

金属材料

实验指导

吴 晶 纪嘉明 丁红燕 编

江苏大学出版社

金属材料

实验指导

吴 晶 纪嘉明 丁红燕 编

江苏大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

金属材料实验指导/吴晶,纪嘉明,丁红燕编. —镇江:
江苏大学出版社,2009.4
ISBN 978-7-81130-090-1

I. 金… II. ①吴…②纪…③丁… III. 金属材料—实验—
高等学校—教学参考资料 IV. TG14-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 054066 号

金属材料实验指导

编 者/吴 晶 纪嘉明 丁红燕
责任编辑/段学庆
出版发行/江苏大学出版社
地 址/江苏省镇江市梦溪园巷 30 号(邮编:212003)
电 话/0511-84446464
排 版/镇江文苑制版印刷有限责任公司
印 刷/扬中市印刷有限公司
经 销/江苏省新华书店
开 本/787 mm×1 092 mm 1/16
印 张/14.25
字 数/340 千字
版 次/2009 年 4 月第 1 版 2009 年 4 月第 1 次印刷
书 号/ISBN 978-7-81130-090-1
定 价/30.00 元

本书如有印装错误请与本社发行部联系调换

前 言

实验教学是培养学生能力的重要途径,学生通过实验不仅掌握基本实验技能,更重要的是使自己具备应用这些技能从事科学研究的独立工作能力。

本书以全面培养学生综合素质、科学研究思维方法、开发应用工程技术的综合能力、创新思维和分析问题解决问题的能力为宗旨,以基础技能素质训练、基本素质训练和综合素质训练为手段,以培养符合时代要求的高素质、高能力、有开拓进取精神的创新型人才为目的,根据新实验教学大纲,对《金属学及热处理实验指导书》的内容进行了修改、精选、增补并进行了重新编排。

全书共分为三章:第一章实验技能基础知识和检测技术,第二章金属材料的基本实验(即金属材料的组织分析和金属材料的强化处理),第三章综合性、设计性和研究性实验;内容涵盖《金属学》、《热处理原理》、《热处理工艺》、《金属材料学》、《金属力学性能》、《机械工程材料》等课程的实验。全书共编入 29 个实验,其中技术基础实验 11 个,金相组织观察实验 11 个,热处理技术基础实验 2 个,综合性实验 5 个,教师可根据实际情况选做部分实验。书中包含近 200 张金相插图,可供学生在阅读时参考。

本书可作为各类院校金属材料工程专业、材料成型与控制专业、钢铁冶金专业和机械类专业本科生的实验教学教材,也可作为研究生、工程技术人员的参考书。

第一章第一节的实验一至实验三和第二章第一节的实验一至实验六由江苏大学吴晶编写,第一章第一节的实验四、实验五和第三章实验一至实验三由江苏大学纪嘉明编写,第二章第二节由淮阴工学院丁红燕编写,第一章第二节和第二章第一节的实验七至实验十一由江苏大学吴强编写,第三章实验四、实验五由盐城工学院孙瑜编写。全书由江苏大学邵红红、傅明喜审订。

由于编写水平有限,书中不妥之处,恳请批评指正。

编 者

2008 年 11 月 28 日

目 录

第一章 实验技能基础知识和检测技术	1
第一节 实验技能基础知识	1
实验一 显微镜的构造及使用	1
实验二 金相试样的制备	11
实验三 显微摄影	16
实验四 硬度计的使用	26
实验五 力学性能的试验	34
第二节 检测技术	51
实验一 宏观分析	51
实验二 结晶过程及金属的液态凝固过程	57
实验三 钢中非金属夹杂物的金相鉴定	60
实验四 钢的晶粒度测定	64
实验五 钢的火花鉴别	70
实验六 轴承钢的材质检验及评级	74
第二章 金属材料的基本实验	76
第一节 金属材料的组织分析	76
实验一 铁碳平衡组织观察	76
实验二 二元及三元合金显微组织观察	82
实验三 金属的塑性变形与再结晶后组织观察	88
实验四 碳钢热处理后显微组织观察	92
实验五 合金钢的显微组织观察	101
实验六 表面强化后的显微组织观察	108
实验七 焊接材料的显微组织观察	116
实验八 铸铁的显微组织观察	124
实验九 铸钢的显微组织观察	131
实验十 有色金属的显微组织观察	136
实验十一 金属基复合材料的显微组织观察	142
第二节 金属材料的强化处理	144
实验一 碳钢的热处理操作	144
实验二 钢的淬透性测定	148

第三章 综合性、设计性和研究性实验	153
实验一 力学性能综合性实验	153
实验二 工具钢热处理工艺—组织—性能的系统分析	166
实验三 典型零件材料的选择和应用	169
实验四 铅锡合金的成分配制—建立相图—铸造组织分析	173
实验五 低碳钢变形度—再结晶对显微组织与硬度的影响	174
附 录	176
附录一 常用化学侵蚀剂	176
附录二 GB/T 231.1—2002 平面布氏硬度值计算表	177
附录三 GB/T 1172—1999 黑色金属硬度及强度换算值	188
附录四 常用宏观分析腐蚀试剂	193
附录五 常用热酸蚀试剂	194
附录六 常用冷酸蚀试剂	194
附录七 GB/T 18254—2002 高碳铬轴承钢	195
附录八 材料表面处理后金相试样侵蚀剂	221
参考文献	222

