

沈桂琴 编著

光学 金相 技术



北京航空航天大学出版社

光学金相技术

沈桂琴 编著

北京航空航天大学出版社

(京) 新登字166号

内 容 简 介

本书介绍了一般金相技术, 包括试样制备、金属显微组织的显示、金相显微镜的原理及使用。金相照相技术、感光材料及暗室技术等; 另外对偏光、相衬、干涉、显微硬度、定量金相及高、低温金相等进行了较系统介绍。

本书可作为金属材料及热处理专业用教材, 也可作为从事这方面工作的科技人员的参考书。

光 学 金 相 技 术

GUANGXUE JINXIANG JISHU

沈 桂 琴 编 著

责任编辑 曾昭奇

北京航空航天大学出版社出版

新华书店总店科技发行所发行 各地新华书店经销

北京农业工程大学印刷厂印装

787×1092 1/32 印张: 10.5 字数: 244千字

1992年8月第一版 1992年8月第一次印刷 印数: 3000册

ISBN 7-81012-296-7/TB·045 定价: 2.70元

修 订 本 前 言

《光学金相技术》是金属材料及热处理专业用教材之一，属于《金属实验方法》系列课程的组成部分。学习本课程的目的是使学生掌握有关光学金相技术中的基础知识及实验技术；同时也为学习《金属实验方法》的后续部分《金属X射线和电子金相技术》打下基础。本书亦可作为工厂、研究单位金相工作者的参考书。

根据1983年以来的教学经验，结合金相技术的发展，本书进行了适当的增删，为了便于学生的学习，某些章节重新组织了内容并增加了思考题。全书共分十一章。第一章至第五章介绍了一般金相技术，包括：试样制备；金属显微组织的显示；金相显微镜的构造；原理及使用；金相照相技术；感光材料及暗室技术等内容。这些都是金相研究的基本技术，是培养从事材料科学与工程人才不可缺少的重要方面。随着材料科学的发展，光学金相技术也不断有所更新，目前使用较多的方法有：偏光、相衬、干涉、显微硬度、定量金相及高、低温金相等，第六章至第十一章对这些内容分别进行了较系统的介绍。

本书部分插图由耿桂仙同志描制，部分金相照片由北京航空航天大学唐顺仙、王仲珍同志提供。全书由北京科技大学张维敬教授主审。

由于作者的学识水平和教学经验有限，诚挚欢迎同行和读者对书中不妥之处批评指正。

编 者

1991年7月

序 言

光学金相显微术 (Optical microscopy) 是根据金属样品表面上不同组织组成物的光射特性, 用显微镜在可见光范围内对这些组织组成物进行光学研究并定性和定量描述的一种技术。它可显示 $500\sim 0.2\mu\text{m}$ 尺度内的金属组织特征。早在1841年, 俄国人阿诺索夫 (П.П. Аносов) 就在放大镜下研究了大马士革钢剑上的花纹, 至1863年英国人 索比 (H.C. Sorby) 把岩相学的方法, 包括试样的制备、抛光和 腐 刻 等技术移植到钢铁研究上, 发展了金相技术, 还拍出一批低放大倍数的珠光体和其他组织的金相照片。索比和他同代人德国的马滕斯 (A. Martens) 及法国人奥斯蒙 (F. Osmond) 的科学实践, 为现代光学金相显微术 奠定了基础。至20世纪初, 光学金相显微术日臻完善, 并普遍推广使用于金属和合金的微观分析。到20世纪80年代, 光学金相显微术扩展应用到非金属材料科学中, 如碳素材料、陶瓷材料、聚合物等, 并促进了这些材料的发展。因此, 光学金相显微术是材料科学领域中的一项基本技术。

光学金相显微术俗称光学金相技术, 迄今主要由两大部分组成, 即一般金相技术和特殊金相技术。

一般金相技术包括: 试样制备、组织显示、在显微镜下观察研究及拍摄金相照片等四步。首先从被研究(检测)的材料或零件上截取所需的试样, 试样表面一般比较粗糙, 由于入射光产生漫射而无法在显微镜下进行观察, 因此试样表面要

进行特殊制备，通过镶嵌、磨光、抛光几个步骤，得到一个光亮的、表面组织未发生任何变化的镜面，至此完成了试样制备工作。然而，光滑的镜面在显微镜下只能看到白亮一片，这是由于金属组织组成物对于光有相近的反射能力，因此要采用适当的方法显示组织，通过腐蚀使试样表面产生微小的凸凹不平，这些凸凹不平都是在光学系统景深范围内，或用各种方法在试样表面形成一层薄膜，利用光的干涉，在显微镜下就可以看清显微组织的形貌、大小和分布等特征。尔后在显微镜下观察和分析显微组织并作定性和定量的描述，最后拍下金相照片，取得有用的数据资料。

