第二套给出一个任何程度都可以验收的环形花样缺陷示例，以及 5 个任何程度都不可以验收的各种（裂缝、气孔、切头撕裂、内裂和白点）缺陷示例。两份分级图片都收入 1968 年版 ASTM E381“钢的宏观浸蚀试验评级的标准”中。

1971 年，ASTM 通过 A561 标准“工具钢棒材的宏观浸蚀试验推荐标准”。其中，刊有环形花样和中心疏松各 6 幅照片的两类分级图片。另一个最近制订的宏观浸蚀标准是 1970 年采用的 ASTM A604“自耗电极重熔钢棒和钢坯的宏观浸蚀试验方法标准”。用于分类和评定该类材料特有的宏观浸蚀缺陷，其说明见表 1-4。每一类缺陷均举出 5 个例子，从 A 到

E 程度渐次严重:

表 1-4 ASTM A604 宏观浸蚀标准说明

分类	类别说明	分类	类别说明
1	斑点	3	径向偏析
2	白点	4	环形花样

应用这种宏观浸蚀的评定方法有各种不同方式。按 ASTM 标准生产的钢, 可以用 ASTM 同意的, 企业内控的或供需双方协议同意的标准中合格级别的规定。有些 ASTM 标准虽然叙述了人们所采用的分级图片方法, 但没有列出宏观浸蚀的合格规定。其它 ASTM 材料技术标准要求宏观浸蚀试验, 但未建议一个专门的分级图片方法。

1-2.5 宏观浸蚀组织分类

宏观浸蚀将揭示同制造工艺有关的多种类型的缺陷细节。因此, 用明确的、通俗易懂的术语对它们进行分类具有重要意义。但令人遗憾的是, 工厂冶金学家们不能在描述那些宏观缺陷时, 采用统一的术语, 因而产生混乱。为此, 将对各种类型的产品有关的各项缺陷列举如下:

1. 铸件宏观组织缺陷

a. 气孔。由于空气或来自砂型和砂芯气体的卷入, 以及排气不良所造成的圆形或拉长的光壁孔洞。

b. 冷隔。由于流动性不良, 压铸时两股金属流未能完全熔合所形成的界面。

c. 收缩裂纹, 亦称热裂。形成于冷却过程中, 其位置取决于铸件设计以及铸型和芯子的抗收缩强度。

d. 针孔。指由排气产生的细小的、均匀分布的亮壁球形孔洞。

e. 氧化物和熔渣夹杂物。裹入铸件中的宏观包容物, 是浇铸时进入铸件的炉渣或熔渣所致。

f. 砂孔。包含有从铸型处卷入砂子的不规则形状孔洞。

g. 内部缩孔。由于补缩不足, 在铸件内生成的不规则形状孔穴。

h. 疏松。常见于截面变化处或大截面中心的不规则形状孔洞, 起因于补缩不良。

2. 锻压钢锭制品宏观缺陷

a. 髮纹或折叠之类的表面缺陷。髮纹垂直于棒材表面, 并沿热加工轴向产生, 而折叠则指热加工时表层金属折弯所致。

b. 残余缩孔。钢锭凝固时产生缩孔的残余, 通常伴随有杂质的偏析。所谓一次缩孔, 其孔洞与大气相通, 因而孔穴表面氧化。而“二次”缩孔, 则因其与大气隔绝而孔穴表面未被氧化。二次缩孔可在随后的热加工中合拢, 而一次缩孔则不可能。