第一章

实验技能基础知识和检测技术

第一节 实验技能基础知识

实验一 显微镜的构造及使用

一、实验目的

- 1) 了解金相显微镜的光学原理和构造;
- 2) 初步掌握金相显微镜的使用方法,利用显微镜进行显微组织观察、分析。

二、实验原理

(一) 光学金相显微镜的构造及使用

随着科学事业迅猛发展,人们不断深入地探索自然界,使得“上九天揽月,下五洋捉鳖”已成现实。显微镜可将人们视野延伸到肉眼无法看到的微观世界中去,因此,显微镜成为各个领域的科学工作者不可缺少的重要工具之一。用于医学、生物学的透射照明显微镜称为生物显微镜;观察不透明物体的反射照明显微镜一般统称为金相显微镜。现代的金相显微镜已与计算机数字信息技术相结合,成为金相组织分析最基本、最重要和应用最广泛的工具之一。

利用光学金相显微镜观察金属的内部组织与缺陷时,可将专门制备的金属试样在金相显微镜下放大 100~1 000 倍进行观察,这种研究其组织与缺陷的方法称为金属的显微分析方法。金属显微分析可以研究金属组织与其成分、性能之间的关系;确定各种金属经不同加工与热处理后的显微组织;鉴别金属材料质量的优劣,如各种非金属夹杂物在组织中的数量、分布情况以及金属晶粒度大小等。

光学金相显微镜是利用光线的反射将不透明物件放大后进行观察的。在介绍金相显微镜的构造和应用之前,应简单了解其原理。

1. 光学金相显微镜的基本原理

光学金相显微镜由 2 组透镜及一些辅助光学零件组成,对着金相试样的透镜称为物镜,对着人眼的透镜称为目镜。借助于物镜与目镜的 2 次放大,就能使物体的像放大到很高的倍数。现代光学金相显微镜的物镜和目镜都是由复杂的透镜系统所组成的,放大倍数可提高到 1 600~2 000 倍。其光学原理如图 1-1 所示。

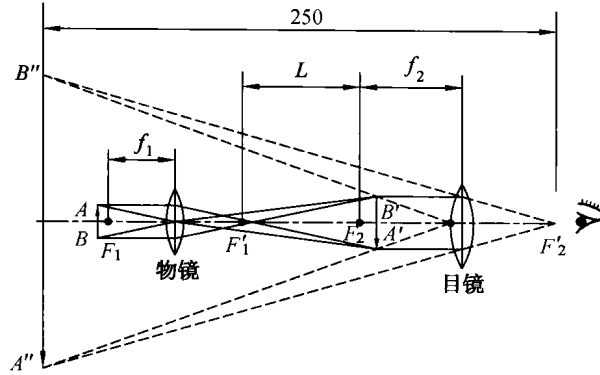


图 1-1 金相显微镜光学原理示意图

当所观察的物体 AB 置于物镜焦点 F_1 外少许时, 物体的反射光线穿过物镜经折射后, 就得到一个放大的倒立实像 $A'B'$ 。若 AB 处于目镜的前焦距以内, 再经过目镜放大后, 人眼在目镜上观察时可在 250 mm 的明视距离处 (正常人眼看物体时最适宜的距离大约为 250 mm, 这时人眼可以很好地区分物体的细微部分而不易疲劳, 这个距离称为“明视距离”) 看到一个经再次放大的虚像 $A''B''$ 。所以, 观察到的物像是经物镜和目镜 2 次放大后的结果。

2. 金相显微镜的放大倍数

显微镜经物镜放大后的像 ($A'B'$) 的放大倍数为

$$M_{\text{物}} = \frac{L}{f_1}$$

式中 L 为显微镜的镜筒长度 (即物镜与目镜间的距离); f_1 为物镜焦距。

显微镜目镜倍数为

$$M_{\text{目}} = \frac{D}{f_2}$$

式中 D 为明视距离; f_2 为目镜焦距。

很显然, 显微镜总的放大倍数应为二者放大倍数的乘积, 即

$$M_{\text{总}} = M_{\text{物}} \times M_{\text{目}} = \frac{250L}{f_1 f_2}$$

显微镜中的主要放大倍数一般通过物镜来保证, 物镜的最高放大倍数可达 100 倍, 目镜的放大倍数可达 25 倍。

放大倍数用符号“ $\times$ ”表示, 例如物镜的放大倍数为 $25\times$, 目镜的放大倍数为 $10\times$, 则显微镜的放大倍数为 $25\times 10=250\times$ 。放大倍数均分别标注在物镜与目镜的镜筒上。

在使用显微镜观察物体时, 应根据其组织的粗细情况选择适当的放大倍数, 应以细节部分观察清晰为准, 不要盲目追求过高的放大倍数。因为放大倍数与透镜的焦距有关, 放大倍数越大, 焦距必须越小, 结果会带来许多缺陷, 同时所看到的物体区域也越小。

3. 金相显微镜的鉴别率

显微镜的鉴别率是显微镜最重要的特征, 它以显微镜在视场中能分辨出相邻两点间的最小距离 d 来表示。显然, d 值越小, 鉴别率就越高。物镜使被观察物体第一次放大,