特殊金相技术主要指一些具有特殊功能的显微镜的应用，如干涉显微术、偏光显微术、相衬或微差干涉衬度显微术、显微硬度、定量金相等，以适应各种材料研究的需要。

近年来，电子显微术不断发展，和光学金相显微术二者相辅相成，共同促进科学材料与工程的发展。

目 录

序 言

第一章 金相显微试样的制备

- § 1-1 金相试样的截取 (1)
- § 1-2 金相试样的镶嵌 (5)
- § 1-3 金相试样的磨光和机械抛光 (11)
- § 1-4 金相试样的其它抛光方法 (41)

第二章 金属显微组织的显示

- § 2-1 腐蚀法 (53)
- § 2-2 干涉层法 (60)

第三章 金相显微镜

- § 3-1 金相显微镜的放大系统 (91)
- § 3-2 金相显微镜的照明系统 (119)
- § 3-3 机械系统及照相系统 (130)
- § 3-4 显微镜的进展 (130)
- § 3-5 金相显微镜的维护与使用 (135)

第四章 金相照相技术

- § 4-1 宏观照相 (138)
- § 4-2 显微照相 (147)

第五章 感光材料及暗室技术

- § 5-1 感光材料(157)
- § 5-2 暗室技术(165)
- § 5-3 彩色金相(181)

第六章 偏振光金相原理及应用

- § 6-1 偏振光的基础知识(191)
- § 6-2 显微镜中的偏振光装置及调整(201)
- § 6-3 偏振光金相原理(204)
- § 6-4 偏振光金相的应用举例(219)

第七章 干涉显微镜及其应用

- § 7-1 干涉显微镜的原理(227)
- § 7-2 干涉显微镜(230)
- § 7-3 应用举例(234)

第八章 相衬金相及微差干涉衬度

- § 8-1 相衬金相(237)
- § 8-2 微差干涉衬度(253)

第九章 定量金相

- § 9-1 定量金相的测量(264)
- § 9-2 定量金相的计算(271)
- § 9-3 常用显微组织特征参数测定举例(278)
- § 9-4 图象分析仪(289)

第十章 显微硬度及其应用

- § 10-1 显微硬度测试原理.....(295)
- § 10-2 常用显微硬度计.....(303)
- § 10-3 显微硬度在金相研究中的应用.....(306)

第十一章 高温及低温金相技术

- § 11-1 高温金相技术.....(309)
- § 11-2 低温金相研究.....(323)
- 主要参考资料**(324)

第一章 金相显微试样的制备

金相试样制备要经过：取样、镶嵌、磨光、抛光四个步骤。每项操作都必须严格、细心，因为任何阶段上的失误都可能影响以后的步骤，在极端的情况下，不正确的制样可能造成假组织，从而得出错误的结论。

手工制样步骤繁多，还需要熟练的技巧和丰富的经验。但随着科学技术的进步，用微机控制的全自动制样设备已经问世，对各种材料有效制样技术的数据库已开始建立，用机械代替人工制样速度快，试样质量高。

§ 1-1 金相试样的截取

选择合适的、有代表性的试样是金相研究和检验中至关重要的第一步，必须注意取样的部位、数量、尺度、磨面的取向和试样的截取方法等。取样必须恰到好处地给材料提出统计上的可靠描述。

一、取样原则

取样部位的选择取决于被检验材料或零件的特点、加工工艺过程及热处理过程、使用情况等。根据检验的目的和要求，通常分为两大类：

1. **系统取样** 选取的试样必须能表征被检验材料或零件的特点，即要有代表性。当然材料中不可避免的偶然偏差

会影响观察的结果，而统计的方法则有助于改善结果的准确性。常规检验所取试样的部位、形状、数量、尺寸等都有明确的规定，详见有关标准：如国际(GB)、冶标(YB)、航标(HB)。例如标准中规定：棒材、钢锭、钢坯，在材料两端取样；热轧型材则同时取横向、纵向两组试样；航空压气机盘则要从径向、轴向、弦向同时取样。

2. 指定取样 根据所研究的问题，有针对性的取样。零件失效分析的试样即属于此类，必须根据零件使用部位、受力情况、出现裂纹的部位和形态等具体情况，抓着关键部位分别在材料失效部位和完好部位取样，以便对比分析，找出失效原因。如裂纹源区就是重要的取样部位。