c. 内裂。通常指位于棒材中心的内部空洞或裂纹, 起因于不适当的热加工。

d. 中心疏松。可能由于缩孔之类的间断或气体逸出所致。

e. 非金属夹杂。一般在钢锭凝固时向中心集聚。许多夹杂物在热蚀后呈穴坑形态出现。

f. 金属偏析。凝固过程中它们同样朝锭材中心集聚。

g. 髮裂。由含氢过量引起的髮裂和冷却裂纹。

h. 枝晶。起源于结晶过程, 存在于大多数铸造金属中。

i. 图样效应亦称锭型偏析图样。来源于钢锭的结晶特性，除非夹杂物已偏析到图样界面上，否则影响不大。

j. 脱碳。工艺过程中发生于钢锭和锭坯表面，浸蚀后显示亮的边缘。

k. 表面渗碳。由于碳量在表面富集，故浸蚀后表面较内部更暗。

l. 硬度分布和软点。通过浸蚀后明暗对比显示。

m. 流线。起源于热加工，在纵向试样上显示出。因热加工伸长了的夹杂物和偏析物先行受腐蚀。

3. 连铸金属宏观缺陷

a. 轴向疏松。连铸金属（铸态）凝固时，因补缩不足而沿中心线显示的疏松。

b. 大块夹杂物。通常指浇注流在中间包和铸模之间因氧化产生的大块氧化夹杂物。

c. 偏析条纹。钢凝固时在应力（机械力或热应力）作用下产生内部裂纹，随即被来自枝晶间区的富硫金属所填充。

d. 偏析带。指有时出现于横断面上的明暗交错的浸蚀带，起因于过量或不均匀的二次喷射冷却水。亦可称为中途或半途裂纹，径向条纹或偏析色带。

e. 三重点裂纹。见于连铸钢坯。在横截面上观察时，它们与钢坯窄面垂直，位于三个结晶前锋汇合的V形区内。系由于对结晶硬壳的不适当牵制，而使钢坯宽面凸起所致。

f. 轴心线裂纹。当结晶接近结束时于铸锭断面中心区形成。因宽面凸起或轴心线温度骤降引起。

g. 对角线裂纹。出现于畸变为菱形断面的钢坯。因冷却不均，如两邻接面冷却快于其它表面所致。

h. 校直或弯曲裂纹。如对断面中心区尚为液态或温度高于1340℃的材料，施行校直或弯曲操作时出现此类裂纹。

i. 夹送辊裂纹。此类裂纹起因于当中心仍为液态或温度高于1340℃时，施加了过高的夹送辊压力。

j. 纵向中面裂纹。钢坯上出现的表面裂纹。

k. 纵向角裂纹。见于钢坯角上，起源于成分和操作因素。

l. 横向，中面以及角裂纹。发生于振颤痕迹基面的表面裂纹。促使它们形成的关键因素是钢的成分。

m. 星形裂纹。成簇出现的表面裂纹，每簇均呈星形外观。此类裂纹普遍较浅，由铸型壁上的铜引起。

4. 自耗电极重熔钢的宏观缺陷

a. 斑点。由碳化物或形成碳化物元素集聚造成的圆形或接近圆形的暗黑色浸蚀斑点。

b. 辐射状偏析。通常位于半径中点部位，浸蚀后呈辐射状或螺旋形取向的暗黑色拉长点群。碳化物常在此区内富集。

c. 环形花样。与试块基体的浸蚀不同的同心环（一个或更多个），系成分微小变动的结果。

d. 白斑。因碳化物或形成碳化物元素不足所造成的浸蚀后圆形亮点。

1-3 宏观浸蚀的应用

上述各类缺陷均可用热酸浸蚀法检查出。因横截面上可比纵剖面提供更多信息，故一般

实践中采用横向切片，厚度通常为 25.4mm 或再薄些。纵向截取一般供研究纤维、偏析以及夹杂物用。

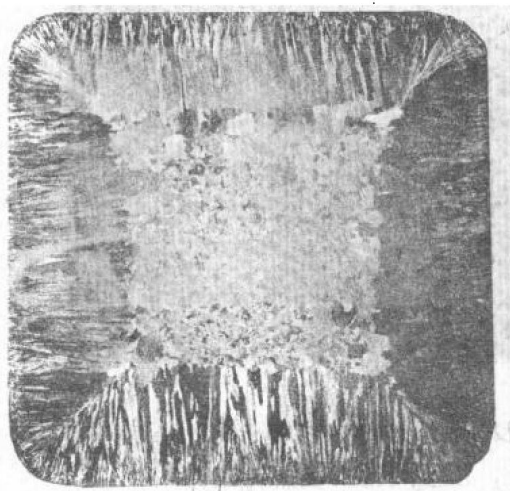


图 1-1 小钢锭切片冷浸蚀图(10% HNO_3 水溶液)

