

前 言

为了提高学生的实验研究能力,加深学生对金属学原理的理解,促进金属学原理课的教学,编写了这本《金属学原理实验》。

本书的内容系按照金属学原理教学大纲的要求编写的。编入的实验已在一些院校多次开出,效果良好。

本书是多年来金属学原理实验课教学经验的总结。为达到一定的教学水平,金属学原理课应能开出本书所列的实验项目,有条件的院校可进一步研究增添新的实验项目。

本书适用于机械类金属材料及热处理专业本科生。实验课的安排可随金属学原理的讲课进度进行,也可集中几个实验一并进行,或作为单独的实验课开出。

实验课进行完毕之后,应能达到以下要求:

- (1) 能独立地、正确地使用普通金相显微镜。
- (2) 能够制备碳钢的金相试样,达到可清晰观察的水平。
- (3) 能够根据相图,分析所观察的二元合金铸态及平衡状态的金相组织。
- (4) 加深对理论教学内容的理解和记忆。

课程结束后应对学生进行实验课的考查,目的在于检查学生是否达到预期的要求。考查内容包括理论测验和实际操作两部分,考查成绩可按 10~20% 的比例记入金属学原理课程学习总成绩中。

本书实验 1~4、11、12 由陕西机械学院赵文英编写;实验 5~10、13 由西北工业大学何明编写。全书由华中理工大学周风云主审。

本书编写过程中得到陈仁悟教授的热情指导和支持;陈铮、王平参加了本书编写前的大量准备工作;张家裕、冯大碧、杨桂英、赵志宏、黄漱梅为本书提供了部分金相照片,在此一并致谢。

本书编写者水平有限,不妥之处望广大读者指正。

编者

1988 年 8 月

目 录

实验 1 金相显微镜的构造与使用	1
实验 2 金相试样的制备	11
实验 3 金相显微摄影与暗室技术	17
实验 4 典型金属晶体结构的钢球堆垛模型分析	24
实验 5 结晶及晶体生长形态的观察	29
实验 6 二元共晶系合金的显微组织分析	33
实验 7 二元合金不平衡组织分析	37
实验 8 铁碳合金相图及平衡组织分析	44
实验 9 宏观组织、低倍缺陷及非金属夹杂分析	49
实验 10 三元合金显微组织分析	54
实验 11 位错蚀坑的观察	58
实验 12 金属的塑性变形与再结晶	62
实验 13 晶粒尺寸及相的相对量测定	70
附录 1 常用浸蚀剂	75
附录 2 二元合金相图实例	77
附录 3 硬度的测试	78
附录 4 非金属夹杂评级图	82
主要参考书	84

实验1 金相显微镜的构造与使用

一、实验目的

- 1) 了解金相显微镜的构造;
- 2) 掌握金相显微镜的使用方法。

二、原理概述

(一) 金相显微镜的构造

光学金相显微镜的构造一般包括放大系统、光路系统和机械系统三部分, 其中放大系统是显微镜的关键部分。

1. 放大系统

(1) 显微镜的放大成像原理 显微镜放大基本原理如图 1-1 所示。

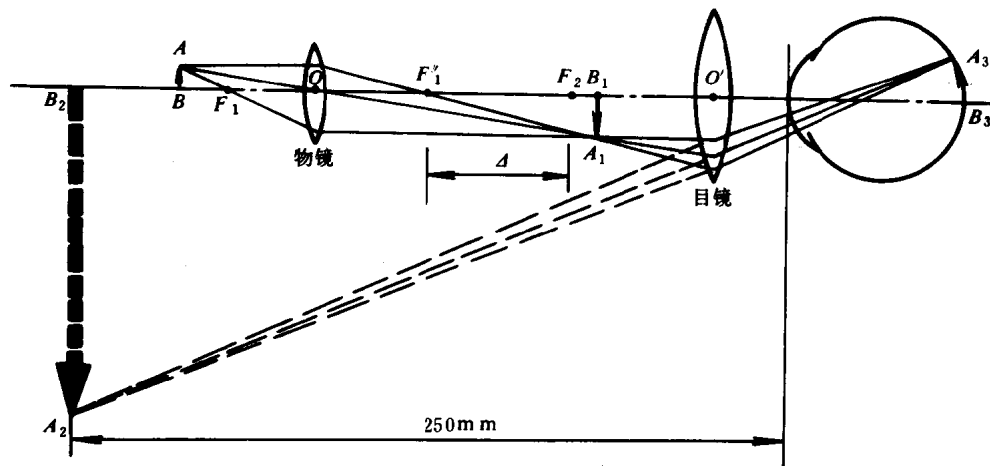


图 1-1 显微镜放大成像原理示意图

由图可见, 显微镜的放大作用由物镜和目镜共同完成。物体 AB 位于物镜的焦点 F_1 以外, 经物镜放大而成为倒立的实象 A_1B_1 , 这一实象恰巧落在目镜的焦点 F_2 以内, 最后由目镜再次放大为一虚象 A_2B_2 , 人们在观察组织时所见到的象, 就是经物镜、目镜两次放大, 在距人眼约 250mm 明视距离处形成的虚象。

由图 1-1 可知:

$$\text{物镜的放大倍数 } M_{\text{物}} = \frac{A_1B_1}{AB}$$

$$\text{目镜的放大倍数 } M_{\text{目}} = \frac{A_2B_2}{A_1B_1}$$

$$\text{将两式相乘: } M_{\text{物}} \times M_{\text{目}} = \frac{A_1B_1}{AB} \times \frac{A_2B_2}{A_1B_1} = \frac{A_2B_2}{AB} = M$$

说明显微镜的总放大倍数 M 等于物镜放大倍数和目镜放大倍数的乘积。目前普通光学

金相显微镜最高有效放大倍数为 1600~2000 倍。

另外, 参照图 1-1, 如果忽略 AB 与 F_1 、 A_1B_1 与 F_2 间距, 依相似三角形定理可求出:

$$M_{\text{物}} = \frac{A_1B_1}{AB} = \frac{F_1F_2}{F_1O} = \frac{\Delta}{f_{\text{物}}}$$

式中, Δ 为光学镜筒长度; $f_{\text{物}}$ 为物镜焦距。

因光学镜筒长度为定值, 可见, 物镜放大倍数越高, 物镜的焦距越短, 物镜离物体越近。

(2) 透镜象差 透镜在成像过程中, 由于受到本身物理条件的限制, 会使映象变形和模糊不清。这种象的缺陷称为象差。在金相显微镜的物镜、目镜以及光路系统设计制造中, 虽将象差尽量减少到很小的范围, 但依然存在。象差有多种, 其中对成像质量影响最大的是球面象差、色象差和象域弯曲三种。

1) 球面象差 由于透镜表面为球面, 其中心与边缘厚度不同, 因而来自一点的单色光经过透镜折射后, 靠近中心部分的光线偏折角度小, 在离透镜较远的位置聚焦; 而靠近边缘处的光线偏折角度大, 在离透镜较近的位置聚焦, 因而必然形成沿光轴分布的一系列的象, 使成像模糊不清, 这种现象称为球面象差。如图 1-2 所示。