金相试样的形状尺寸一般为 $\phi 12\text{mm} \times 12\text{mm}$ 的圆柱体或 $12\text{mm} \times 12\text{mm} \times 12\text{mm}$ 的方柱体。特殊情况下可根据具体情况而定。试样太小，操作不便；试样太大，则费时费力。试样边缘无要求时可倒角。

试样取样部位等确定后，应进一步明确检验面的方向，它亦根据生产工艺、产品形状和所研究组织的特征而定。

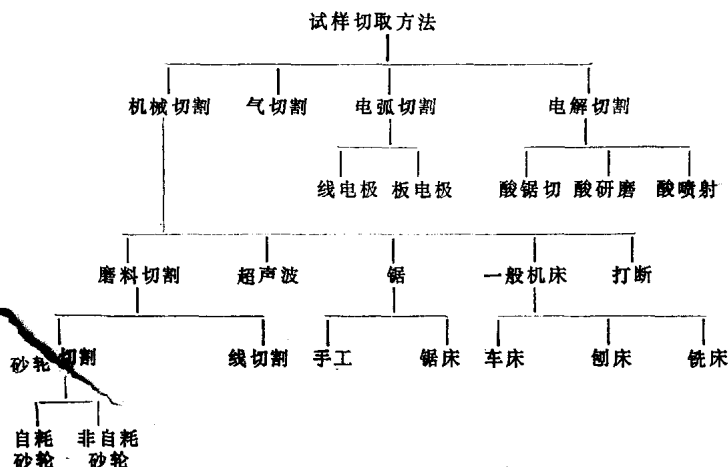
在研究结果和检验报告上所列金相照片，必须注明截取部位和检验面的方向，甚至画图说明。

二、取样方法

试样切取方法很多，表1-1中列出了分类。

用哪种方法切取试样可根据取样零件的大小、材料的性能、现场实际条件灵活选择，但总的要求是必须保证被切取的试样表面的显微组织不因切割而发生变化。对于较软的材料可用锯、车、刨等加工方法，而较硬材料可用砂轮切片机

表1-1 试样切取方法



切割或电火花切割，硬而脆的材料如白口铸铁可用锤击的方法，而在大工件上取样可用氧气切割等。目前常用方法是砂轮片切割。它可以切割硬度悬殊的试样而且表面较光洁。

砂轮切割机使用自耗和非自耗切割砂轮。自耗砂轮一般是用树脂粘结碳化硅（用于切割有色金属）或氧化铝（用于切割黑色金属）磨料，制成厚度为0.5~1.5mm的砂轮片。非自耗砂轮片是用树脂或金属粘结剂将适当粒度的金刚石磨料粘结到金属圆盘上，其厚度一般为0.15~0.38mm，直径为76~152mm。切割时工件因高速磨削而产生很大的热量，因此试样应充分冷却，以防止组织结构的变化。

切割试样会在表面形成变形层，该层对金相显微组织有很大影响，要想得到金属的真实组织，必须在后续工序中将该层完全去掉。因此，寻找变形层小的切割方法十分重要。

韦勒(Wellner)用 X 射线法和显微硬度法研究了对不同材料表面变形层影响的三种切割方法：氧化铝或碳化硅砂轮切割（转速1450r/min，片厚1.6mm）、电火花切割和低速金刚石片切割（转速150r/min，片厚0.3mm）。被切割的材料有电解铜、铁素体钢、不锈钢和工业纯钛。图1-1为用 X 射线法测出的变形层深度，可以看出，使用低速金刚石片切割的试样，变形层最浅。

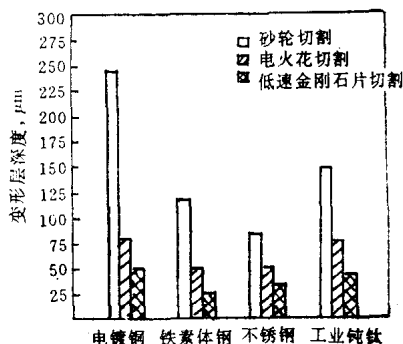
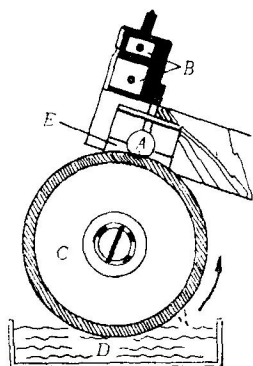
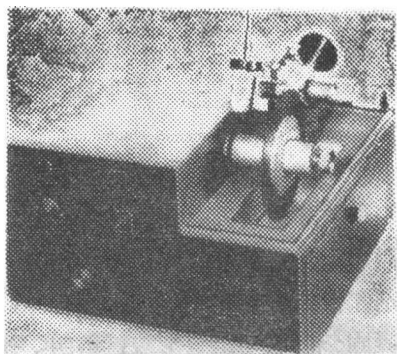