故显微镜的鉴别率主要取决于物镜的鉴别率。它可由以下公式求得

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

式中 d 为物镜能分辨出的物体相邻两点间的最小距离; λ 为入射光线的波长; NA 为物镜的数值孔径, 表示物体的聚光能力。

由上式可知, 光线波长越短, 数值孔径越大, 则物镜所能分辨出的物体相邻两点间的最小距离越小, 其鉴别率越高。光线的波长可通过滤色片来选择, 数值孔径可由下列公式求得

$$NA = \eta \sin \varphi$$

式中 η 为物镜与物体间介质的折射率; φ 为物镜孔径角的半角。

进入物镜的光线所张开的角度称为物镜的孔径角, 其半径角为 φ , 如图 1-2 所示。

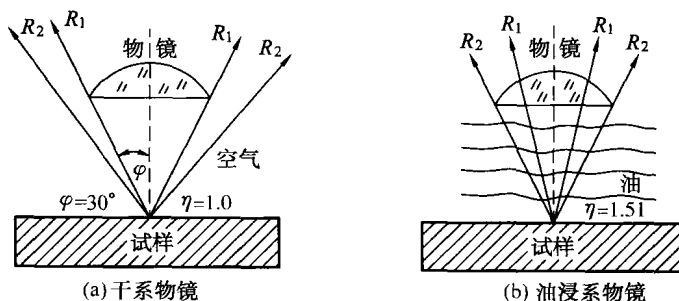


图 1-2 物镜前透镜的孔径角

由上式可知, 当 φ 值越大时, 则数值孔径就越大, 物镜的鉴别能力也就越高。由于 φ 总是小于 90° , 而一般物镜与物体间的介质是空气, 光线在空气中的折射率 $\eta = 1$, 故其数值孔径总量小于 1, 这类物镜称为“干系物镜”。当物镜与物体之间充满松柏油介质 ($\eta = 1.51$) 时, 其数值孔径最高可达 1.4, 这就是显微镜在高倍观察时使用的“油浸系物镜”(又称为油镜头)。

由此可见, 物镜的数值孔径对鉴别率具有决定性作用。如果数值孔径不足, 此时尽管提高放大倍数也没有意义。若不能很好地鉴别相邻两点, 即使放大倍数再高 (即虚伪放大), 实际上还是不能清楚区别两点。这是因为人眼在 250 mm 处的鉴别率为 0.15 ~ 0.30 mm, 要使物镜可分辨的最近两点距离 d 能为人眼所分辨, 则必须将 d 放大到 0.15 ~ 0.30 mm, 即

$$dM = 0.15 \sim 0.30 \text{ mm}$$

因

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

则

$$M = \frac{1}{\lambda} (0.3 \sim 0.6) NA$$

若取 $\lambda = 0.55 \mu\text{m} = 0.00055 \text{ mm}$, 则有

$$M \approx (500 \sim 1000) NA$$

所以显微镜的放大倍数 M 与 NA 之间存在一定的关系。该 M 称为有效放大倍数, 是选择物镜和目镜的基础。物镜的数值孔径与其放大倍数一起刻在镜头的外壳上。例如镜头上 25/0.50 或 65 $\times$ 的下面刻有 0.75 等数字, 这个 0.50 或 0.75 即表示物镜的数值孔