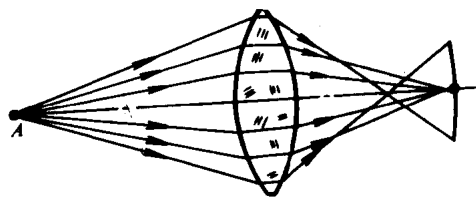


图 1-2 球面象差示意图

球面象差主要靠用凸透镜和凹透镜所组成的透镜组来减小。另外, 通过加光栏的办法, 缩小透镜成像范围, 也可以减小球面象差的影响。

2) 色象差 色象差与光波波长有着密切关系。当白色光中不同波长的光线通过透镜时, 因其折射角度不同而引起象差。波长愈短, 折射率愈大, 其焦点愈近; 波长愈长, 折射率愈小, 则焦点愈远, 因而不同波长的光线, 不能同时在一点聚焦, 致使映象模糊, 或在视场边缘上见到彩色环带, 这种现象称为色象差。如图 1-3 所示。

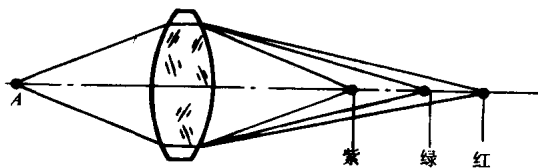


图 1-3 色象差示意图

色象差同样可以靠透镜组来减小影响。在光路中加上滤光片, 使白色光变成单色光也能有效地减小色象差。

3) 象域弯曲 垂直于光轴的平面, 通过透镜所形成的象, 不是平面而是凹形的弯曲象面, 这种现象叫象域弯曲。如图 1-4 所示。

象域弯曲是由于各种象差综合作用的结果。一般物镜都或多或少地存在着象域弯曲, 只有校正极佳的物镜才能达到趋近平坦的象域。

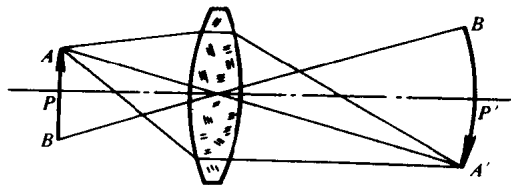


图 1-4 象域弯曲示意图

(3) 物镜 显微镜观察所见到的象是经物镜和目镜两次放大后所得到的虚象, 其中目镜仅起到将物镜放大的实象再放大的作用。因此, 显微镜的成像质量如何, 关键在物镜。

1) 物镜的种类 按象差校正分类, 常用物镜的种类如表 1-1 所示。

其中消色差物镜结构简单、价格低廉, 象差已基本上予以校正, 故普通小型金相显微镜多采用这种物镜。

另外，按物体表面与物镜间的介质分，有介质为空气的干系物镜和介质为油的油系物镜两类。按放大倍数分，还可分为低倍、中倍和高倍。无论哪种物镜，都是由多片透镜组合而成的。

表 1-1 几种常用物镜

物 镜 名 称	标 志	对象域中心的校正		对视场边缘的校正
		色象差	球面象差	
消色差物镜	无标志	红绿两波区	黄绿两波区	未校正
复消色差物镜	APO	可见光全波区	绿紫两波区	未校正
平面消色差物镜	PL 或 Plan	红绿两波区	黄绿两波区	已校正

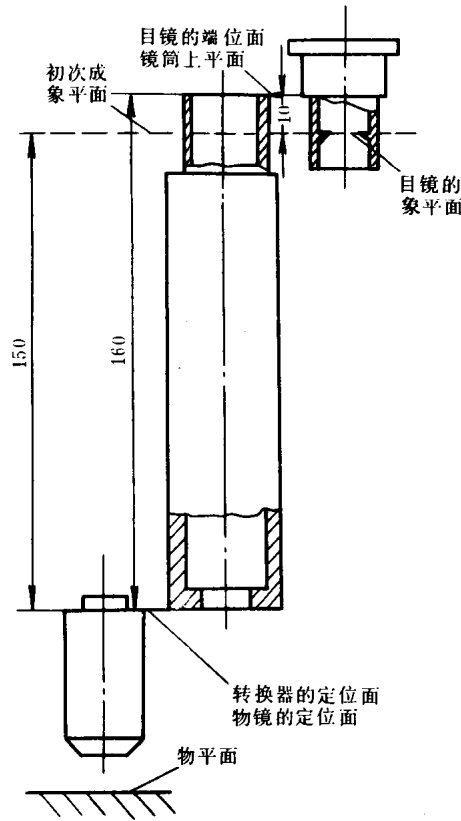


图 1-5 筒长 160mm 的显微镜

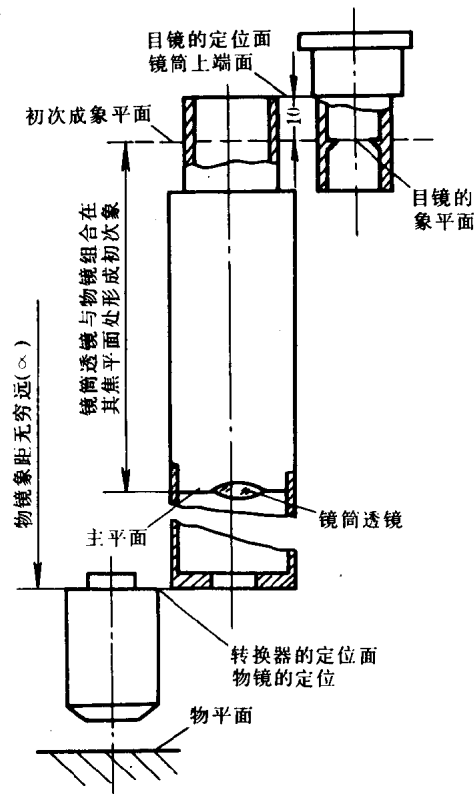


图 1-6 物镜象距无穷远的显微镜

2) 物镜上的标志 按国际标准规定，物镜的放大倍数和数值孔径，标在镜筒中央清晰位置，并以斜线分开。例如 45 / 0.63、90X / 1.30 等。表示镜筒长度的字样或符号以及有无盖玻片的符号，标在放大倍数和数值孔径的下方，并用斜线分开。例如 160 / -、∞ / 0 等。表示干系或油系的字样，可标在放大倍数和数值孔径的上方或其它合适位置。

3) 镜筒长度 图 1-1 中光学镜筒长度 Δ 是指物镜后焦点 F_1' 与目镜前焦点 F_2 之间的距离。因为该值与显微镜的放大倍数直接相关，在设计时已经确定。为确保该值的准确，物

镜、目镜的焦距以及机械镜筒长度都有严格的公差范围（参考国际标准 ISO / TC172 / SC5, N28）。

根据物镜象距的不同，又将显微镜分为两种，一种为物镜象距 150mm、机械镜筒长 160mm 的显微镜，如图 1-5 所示；另一种为物镜象距无穷远，镜筒内装有透镜的显微镜，如图 1-6 所示。

4) 盖玻片 盖玻片是置于被测物体与物镜之间的无色透明玻璃薄片。按国际标准 (ISO / TC172 / SC5, N15) 规定盖玻片分矩形和圆形两种，矩形 (A 型) 为长 22、32、50mm，宽 22mm；圆形 (B 型) 为直径 18mm，二者厚均为 0.17mm。用不用盖玻片与物镜成像位置有关，设计时已经考虑，如物镜上标有 160 / 0.17 时，说明只能使用 0.17mm 厚的盖玻片或者不用；标有 160 / - 时说明用不用均可，标有 160 / 0 时说明不用。金相显微镜一般不用，用盖玻片的往往指生物显微镜。