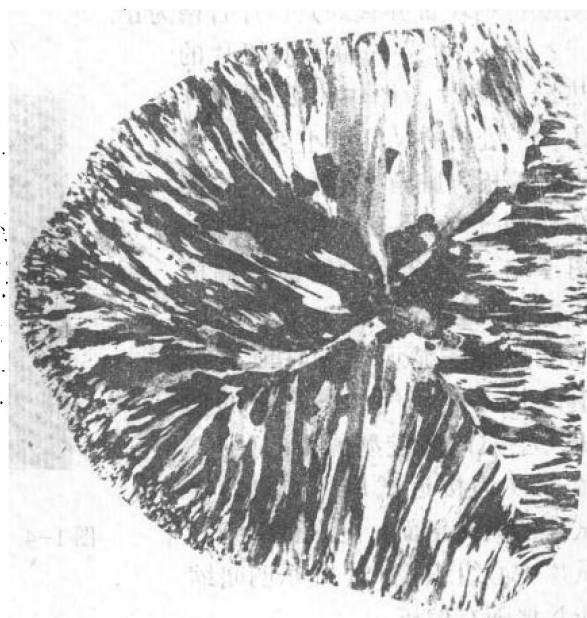


图 1-2 离心铸造的 99.8% 铝，经少量压延后的宏观组织 (3 1/4 $\times$ ；浸蚀剂， HNO_3 ， HCl ， HF 各 5mL 加 95mL 水的混合液)

1-3.1 结晶组织

宏观浸蚀可清晰地显露出结晶组织。图 1-1 为经 10% HNO_3 浸蚀试验的小型钢锭横截面的宏观组织。表面上存在一薄层极细的等轴晶粒。从这一层起，大个柱状晶粒面向中心——等轴晶粒区生长。

图 1-2 则为离心浇铸的 99.8% 铝锭，经少量压延后的宏观组织。从照片看，边缘为一圈细晶粒薄带，靠左边一侧者较厚。可观察到相当粗大的柱状晶粒从外表面长起，到偏离中心的某点汇合。

粗大柱状晶组织的存在，可赋予高温使用材料以有用性能。因此，已作了很大努力使气轮机用高温合金优先生成这种晶粒。图 1-3 列出定向结晶镍基共晶合金的几种形式产品的宏观组织。

1-3.2 钢锭和钢坯的宏观组织

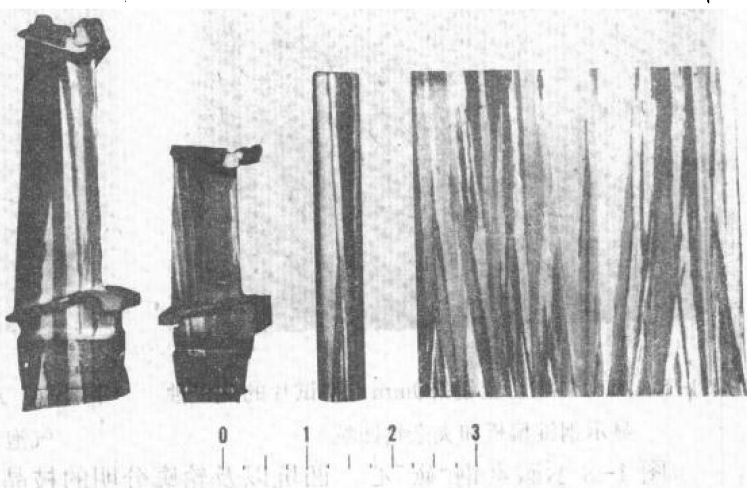


图 1-3 定向结晶的镍基共晶合金宏观组织
(浸蚀剂，1mL H_2O_2 加 99mL HCl)

图 1-3 列出定向结晶镍基共晶合金的几种形式产品的宏观组织。