径(NA)。高倍物镜通常都为油浸系,油镜头上标记“油”(Oil)或外壳涂一黑圈。

4. 透镜成像的质量

单片透镜在成像过程中,由于几何光学条件的限制以及其他因素的影响,常使映像变得模糊不清或发生变形现象,这种缺陷称为像差。像差主要包括球面像差、色像差。

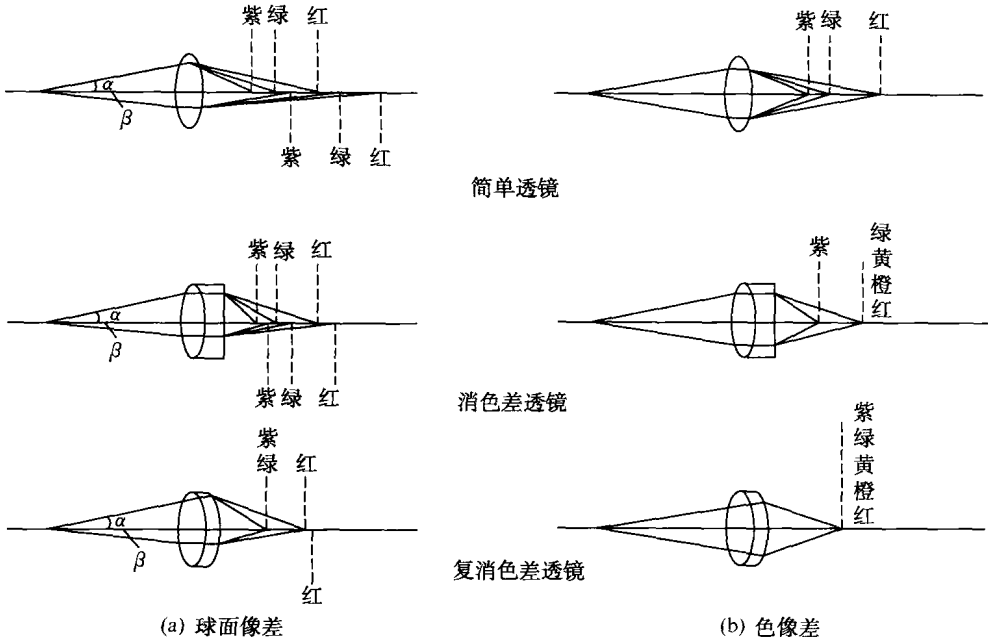


图 1-3 透镜产生像差的示意图

球面像差的产生是由于透镜的表面呈球曲形,通过透镜中心及边缘的光线折射后不能交于一点,变成几个交点呈前后分布,如图 1-3(a)所示。来自透镜边缘的光线靠近透镜交集,而靠近透镜中心的光线则交集在较远的位置,这样得到的映像显然是不清晰的。球面像差的程度与光通过透镜的面积有关。光圈放得越大,则光线通过透镜的面积越大,球面像差就越严重;缩小光圈限制边缘光线射入,使通过透镜的光线只有中心的一部分,可减小球面像差,但是,光圈太小会影响成像的清晰度。

校正透镜球面像差的方法有 2 种:一是采用多片透镜组成透镜组,即将凸透镜和凹透镜组合在一起(称为复合透镜),由于这 2 种透镜有着性质相反的球面差,因此可以相互抵消;二是在使用显微镜时调节孔径光栏,适当控制入射光光束粗细,减少透镜表面面积等方法,把球面像差降低到最低程度。

白色光线是由 7 种单色光组成的,光线的波长各不同,因此在穿过透镜时折射率也不同,这使光线折射后不能交于一点,产生了色像差。紫光折射最强,红光折射最弱,结果使成像模糊不清,此种现象称为色像差,如图 1-3(b)所示。

消除色像差的方法有 2 种:一是制造物镜时进行校正。根据校正的程度,物镜可分为消色差物镜和复消色差物镜。消色差物镜和普通目镜配合,用于低倍和中倍观察;复消色差物镜和补偿目镜配合,用于高倍观察。二是使用滤色片得到单色光。常用的滤色片有蓝色、绿色和红色。

显微镜的放大作用主要取决于物镜,物镜质量的好坏直接影响显微镜映像质量的高

低,因此对物镜进行校正是很重要的。根据透镜球面像差和色像差的校正程度,物镜可分为消色差物镜、复消色差物镜和半复消色差物镜等。

目镜也是显微镜的主要组成部分,其主要作用是将由物镜放大所得的实像再度放大,因此它的质量将最终影响物像的质量。按照构造方式的不同,目镜一般可分为普通目镜、补偿目镜和测微目镜等。普通目镜的映像未被校正,应与消色差物镜配合使用;补偿目镜须与复消色差物镜或半复消色差物镜配合使用,以抵消这些物镜的残余色像差。

5. 光学金相显微镜的构造

光学金相显微镜的种类很多,按其外形可分为台式、立式和卧式3大类。显微镜的构造通常由光学系统、照明系统和机械系统3大部分组成。有的显微镜带有摄影装置,现以国产4X型金相显微镜为例说明。

4X型金相显微镜的光学系统如图1-4所示,其工作原理为:由灯泡1发出的光线经聚光镜组2及反光镜8聚集到孔径光栏9上,然后经过聚光镜组3再度将光线聚集在物镜的后焦面上,最后通过物镜平行照射到试样7表面。从试样反射回来的光线复经物镜组6和辅助透镜5,由半反射镜4转向后经过辅助透镜11、棱镜12、13及场镜14形成一个被观察物体的倒立放大实像,该像再经过目镜15的放大,即得到所观察的试样表面的放大图像。

4X型金相显微镜的外形结构如图1-5所示,分析各部件的功用如下。

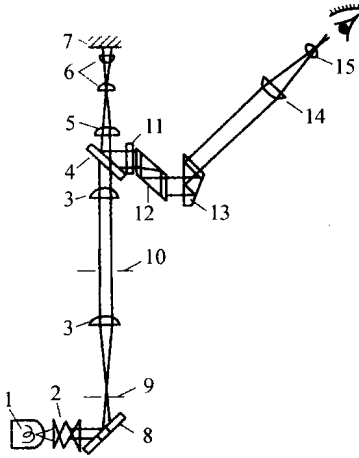


图 1-4 4X 型金相显微镜的光学系统

- 1—灯泡;2,3—聚光镜组;4—半反射镜;
5—辅助透镜;6—物镜组;7—试样;
8—反光镜;9—孔径光栏;10—视场光栏;
11—辅助透镜;12,13—棱镜;
14—场镜;15—目镜

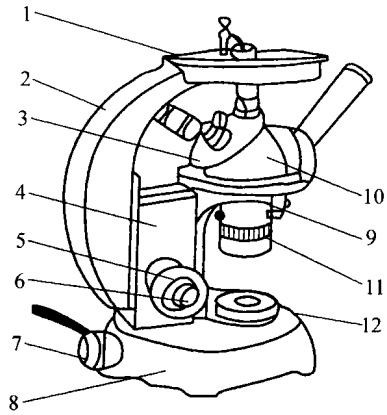


图 1-5 4X 型金相显微镜的外形结构

- 1—载物台;2—镜臂;3—物镜转换器;
4—微动座;5—粗动调焦手轮;6—微动调焦手轮;
7—照明装置;8—底座;9—平台托架;
10—碗头组;11—视场光栏;12—孔径光栏