5) 数值孔径 (numerical aperture 以符号 $N.A.$ 表示) 表征物镜的集光能力，其值大小取决于进入物镜的光线锥所张开的角度，即孔径角的大小

$$N.A. = n \sin \theta$$

式中 n 为试样与物镜间介质的折射率，空气介质 $n=1$ ，松柏油介质 $n=1.515$ ； θ 为孔径角的半角。如图 1-7 所示。数值孔径 $N.A.$ 值的大小标志着物镜分辨率的高低，干系物镜因 $n=1$ 而 $\sin \theta$ 总小于 1，故 $N.A. < 1$ 。油系物镜因 n 值可高达 1.5 以上，故 $N.A. > 1$ 。

6) 物镜的分辨率 显微镜的分辨率主要取决于物镜。分辨率的概念与放大倍数（又称放大率）不同，可以作这样一个实验：用两个不同的物镜在同样放大倍数下观察同一个细微组织，能够得到两种不同的效果：一个可以清楚地分辨出组织中相距很近的两个点；另一个只能看到这两个点连在一起的模糊轮廓。如图 1-8 所示。显然前一个物镜的分辨率高，而后一个物镜的分辨率低。所以说，物镜的分辨率可以用物镜所能清晰分辨出的相邻两点间最小距离 d 来表示。 d 与数值孔径的关系如下：

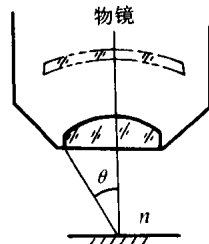


图 1-7 孔径角

$$d = \frac{\lambda}{2N.A.}$$

式中 λ 为入射光的波长； $N.A.$ 为物镜的数值孔径（无量纲量）。

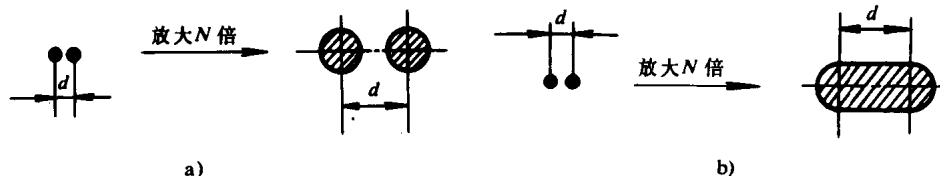


图 1-8 物镜分辨率高低示意图

a) 分辨率高 b) 分辨率低

可见，分辨率与入射光的波长成正比， λ 愈短分辨率愈高；与数值孔径成反比，物镜的数值孔径愈大分辨率愈高。

7) 有效放大倍数 能否看清组织的细节，除与物镜的分辨率有关外，还与入眼实际分辨率有关。如物镜分辨率很高，形成清晰的实象，可是与之配用的目镜倍数过低，至使观察者

难以看清。此时称“放大不足”，即未能充分发挥物镜的分辨率。但是，误认为选用的目镜倍数愈高，即总放大倍数愈大看得愈清晰，这也是不妥当的。实践证明，超过一定界限，放得愈大映象反而愈模糊，此时称“虚伪放大”。

物镜的数值孔径决定了显微镜的有效放大倍数。所谓有效放大倍数，是指物镜分辨清晰的 d 距离，被人眼也同样分辨清晰所必须放大的倍数，用 $M_{\text{观察}}$ 表示。

$$M_{\text{观察}} = \frac{l}{d} = \frac{l}{\frac{\lambda}{2N.A.}} = \frac{2l}{\lambda} N.A.$$

式中， l 为人眼的分辨率，在 250mm 处正常人眼分辨率为 0.15~0.30mm。

若取 $\lambda = 5500 \times 10^{-7} \text{mm}$ (绿光波长) 代入上式，则

$$M_{\text{观察 (min)}} = \frac{2 \times 0.15}{5500 \times 10^{-7}} N.A. \approx 550 N.A.$$

$$M_{\text{观察 (max)}} = \frac{2 \times 0.30}{5500 \times 10^{-7}} N.A. \approx 1000 N.A.$$

结果说明在 500~1000 $N.A.$ 范围内的放大倍数均称有效放大倍数。小于 500 $N.A.$ 时，由于受目镜放大倍数不足的限制，未能充分发挥物镜的分辨率。大于 1000 $N.A.$ 时，可能会出现虚伪放大现象。然而，据报导，随着科学的发展，光学零件的设计与制造日趋完善与精良，照明方式不断改进，有些显微镜的有效放大倍数最大可达 2200 $N.A.$ 。这说明，上述有效放大倍数范围，并非严格界限。

了解有效放大倍数范围，对考虑物镜和目镜的正确选择十分重要。例如 25 倍的物镜， $N.A. = 0.4$ ，其有效放大倍数应在 500 (0.4) ~ 1000 (0.4) 倍，即 200~400 倍范围内。因此，应选择 8 倍或 16 倍的目镜与该物镜配合使用。

(4) 目镜 常用的目镜按其构造可分为五种。

1) 负型目镜 负型目镜以福根目镜为代表，如图 1-9 所示。

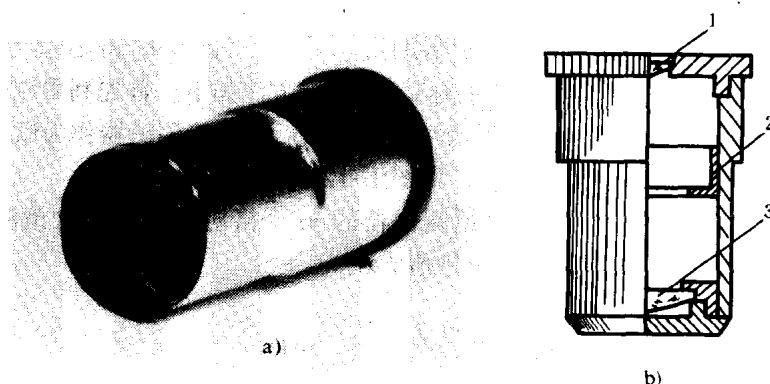


图 1-9 负型目镜

a) 实体 b) 剖面图

1—目透镜 2—光阑 3—场透镜

福根目镜是由两片单一的平凸透镜并在中间加一光阑组成。接近眼睛的透镜称目透镜，起放大作用；另一透镜称场透镜，能使映象亮度均匀。中间的光阑可以遮挡无用光，提高映象清晰度。福根目镜并未对透镜象差加以校正，故只适于和低倍或中倍消色差物镜配合使

用。

2) 正型目镜 正型目镜以雷斯登目镜为代表, 如图 1-10 所示。

雷斯登目镜也是由两片凸透镜组成, 所不同的是光阑在场透镜的外面。这种目镜有良好的象域弯曲校正, 球面象差也比较小, 但色象差比福根目镜严重。另外, 在相同放大倍数下, 正型目镜的观察视场比负型目镜略小。

3) 补偿目镜 补偿目镜是一种特制的目镜, 结构较上述两种都复杂。与复消色差物镜配合使用, 可以补偿校正残余色差, 得到全面清晰的映象, 但不宜与普通消色差物镜配合使用。

4) 摄影目镜 摄影目镜专用于金相摄影, 不能用于观察。由于对透镜的球面象差、象域弯曲均有良好的校正, 与物镜配合, 可在投影屏上形成平坦、清晰的实象。凡带有摄影装置的显微镜均配有摄影目镜。