照明系统:在底座内部装有低压(6 V、15 V、20 V)灯泡作为光源,由变压器降压供电,靠调节次级电压(6~8 V)来改变灯光亮度,聚光镜、孔径光栏12及反光镜等装置均安装在圆形底座上,视场光栏11及另一聚光镜则安装在支架上,它们组成显微镜的照明系统,使试样表面获得充分、均匀的照明。

显微镜调焦装置:在显微镜的两侧有粗动和微动调焦旋钮,两者在同一部位。随着粗

动调焦手轮 5 转动,内部齿轮传动使支承载物台的弯臂做上下运动。在粗动调焦旋钮的一侧有制动装置,用以固定调焦正确后载物台的位置。微动调焦手轮 6 转动内部一组齿轮,可使其沿着滑轨缓慢移动。在右侧旋钮上刻有分度格,每一格表示物镜座上下微动 0.002 mm。与刻度同侧的齿轮箱上刻有 2 条白线,用以指示微动升降的极限范围,微调时不能超出这一范围,否则将会损坏机件。

载物台(样品台):用于放置金相试样。载物台和下面托盘之间有导架,在手的推动下可使载物台在水平面上做一定范围的移动,以改变试样的观察部位。

孔径光栏和视场光栏:从目镜的镜筒中抽出目镜后,可直接用肉眼观察物镜的孔径光栏(圆形通光孔),旋转孔径光栏的滚花圈以缩小光栏,直至目视能观察到多边形的可变孔径光栏,使可变孔径光栏小于物镜的孔径光栏,见图 1-6。

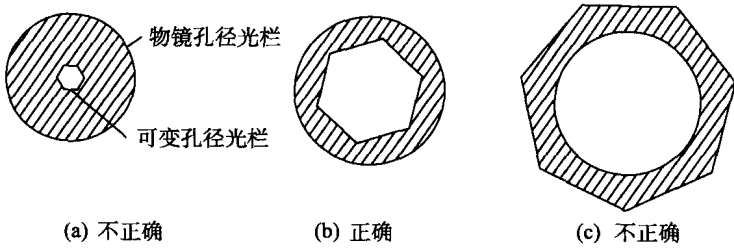


图 1-6 孔径光栏演示

图 1-6(a)为不正确的调节,可变孔径光栏太小,影响仪器的分辨率;图 1-6(b)为正确的调节,可变孔径光栏直径约为物镜孔径光栏直径的 3/4,此时仪器的分辨能力较强;图 1-6(c)为不正确的调节,过大的可变孔径光栏使成像的对比度急剧下降,仪器的实际分辨能力也随之迅速下降。

视场光栏的作用是控制视场范围,使目镜中视场明亮而无阴影。在刻有直纹的套圈上还有 2 个调节螺钉,用来调整光栏中心。

物镜转换器:转换器呈球面形,上面有 3 个螺孔,可安装不同放大倍数的物镜。旋动转换器可使各物镜镜头进入光路。物镜与不同的目镜搭配使用,可获得各种放大倍数。

目镜筒:目镜筒呈 45°倾斜安装在有棱镜的半球形座上,还可将目镜旋转 90°呈水平状态以配合照相装置进行金相摄影。

表 1-1 列出了 4X 型金相显微镜的物镜和目镜不同配合情况下的放大倍数。

表 1-1 4X 型金相显微镜的放大倍数

放大倍数 光学系统	目镜	物 镜		
		8×	45×	100×
干燥系统	5×	40×	225×	500×
干燥系统	10×	80×	450×	1 000×
油浸系统	15×	120×	675×	1 500×

6. 金相显微镜的使用方法及注意事项

金相显微镜是一种精密的光学仪器,必须谨慎使用。初次操作显微镜时,应首先熟悉其构造特点及主要部件的位置、作用,然后按照显微镜的使用规程进行操作。

使用 4X 型金相显微镜时,应按下列步骤进行。

1) 根据放大倍数选用所需物镜和目镜,分别安装在物镜座和目镜筒内,并使物镜转换器转至固定位置(由定位器定位)。

2) 转动载物台使物镜位于载物台中心孔的中央,然后把金相试样的观察面朝下倒置在载物台上。

3) 将显微镜的光源插头接在变压器上,通过低压(6~8 V)变压器接通电源。

4) 转动粗调旋钮使载物台下降,并使物镜尽可能接近试样表面(但不得与试样相碰),然后向相反方向转动粗调旋钮,慢慢上升载物台以调节焦距。当视场亮度增强时,再利用微调旋钮进行调节,直到物像调整到最清晰程度为止。