5) 测微目镜 测微目镜是为满足组织测量的需求而设制的。内装有目镜测微器, 为看清目镜中标尺刻度, 可借助螺旋调节装置移动目透镜的位置。如图 1-11 所示。

测微目镜与不同放大倍数的物镜配合使用时, 测微器的格值是不同的。确定格值, 需要借助物镜测微器 (即 1mm 距离被等分 100 格的标尺)。确定方法如下: 首先利用测微目镜上的螺旋装置将视场中目镜测微器的刻度调至最清晰状态。然后将物镜测微器作为试样, 成像于视场中, 这样, 视场中可同时看到两个标尺, 如图 1-12 所示。

仔细将物镜测微器的 n 个格与目镜测微器的 m 个格对齐。已知物镜测微器的 1 格为 0.01mm, 则目镜测微器在此具体情况下格值 l 为:

$$l = \frac{n \times 0.01}{m} \text{ mm}$$

例如图 1-12 中的标尺, 目镜测微器(黑格)35 格与物镜测微器 (白格) 22 格刚好对齐, 故

$$l = \frac{22 \times 0.01\text{mm}}{35} \approx 0.0063 \text{ mm}$$

求出 l 值, 当知道被测距离的格数时, 就不难算出被测距离的尺寸了。

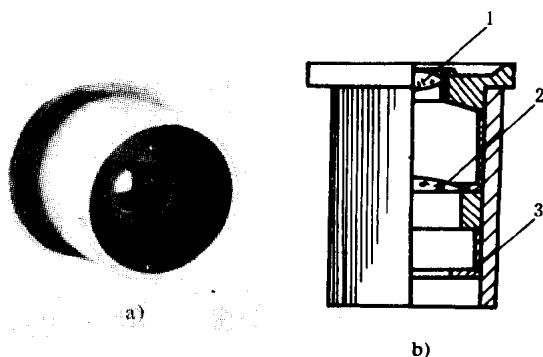


图 1-10 正型目镜

a) 实体 b) 剖面图

1—目透镜 2—场透镜 3—光阑

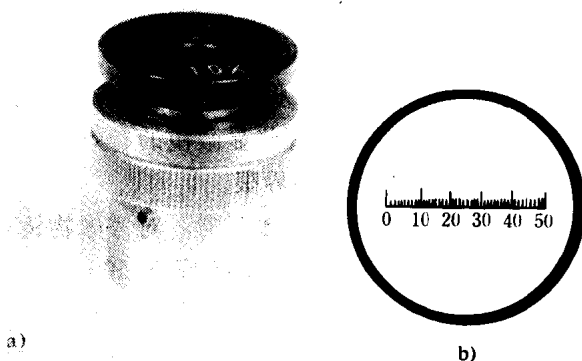


图 1-11 测微目镜

a) 实体 b) 目镜测微器

6) 目镜上的标志 普通目镜上只标有放大倍数, 如 $7\times$ 、 $10\times$ 、 $12.5\times$ 等。补偿目镜上还标有一个“K”字, 如 $K10\times$ 、 $K30\times$ 等。

2. 光路系统

小型金相显微镜, 按光程设计可分为直立式和倒立式两种类型, 凡试样磨面向上, 物镜向下的为直立式, 而试样磨面向下, 物镜向上的为倒立式。如图 1-13 所示。

以倒立式为例, 光源发出的光, 经过透镜组投射到反射镜上, 反射镜将水平走向的光变成垂直走向, 自下而上穿过平面玻璃和物镜, 投射到试样磨面上; 反射进入物镜的光又自上而下照到平面玻璃上, 反射后的水平走向光束进入棱镜, 通过折射、反射后进入目镜。

(1) 光源 金相显微镜和生物显微镜不同, 必须有光源装置。作为光源的有低压钨丝灯泡、氙灯、碳弧灯和卤素灯等。目前, 小型金相显微镜用得最多的是 $6\sim 8\text{V}$ 、 $15\sim 30\text{W}$ 的低压钨丝灯泡。为使发光点集中, 钨丝制成小螺旋状。

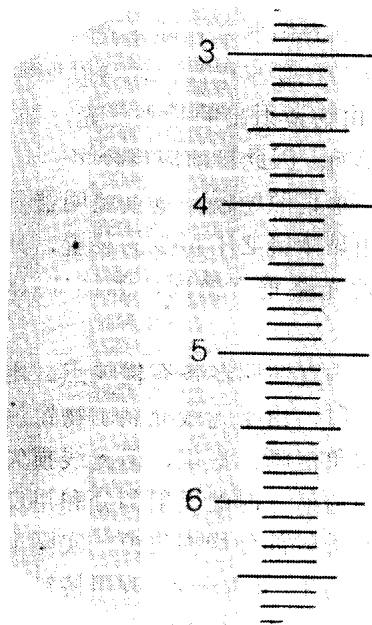


图 1-12 视场中的两个标尺
黑格:目镜测微器 白格:物镜测微器

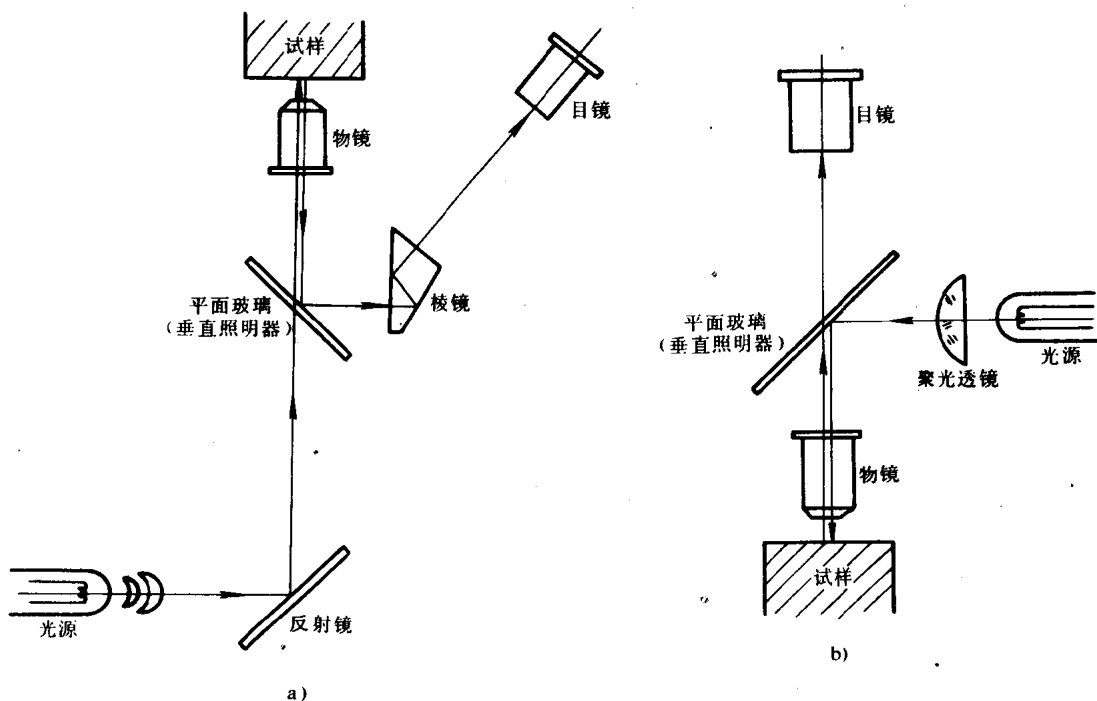


图 1-13 金相显微镜光程示意图

a) 倒立式 b) 直立式

(2) 光源照明方式 光源照明方式取决于光路设计, 一般采用临界照明和科勒照明两种。所谓临界照明方式即光源被成象于物平面上, 虽然可以得到最高的亮度, 但对光源本身亮度的均匀性要求很高。而科勒照明方式即光源被成象于物镜的后焦面 (大体在物镜支承面位置), 由物镜射出的是平行光, 即可以使物平面得到充分照明, 又减少了光源本身亮度不均匀的影响, 因此目前应用较多。