5) 适当调节孔径光栏和视场光栏,以获得最佳效果的物像。

6) 如果使用金相油浸物镜,则可在物镜的前透镜上滴一点松柏油,或将松柏油直接滴在试样上。油镜头用过后应立即用棉花蘸取二甲苯溶液擦干净,再用镜头纸擦拭。

在使用金相显微镜时,一般应注意以下事项。

1) 金相试样要干净,不得残留有酒精和侵蚀剂,以免腐蚀显微镜的镜头。不能用手指接触镜头。若镜头落有灰尘时,可用镜头纸擦拭。

2) 照明灯泡(6~8 V)插头切勿直接插入 220 V 的电源插座,否则灯泡立即会被烧坏。观察结束后,应及时关闭电源。

3) 操作时必须特别细心,不得有粗暴和剧烈的动作,更不允许自行拆卸光学系统。

4) 在更换物镜或调焦时,应谨防物镜受到碰撞而损坏。

5) 在粗调(或微调)旋钮时,动作应缓慢、柔和,碰到某种阻碍时应立即报告,弄清原因,不得用力强行转动,以免损坏机件。

(二) 电子显微镜

显微镜的分辨率是指在成像物体(试样)上能分辨出来的两点之间的最小距离。光学显微镜的分辨率为

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

式中 λ 为照明光源的波长。

光学显微镜的分辨率取决于照明光源的波长。在可见光波长范围内,光学显微镜分辨率的极限为 200 nm。因此要提高显微镜的分辨率,关键要有波长短、能聚焦成像的照明光源。1924 年德布罗意发现电子波的波长是可见光波长的十万分之一。又过了 2 年,布施指出轴对称非均匀磁场能使电子波聚焦,这为一种新的显微镜——电子显微镜的诞生奠定了理论基础。1933 年鲁斯卡等设计并制造了世界上第一台透射电子显微镜。

电子显微镜可分为透射式、扫描式、反射式和发射式 4 种。这里主要介绍透射电子显微镜、扫描电子显微镜的原理和使用范围。

1. 透射电子显微镜

(1) 透射电子显微镜的成像原理

透射电子显微镜是一种具有高分辨率、高放大倍数的电子光学仪器,被广泛应用于材料科学等研究领域。透射电子显微镜以波长极短的电子束作为光源,电子束经由聚光镜

系统的电磁透镜聚焦成一束近似平行的光线穿透样品,再经成像系统的电磁透镜成像和放大,电子束投射到镜筒最下方的荧光屏形成所观察的图像。透射电子显微镜的加速电压为 80~3 000 kV;分辨率中的点分辨率为 0.2~0.35 nm,线分辨率为 0.1~0.2 nm;最高放大倍数达 30 万~100 万倍。在材料科学研究领域,透射电子显微镜主要用于材料微区的组织形貌观察、晶体缺陷分析和晶体结构测定。

(2) 透射电子显微镜的结构

透射电子显微镜由电子光学系统、真空系统和电子系统 3 部分组成。电子光学系统通常称镜筒,是透射电子显微镜的核心,其光路原理与透射光学显微镜十分相似,如图 1-7 所示。它包括照明系统、成像系统和观察记录系统 3 部分。

1) 照明系统由电子枪、聚光镜和相应的平移对中、倾斜调节装置组成。电子枪是透射电子显微镜的电子源,其作用是提供一束亮度高、照明孔径角小、平行度好、束流稳定的照明光源。聚光镜将电子枪射出的电子束汇聚在样品的表面上。

2) 成像系统主要由物镜、中间镜和投影镜组成。

物镜是用来形成第一幅高分辨率电子显微图像或电子衍射花样的透镜。透射电子显微镜的分辨率主要取决于物镜,因此为尽可能获得物镜的高分辨、降低像差,通常采用强激磁、短焦距的物镜,并在物镜的后焦面上安放一个物镜光栏。物镜光栏不仅具有减小球差、像散和色差的作用,而且可以提高图像的衬度、分辨率。在用电子显微镜进行图像分析时,物镜和样品之间的距离总是固定不变的(即物距不变),因此改变物镜放大倍数进行成像,主要通过改变物镜的焦距和像距来满足成像条件。

中间镜是一个弱激磁的长焦距变倍透镜,可在 0~20 倍范围内调节。当放大倍数大于 1 时,可进一步放大物镜像;当放大倍数小于 1 时,可缩小物镜像。在电子显微镜操作过程中,主要利用中间镜的可变倍率来控制电子显微镜的总放大倍数。当物镜的放大倍数 $M=100$,投影镜的放大倍数 $M=100$ 时,若中间镜放大倍数 $M=20$,总放大倍数 $M=100 \times 20 \times 100=200\,000$ 倍;若中间镜放大倍数 $M=1$,则总放大倍数为 10 000 倍;若中间镜放大倍数 $M=1/10$,则总放大倍数仅为 1 000 倍。如果把中间镜的物平面和物镜的像平面重合,则在荧光屏上得到一幅放大像,这就是电子显微镜的成像操作。

投影镜的作用是将经中间镜放大(或缩小)的像(或电子衍射花样)进一步放大,并投影到荧光屏上。投影镜和物镜一样,是一个短焦距的强磁透镜。投影镜的激磁电流是固定的。成像电子束进入投影镜时孔径角很小,因此它的景深和焦长都非常大。即使改变中间镜的放大倍数,使显微镜的总放大倍数发生较大变化,也不会影响图像的清晰度。