(3) 垂直照明器 垂直照明器是光学金相显微镜必不可少的装置, 其作用是使光路垂直换向, 如图 1-14 所示。

两种垂直照明器各有优缺点。用平面玻璃时, 由于光线充满了物镜后透镜使映象清晰、平坦, 但光线损失很大 (用透射光时的反射部分和用反射光时的透射部分均损失掉, 实际上只用了大约 $1/4$ 部分)。改用棱镜可以弥补这一缺点, 但映象质量较差, 多用于低倍观察。

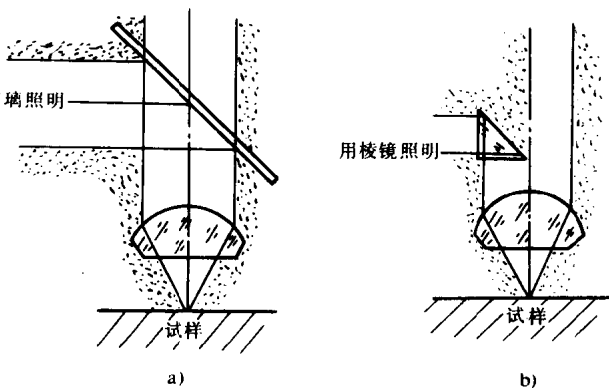


图 1-14 垂直照明器

a) 平面玻璃 b) 棱镜

(4) 孔径光阑 孔径光阑位于靠近光源处, 用来调节入射光束的粗细, 以便改善映象质量。在进行金相观察和摄影时, 孔径光阑开得过大或过小都会影响映象的质量。过大, 会使球面象差增加, 镜筒内反射光和炫光也增加, 映象叠映了一层白光, 显著降低映象衬度, 组织变得模糊不清。过小, 进入物镜的光束太细减少了物镜的孔径角, 使物镜的鉴别率降低, 无法分清微细组织, 同时还会产生光的干涉现象, 导致映象出现浮雕和叠影而不清晰。因此孔径光阑张开的大小应根据金相组织特征和物镜放大倍数随时调整达到最佳状态。

(5) 滤光片 作为金相显微镜附件, 常备有黄、绿、蓝色滤光片。合理选用滤光片可以减少物镜的色象差, 提高映象清晰度。因为各种物镜的象差, 在绿色波区均已校正过, 绿色又能给人以舒适感, 所以最常用的是绿色滤光片。

(6) 视场光阑 视场光阑的作用与孔径光阑不同, 其大小并不影响物镜的鉴别率, 只改变视场的大小。一般应将视场光阑调至全视场刚刚露出时, 这样, 在观察到整个视场的前提下最大限度地减少镜筒内部的反射光和炫光, 以提高映象质量。

(7) 映象照明方式 金相显微镜常用的映象照明方式有两种, 即明场照明和暗场照明。

1) 明场照明 明场照明方式是金相分析中最常用的。光从物镜内射出, 垂直或接近垂直地投向物平面。若照到平滑区域, 光线必将被反射进入物镜, 形成映象中的白亮区。若照到凹凸不平区域, 绝大部分光线将产生漫射而不能进入物镜, 形成映象中的黑暗区。图 1-15a 所示光路即明场照明方式。

2) 暗场照明方式 在鉴别非金属夹杂物透明度时, 往往要用暗场照明方式。光源发出的光, 经过透镜变成一束平行光。又通过环形遮光板, 因中心部分光线被遮挡而成为管状光束。经 45° 反射镜环反射后将沿物镜周围投射到暗场罩前缘内侧反射镜上。反射光以很大的倾斜角射向物平面, 如照到平滑区域, 必将以很大的倾斜角反射, 故难以进入物镜, 形成映象中的黑暗区。只有照到凹凸不平区域的光线, 反射后才有可能进入物镜, 形成映象中的白