3) 观察和记录系统包括荧光屏和照相设备。在荧光屏下面放置一个可以自动换片的照相暗盒,因为人眼不能直接看到电子射线,所以必须利用电子在荧光屏上激发出可见

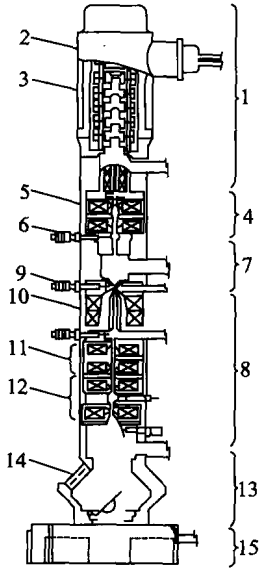


图 1-7 透射电子显微镜结构

- 1—电子枪; 2—灯丝; 3—加速管;
- 4—照明透镜系统; 5—聚光镜;
- 6—聚光镜光栏; 7—样品室;
- 8—成像透镜系统; 9—物镜光栏;
- 10—物镜; 11—中间镜;
- 12—投影镜; 13—观察室;
- 14—观察窗; 15—照相室

光成像进行观察。若需要记录图像并得到一幅所需的照片以便永久保存,则须移开荧光屏,使置于荧光屏下的照相底片曝光成像,再经冲洗即可。此外,还可将其与电子计算机连接,通过模数转换器对图像进行数字化处理并将图形数据输入计算机,利用图像处理和数字化分析软件对采集到的图像进行分析。图像处理主要进行数据计算、绘制图表等处理;数字化分析主要根据计算数据进行统计、分析并输出金属材料的组织参数与性能对照表,利用电子计算机的输出系统输出图片。

为保证电子显微镜正常工作,要求电子光学系统处于真空状态下。电子显微镜的真空度一般应保持在 $10\sim 5\text{ Pa}$,这需要机械泵和油扩散泵 2 级串联才能得到保证。目前的透射电子显微镜都增加一个离子泵以提高其真空度,真空度可达 $133.322\times 10^{-8}\text{ Pa}$ 或更高。如果电子显微镜的真空度达不到要求会出现以下问题。

- 1) 电子与空气分子碰撞改变运动轨迹,影响成像质量;
- 2) 栅极与阳极间空气分子电离,导致极间放电;
- 3) 阴极炽热的灯丝迅速氧化烧损,缩短使用寿命甚至无法正常工作;
- 4) 试样易于氧化污染,产生假像。

电子显微镜的电子系统主要由高压发生器、电子枪灯丝加热电源、稳压电路、安全自控电路及计算机控制电路等部分组成。

(3) 透射电子显微镜的样品制备

试样对电子束的强烈散射作用,使得电子束的穿透能力较低。用于透射电子显微镜的分析样品非常薄,一般在 $5\sim 500\text{ nm}$ 。要制成这样薄的样品,必须通过一些特殊的方法,目前主要常用的样品制备方法有以下几种。

- 1) 间接样品:一级复型、二级复型和萃取复型;
- 2) 半间接样品:萃取复型;
- 3) 直接样品:金属薄膜。

2. 扫描电子显微镜

(1) 扫描电子显微镜的成像原理

扫描电子显微镜的成像原理和透射电子显微镜完全不同,它不用电磁透镜放大成像,而是以类似电视摄影显像的方式,将细聚焦电子束在样品表面扫描时激发出来的各种物理信号(如二次电子、俄歇电子、背散射电子、吸收电子、标识 X 射线及透射电子等)经探测器接收、放大并转换调制成像,最后在荧光屏上显示反映样品表面各种特征的图像。新式扫描电子显微镜的二次电子像分辨率已达到 $3\sim 4\text{ nm}$,放大倍数可从数倍放大到 20 万左右,且可在一定范围内(几十倍到几十万倍)实现连续调整。扫描电子显微镜所需的加速电压比透射电子显微镜要低得多,一般在 $1\sim 30\text{ kV}$,最常用的加速电压约为 20 kV 。

扫描电子显微镜的景深远比光学显微镜大,具有图像立体感强、放大倍数范围大、连续可调、分辨率高、样品室空间大且样品制备简单等特点,因此可用它进行显微断口分析。用扫描电子显微镜观察断口时,样品不必复制即可直接进行观察,这给试样显微分析带来极大方便。因此,目前显微断口的分析大多是用扫描电子显微镜来完成的。电子枪的效率不断提高,使扫描电子显微镜的样品室附近的空间增大,可装入更多的探测器。目前的扫描电子显微镜不只是分析形貌像,它还可以与其他分析仪器相组合,使人们能在同一台仪器上进行形貌、微区成分和晶体结构等多种微观组织结构信息的同位分析。

(2) 扫描电子显微镜的结构

扫描电子显微镜的基本结构可分为 3 大部分,即电子光学系统,信号收集处理、图像显示及记录系统,真空系统,如图 1-8 所示。

1) 电子光学系统包括电子枪、电磁透镜、扫描线圈和样品室。

扫描电子显微镜中的电子枪与透射电子显微镜的电子枪相似,只是加速电压比透射电子显微镜低。

扫描电子显微镜中各电磁透镜都不用于成像透镜,而是作为聚光镜,其功能是把电子枪的束斑(虚光源)逐级聚焦缩小,因此必须用几个透镜来完成这一操作。扫描电子显微镜一般都有 3 个聚光镜;前 2 个聚光镜是强磁透镜,用以将电子束光斑缩小;第 3 个透镜是弱磁透镜,具有较长的焦距,这个透镜称为物镜,目的是使样品室和透镜之间留有一定的空间,以便装入各种信号探测器。扫描电子显微镜中照射到样品上的电子束直径越小,就相当于成像单元的尺寸越小,相应的分辨率就越高。

扫描线圈的作用是使电子束偏转,并在样品表面做有规则的扫动。电子束在样品上的扫描动作与显像管上的扫描动作严格保持同步,因为它们是受同一扫描发生器控制的。在电子束偏转的同时还带有逐行扫描动作,电子束在上下偏转线圈的作用下于样品表面扫描出方形区域,相应地在样品上也画出一帧比例图像。样品上各点受到电子束轰击时发出的信号可由信号探测器接收,并通过显示系统在显像管荧光屏上按强度描绘出来。

样品室内除放置样品外,还安置信号探测器。各种不同信号的收集和相应探测器的安放位置将直接影响信号的接收效果,从而影响分析精度。样品台本身是一个复杂而精密的组件,它既能夹持一定尺寸的样品,又能使样品做平移、倾斜和转动等运动,以便对样品上每一特定位置进行各种分析。此外,它还可以带有多种附件,使样品能在样品台上加热、冷却和进行力学性能试验(如拉伸和疲劳试验)。

2) 信号收集处理、图像显示及记录系统。二次电子、背散射电子和透射电子的信号都可采用闪烁计数器来进行检测。信号电子进入闪烁体后即引起电离,当离子和自由电子复合后就产生可见光。可见光信号通过光导管送入光电倍增器,被放大后即又转化成电流信号输出,电流信号经视频放大器放大后就成为调制信号。由于镜筒中的电子束和显像管中电子束是同步扫描的,而荧光屏上每一点的亮度是根据样品上被激发出来的信号强度来调制的,因此样品上各点的状态各不相同,接收到的信号也不相同,于是就可以在显像管上看到一幅反映试样各点状态的扫描电子显微图像。

3) 真空系统。为保证扫描电子显微镜电子光学系统的正常工作,对镜筒内的真空度有一定的要求。一般情况下,如果真空系统能提供 $1.33 \times 10^{-2} \sim 1.33 \times 10^{-3}$ Pa 即 $10^{-4} \sim 10^{-5}$ mmHg 的真空度时,就可防止样品被污染。如果真空度不足,除样品被严重

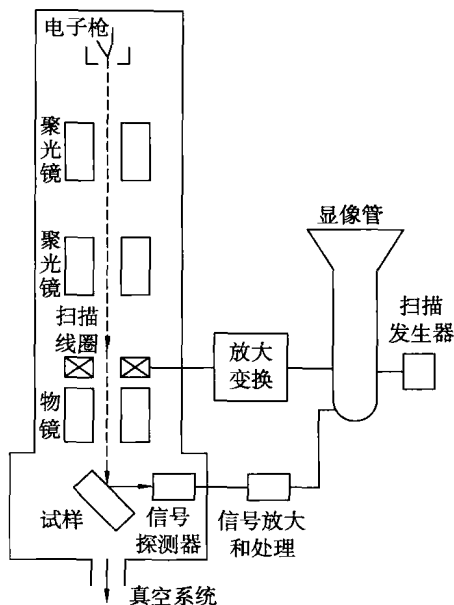


图 1-8 扫描电子显微镜结构原理图

污染外,还会出现灯丝寿命下降、极间放电等问题。

(3) 扫描电子显微镜的样品制备

扫描电子显微镜的优点之一是样品制备简单,对于新鲜的金属断口样品不需要做任何处理,就可以直接进行观察。但下列情况需对样品进行处理。

1) 样品表面附着灰尘和油污时,可用有机溶剂(乙醇或丙酮)在超声波清洗器中清洗。

2) 样品表面锈蚀或严重氧化时,采用化学清洗或电解的方法处理。清洗时可能失去一些表面形貌特征的细节,操作过程中应特别注意。

3) 对于不导电的样品,观察前需在其表面喷镀一层导电金属或碳,镀膜厚度控制在5~10 nm 为宜。

三、实验方法

1. 实验内容及步骤

- 1) 了解显微镜最基本的光学原理;
- 2) 掌握金相显微镜的构造和使用方法,学会利用机械系统调整焦距,并利用照明系统调节与控制光线等;
- 3) 操作金相显微镜,观察金相样品并画出所观察的显微组织示意图。

2. 实验设备和材料

- 1) 4X 型金相显微镜;
- 2) 金相样品。

四、实验报告

- 1) 明确实验目的;
- 2) 简述金相显微镜的基本原理和主要结构;
- 3) 简要叙述金相显微镜的使用方法及必须注意的事项;
- 4) 画出所观察到的显微组织图,并注明材料、处理状态、组织、放大倍数、侵蚀剂。

五、思考题

- 1) 物镜的分辨率与哪些因素有关? 如何提高物镜的分辨率?
- 2) 如何计算金相显微镜的总放大倍数? 物镜和目镜的搭配应注意哪些问题?
- 3) 在什么情况下应使用光学显微镜? 在什么情况下应使用电子显微镜?

实验二 金相试样的制备

一、实验目的

- 1) 掌握金相试样的制备过程;
- 2) 了解金相显微组织的显示方法。