亮区。因此与明场照明方式映象效果相反。图 1-15b 所示光路即暗场照明方式。

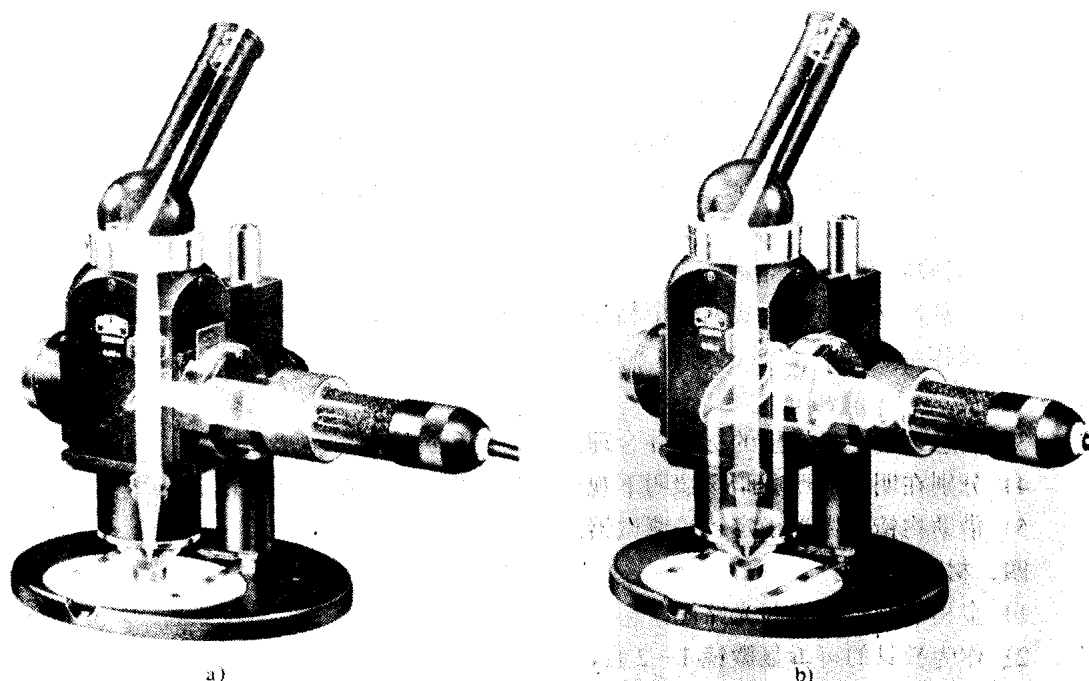


图 1-15 映象照明方式
a) 明场照明 b) 暗场照明

3. 机械系统

机械系统主要包括载物台、粗调机构、微调机构和物镜转换器

(1) 载物台 载物台是用来支承被观察物体的工作台，大多数显微镜的载物台都能在一定范围内平移，以改变被观察的部位。

(2) 粗调机构 粗调机构是在较大行程范围内，用来改变物体和物镜前透镜间轴向距离的装置。一般采用齿轮齿条传动装置。

(3) 微调机构 微调机构是在一个很小的行程范围内（约 2mm），调节物体和物镜前透镜间轴向距离的装置。一般采用微调齿轮传动装置如图 1-16 所示。

(4) 物镜转换器 物镜转换器是为了便于更换物镜而设置的。转换器上同时装几个物镜，可任意将所需物镜转至并固定在显微镜光轴上。

(二) 使用显微镜时应注意的事项

1) 操作者的手必须洗净擦干，并保持环境的清洁、干燥；

2) 用低压钨丝灯泡作光源时，接通电源必须通过变压器，切不可误接在 220V 电源上；

3) 更换物镜、目镜时要格外小心，严防失手落地；

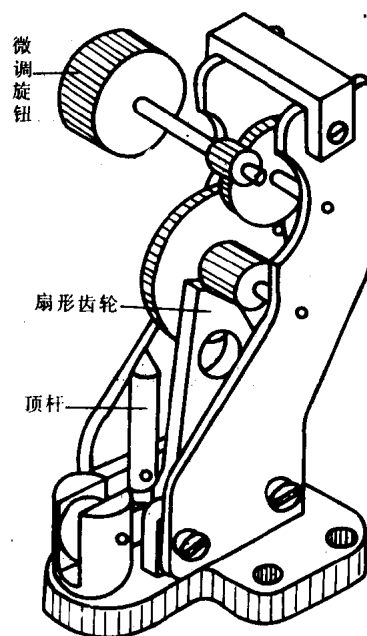


图 1-16 微调齿轮传动装置

4) 调节物体和物镜前透镜间轴向距离(以下简称聚焦)时,必须首先弄清粗调旋钮转向与载物台升降方向的关系。初学者应该先用粗调旋钮将物镜调至尽量靠近物体,但绝不可接触。然后仔细观察视场内的亮度并同时用粗调旋钮缓慢将物镜向远离物体方向调节。待视场内忽然变得明亮甚至出现映象时,换用微调旋钮调至映象最清晰为止。

6) 用油系物镜时,滴油量不宜过多,用完后必须立即用二甲苯洗净、擦干;

7) 待观察的试样必须完全吹干,用氢氟酸浸蚀过的试样吹干时间要长些,因氢氟酸对镜片有严重腐蚀作用。

三、实验内容

1) 观察直立式与倒立式两种金相显微镜的构造与光路;

2) 操作显微镜,比较熟练地掌握聚焦方法,了解孔径光阑、视场光阑和滤光片的作用;

3) 熟悉物镜、目镜上的标志并合理选配物镜和目镜;

4) 分别在明场照明和暗场照明下观察同一试样,分析组织特征及成因;

5) 借助物镜测微器确定目镜测微器的格值。

四、材料及设备

1) 金相显微镜构造与光路图;

2) 作为教具的可拆显微镜 1~2 台;

3) 练习操作的金相显微镜(至少配备 2 个物镜和 2 个目镜) 10~15 台;

4) 备有暗场照明装置的金相显微镜 2~3 台;

5) 配备测微目镜和物镜测微器的金相显微镜 2~3 台;

6) 供观察的金相试样。

五、实验步骤

1) 利用挂图、教具讲解金相显微镜的原理、构造、使用与维护;

2) 在具体了解了某台显微镜构造和光路的基础上反复练习聚焦,直到熟练掌握;

3) 反复改变孔径光阑、视场光阑的大小,加或不加滤光片,观察同一视场映象的清晰程度;

4) 将同一试样分别放在明场照明和暗场照明显微镜上进行对比观察,并画出所观察的组织图;

5) 借助物镜测微器确定目镜测微器的格值,并按要求对组织进行实地测量;

六、实验报告要求

(一) 实验目的;

(二) 回答下列问题

(1) 你是怎样调节并观察到最清晰映象的?在调节过程中视场亮度如何变化?

(2) 对比回答下列问题并解释原因

1) 用高倍物镜和低倍物镜观察时,物镜与试样间的距离有何差异;

2) 孔径光阑过大或过小对映象清晰程度的影响;

3) 加滤光片或不加滤光片对映象清晰程度的影响;

(3) 你所选配的物镜和目镜符合有效放大倍数经验公式吗?

(三) 绘出同一试样在明场照明和暗场照明下的组织图,分析形貌特征。

实验2 金相试样的制备

一、实验目的

掌握金相试样制备的基本方法

二、原理概述

随着科学技术的发展,研究金属材料内部组织的手段也在不断增加。然而光学金相显微分析仍然是最基本的方法。

光学金相显微分析的第一步是制备试样,将待观察的试样表面磨制成光亮无痕的镜面,然后经过浸蚀才能分析组织形态。如因制备不当,在观察面上出现划痕、凹坑、水迹、变形层或浸蚀过深过浅都会影响正确的分析。因此制备出高质量的试样对组织分析是很重要的。

金相试样制备过程一般包括:取样、粗磨、细磨、抛光和浸蚀五个步骤。

(一) 取样

从需要检测的金属材料和零件上截取试样称为“取样”。取样的部位和磨面的选择必须根据分析要求而定。截取方法有多种,对于软材料可以用锯、车、刨等方法;对于硬材料可以用砂轮切片机或线切割机切割的方法,对于硬而脆的材料可以用锤击的方法。无论用哪种方法都应注意,尽量避免和减轻因塑性变形或受热引起的组织失真现象。试样的尺寸并无统一规定,从便于握持和磨制角度考虑,一般直径或边长为15~20mm,高为12~18mm比较适宜。对那些尺寸过小、形状不规则和需要保护边缘的试样,可以采取镶嵌或机械夹持的办法,如图2-1所示。

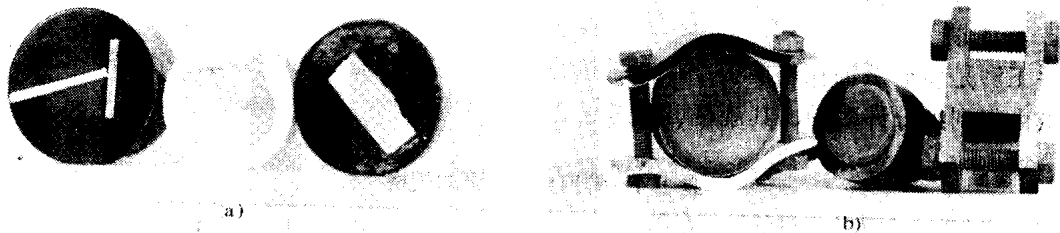


图2-1 镶嵌及夹持试样

a) 镶嵌试样 b) 夹持试样

金相试样的镶嵌,是利用热塑性塑料(如聚氯乙烯),热凝性塑料(如胶木粉)以及冷凝性塑料(如环氧树脂+固化剂)作为填料进行的。前两种属于热镶填料,热镶必须在专用设备—镶嵌机上进行。第三种属于冷镶填料,冷镶方法不需要专用设备,只将适宜尺寸(约 $\phi 15\sim 20\text{mm}$)的钢管、塑料管或纸壳管放在平滑的塑料(或玻璃)板上,试样置于管内,待磨面朝下倒入填料,放置一段时间凝固硬化即可。

(二) 粗磨

粗磨的目的主要有以下三点:

1) 修整 有些试样,例如用锤击法敲下来的试样,形状很不规则,必须经过粗磨,修整为规则形状的试样;

2) 磨平 无论用什么方法取样, 切口往往不十分平滑, 为了将观察面磨平, 同时去掉切割时产生的变形层, 必须进行粗磨;

3) 倒角 在不影响观察目的的前提下, 需将试样上的棱角磨掉, 以免划破砂纸和抛光织物。

黑色金属材料的粗磨在砂轮机上进行, 具体操作方法是: 将试样牢牢地捏住, 用砂轮的侧面磨制。在试样与砂轮接触的一瞬间, 尽量使磨面与砂轮面平行, 用力不可过大。由于磨削力的作用往往出现试样磨面的上半部分磨削量偏大, 故需人为地进行调整, 尽量加大试样下半部分的压力, 以求整个磨面均匀受力。另外在磨制过程中, 试样必须沿砂轮的径向往复缓慢移动, 防止砂轮表面形成凹沟。必须指出的是, 磨削过程会使试样表面温度骤然升高, 只有不断地将试样浸水冷却, 才能防止组织发生变化。

砂轮机转速比较快, 一般 $2850\text{r}/\text{min}$, 工作者不应站在砂轮的正前方, 以防被飞出物击伤。操作时严禁戴手套, 以免手被卷入砂轮机。

关于砂轮的选择, 一般是遵照磨硬材料选稍软些的, 磨软材料选稍硬些的基本原则, 用于金相制样方面的砂轮大部分是: 磨料粒度为 40 号、46 号、54 号、60 号 (数字愈大愈细); 材料为白刚玉 (代号为 GB 或 WA)、绿碳化硅 (代号为 TL 或 GC)、棕刚玉 (代号为 GZ 或 A) 和黑碳化硅 (代号为 TH 或 C) 等; 硬度为中软 1 (代号为 ZR_1 或 K) 的平砂轮, 尺寸多为 $250 \times 25 \times 32\text{mm}$ (外径 $\times$ 厚度 $\times$ 孔径)。

有色金属, 如铜、铝及其合金等, 因材质很软, 不可用砂轮而要用锉刀进行粗磨。以免磨屑堵塞砂轮孔隙, 且使试样产生较深的磨痕和严重的塑性变形层。

(三) 细磨

粗磨后的试样, 磨面上仍有较粗较深的磨痕, 为了消除这些磨痕必须进行细磨。细磨, 可分为手工磨和机械磨两种。

1. 手工磨

手工磨是将砂纸铺在玻璃板上, 左手按住砂纸, 右手捏住试样在砂纸上作单向推磨。金相砂纸由粗到细分许多种, 其规格可参考表 2-1。

表 2-1 常用金相砂纸的规格^①

金相砂纸编号	01	02	03	04	05	06
粒度序号	M28	M20	M14	M10	M7	M5
砂粒尺寸/ μm	28~20	20~14	14~10	10~7	7~5	5~3.5

① 表中为多数厂家所用编号, 目前没有统一规格。

用砂轮粗磨后的试样, 要依次由 01 号磨至 05 号 (或 06 号)。操作时必须注意:

- 1) 加在试样上的力要均匀, 使整个磨面都能磨到;
- 2) 在同一张砂纸上磨痕方向要一致, 并与前一道砂纸磨痕方向垂直。待前一道砂纸磨痕完全消失时才能换用下一道砂纸。
- 3) 每次更换砂纸时, 必须将试样、玻璃板清理干净, 以防将粗砂粒带到细砂纸上。
- 4) 磨制时不可用力过大, 否则一方面因磨痕过深增加下一道磨制的困难, 另一方面因

表面变形严重影响组织真实性。

5) 砂纸的砂粒变钝磨削作用明显下降时，不宜继续使用，否则砂粒在金属表面产生的滚压会增加表面变形。

6) 磨制铜、铝及其合金等软材料时，用力更要轻，可同时在砂纸上滴些煤油，以防脱落砂粒嵌入金属表面。

用金相砂纸手工磨制时是不能加水的，因为金相砂纸所用粘接剂溶于水。但是在干磨过程中，脱落的砂粒和金属磨屑留在砂纸上，随着移动的试样来回滚动，砂粒间的相互挤压以及金属屑粘在砂粒缝隙中，都会使砂纸磨削寿命减短，试样表面变形层严重，摩擦生热还可能引起组织变化。为克服干磨的弊端，目前多采用手工湿磨的方法，所用砂纸是水砂纸，其规格可参考表 2-2。

表 2-2 常用水砂纸的规格^①

水砂纸序号	240	300	400	500	600	800	1000	1200
粒度	160	200	280	320	400	600	800	1000

① 表中为多数厂家所用编号，目前没有统一规格。

用水砂纸手工磨制的操作方法和步骤与用金相砂纸磨制完全一样，只是将水砂纸置于流动水下边冲边磨，由粗到细依次更换数次，最后磨到 1000 或 1200 号砂纸。因为水流不断地将脱落砂粒、磨屑冲掉，故砂纸的磨削寿命较长。实践证明试样磨制的速度快、质量高，有效地弥补了干磨的不足。

2. 机械磨

目前普遍使用的机械磨设备是预磨机。电动机带动铺着水砂纸的圆盘转动，磨制时，将试样沿盘的径向来回移动，用力要均匀，边磨边用水冲。水流既起到冷却试样的作用，又可以借助离心力将脱落砂粒、磨屑等不断地冲到转盘边缘。机械磨的磨削速度比手工磨制快得多，但平整度不够好，表面变形层也比较严重。因此要求较高的或材质较软的试样应该采用手工磨制。机械磨所用水砂纸规格与手工湿磨相同，可参考表 2-2。

(四) 抛光

抛光的目的是去除细磨后遗留在磨面上的细微磨痕，得到光亮无痕的镜面。抛光的方法有机械抛光、电解抛光和化学抛光三种，其中最常用的是机械抛光。

1. 机械抛光

机械抛光在抛光机上进行，将抛光织物（粗抛常用帆布，精抛常用毛呢）用水浸湿、铺平、绷紧并固定在抛光盘上。启动开关使抛光盘逆时针转动，将适量的抛光液（氧化铝、氧化铬或氧化铁抛光粉加水的悬浮液）滴洒在盘上即可进行抛光，抛光时应注意：

- 1) 试样沿盘的径向往返缓慢移动，同时逆抛光盘转向自转，待抛光快结束时作短时定位轻抛。
- 2) 在抛光过程中，要经常滴加适量的抛光液或清水，以保持抛光盘的湿度，如发现抛光盘过脏或带有粗大颗粒时，必须将其冲刷干净后再继续使用。
- 3) 抛光时间应尽量缩短，不可过长，为满足这一要求可分粗抛和精抛两步进行。
- 4) 抛有色金属（如铜、铝及其合金等）时，最好在抛光盘上涂少许肥皂或滴加适量的

肥皂水。

机械抛光与细磨本质上都是借助磨料尖角锐利的刃部，切去试样表面隆起的部分。抛光时，抛光织物纤维带动稀疏分布的极微细的磨料颗粒产生磨削作用，将试样抛光。

目前，人造金刚石研磨膏（最常用的有W0.5 W1.0 W1.5 W2.5 W3.5五种规格的溶水性研磨膏）代替抛光液，正得到日益广泛的应用。用极少的研磨膏均匀涂在抛光织物上进行抛光，抛光速度快，质量也好。

2. 电解抛光

电解抛光装置示意图如图2-2所示。阴极用不锈钢板制成，试样本身为阳极，二者同处于电解抛光液中，接通回路后在试样表面形成一层高电阻膜。由于试样表面高低不平，膜的厚薄也不同。试样表面凸起部分膜薄，电阻小、电流密度大，金属溶解速度快。相对而言，凹下部分溶解速度慢，这种选择性溶解结果，使试样表面逐渐平整，最后形成光滑平面。

电解抛光纯系化学溶解过程，因此它消除了机械抛光难以避免的疵病，不会引起试样表面变形。与机械抛光比较既省时间又操作简便。然而电解抛光也有其局限性，因其对材料化学成分不均匀的偏析组织以及非金属夹杂物等比较敏感，会造成局部强烈侵蚀而形成斑坑。另外镶嵌在塑料内的试样，因不导电也不适用。故目前仍然以机械抛光为主。

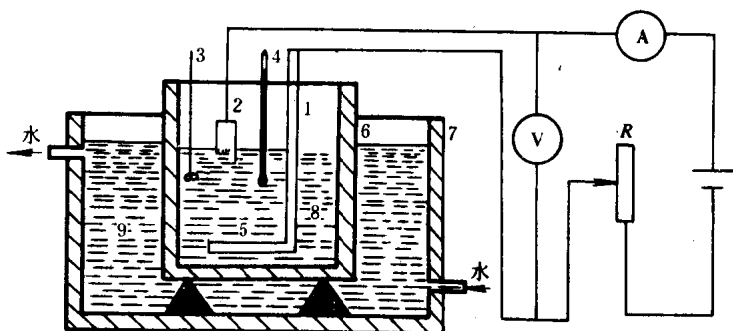


图 2-2 电解抛光装置示意图

1—阴极 2—试样阳极 3—搅拌器 4—温度计 5—阴极 6—电解槽 7—冷却槽 8—电解液 9—冷却液

电解抛光时，先按要求配制好电解抛光液。关于抛光液的成分以及抛光规范等均可参考附录1。将待抛试样磨面浸入抛光液中，接通电源，按规范调整到所需电压、电流，一般只需十几秒至几十秒钟即可取出。取出后立即用流动水冲洗干净，而后吹干即可。如抛光过程中已同时具有侵蚀作用，可省去抛光后的侵蚀步骤。铜合金、铝合金、奥氏体不锈钢及高锰钢等材料常用电解抛光。

3. 化学抛光

化学抛光是依靠化学试剂对试样表面凹凸不平区域的选择性溶解作用将磨痕去除的一种方法。化学抛光不需要专用设备，成本低，操作方便。在抛光的同时还兼有化学侵蚀作用，省掉了抛光后的侵蚀步骤。但化学抛光的试样平整度略差些，仅适于低、中倍观察。

对于一些软金属，如锌、铅、锡、铜等。实践证明，利用化学抛光要比机械抛光和电解抛光效果好。目前，其应用范围在逐渐扩大。

化学抛光液，大多数是由酸或者混合酸（如草酸、磷酸、铬酸、醋酸、硝酸、硫酸氢氟酸等）过氧化氢及蒸馏水组成。混合酸主要起化学溶解作用，过氧化氢能增进金属表面的活化性，有助于化学抛光的进行，而蒸馏水为稀释剂（具体配方可参考附录1）。

（五）侵蚀

抛光后的试样在金相显微镜下观察，只能看到光亮的磨面，如果有划痕、水迹或材料

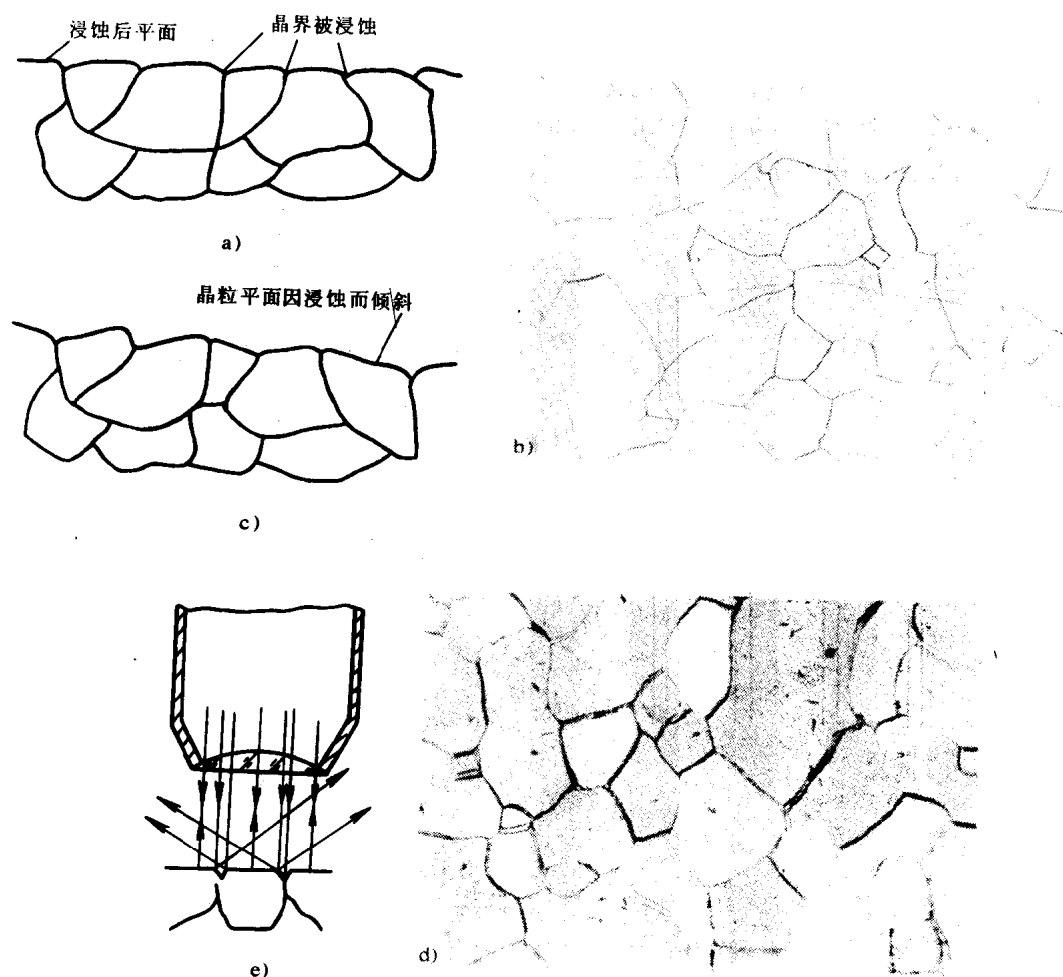


图 2-3 纯金属（单相均匀固溶体）的浸蚀

a) b) 浸蚀正常 c) d) 浸蚀过度 e) 浸蚀效果与组织观察示意图

中的非金属夹杂物、石墨以及裂纹等也可以看出来，但是要分析金相组织还必须进行浸蚀。

浸蚀的方法有多种，最常用的是化学浸蚀法，利用浸蚀剂对试样的化学溶解和电化学浸蚀作用将组织显露出来。

纯金属（或单相均匀固溶体）的浸蚀基本上为化学溶解过程。位于晶界处的原子和晶粒内部原子相比，自由能较高，稳定性较差，故易受浸蚀形成凹沟。晶粒内部被浸蚀程度较轻，大体上仍保持原抛光平面。在明场下观察，可以看到一个个晶粒被晶界（黑色网络）隔开。如图 2-3b 所示。如浸蚀较深，还可以发现各个晶粒明暗程度不同的现象，如图 2-3d 所示。这是因为每个晶粒原子排列的位向不同，浸蚀后，以最密排面为主的外露面与原抛光面之间倾斜程度不同的缘故。