图1-1 切割方法对变形层深度的影响

低速金刚石片切割属非自耗砂轮切割，根据金属片边缘粘结金刚石多少又分为高密度和低密度两种。低密度金刚石片适用于切割硬质材料，如矿石、碳化物、陶瓷等，而高密度适用于切割较软的材料，如一般金属材料。为保持其切割性能，切割片需要经常加以修理。图1-2(a)为低速金刚石片切割机示意图，而图1-2(b)为低速金刚石片切割机的外形图。近年来将立方氮化硼(CBN)磨粒粘附在切割片边缘部分，使低速切割技术向前推进了一大步，切割碳钢、不锈钢所需时间显著减少，仅为用金刚石片切割的1/4~1/6。



(a) 低速金刚石片切割机的切割示意图



(b) 低速金刚石片切割机外形 A—试样 B—配重 C—金刚石片 D—冷却液 E—切割示意

图 1-2

80年代末丹麦Struers公司和美国Buehler公司相继推出Exoton型和Osoillamet型切割机，它们的共同特点是切割片在旋转的同时还有一个来回摆动的动作，这样在切割过程中，切割片与材料的接触面积最小，因而切割所需压力小得多，切割片的消耗也少，且冷却液易达切割面，因此切割造成的温升微不足道。

切割时，选用合适的润滑剂十分重要，可使切割时间减少16~75%。

采用电化学方法切割试样，切断处根本没有变形层，但目前尚未广泛使用。

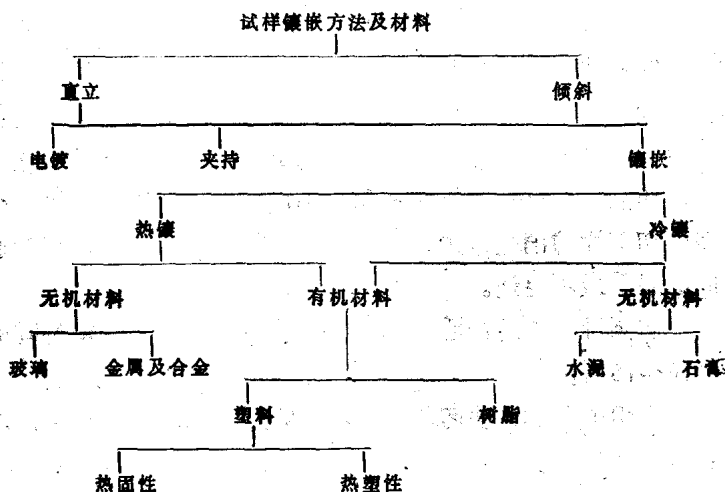
§ 1-2 金相试样的镶嵌

当试样形状不规则（失效分析试样）或较小（线材、细

管材、薄板等)、较软、易碎或边缘需要保护时,必须将试样镶嵌起来,以便于试样的制备;另外,随着试样磨光、抛光工序逐渐自动化,要求试样规格化,这也要通过镶样来完成。

选用镶嵌材料和工艺时,必须考虑以下因素:首先,材料要有足够的硬度和与试样之间的粘附性,以保证所嵌试样以后制备过程中不突出平面和无缝隙;其次,是对各种溶剂和浸蚀剂的抵抗能力;第三,操作时不能由于加热、加压或凝固热而改变组织形貌;第四,操作时间尽可能短等。表1-2列出了镶嵌试样的各种方法及材料。有些材料如低熔点

表1-2 试样镶嵌方法及材料



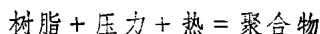
合金是早期的镶嵌材料,现已被塑料代替,但有些材料仍用它,如制备钠试样时就用鸟德合金镶样,因为钠和有机材料起作用。

一、塑料镶嵌法

根据镶样塑料的性质和工艺又分为冷镶法和热镶法两种。镶样直径一般为25~38mm，高度为1/2直径。

1. 热镶法

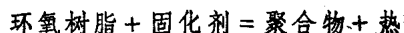
热镶法反应式为



热镶法常用热固性塑料(胶木粉或电木粉，即酚醛树脂)或热塑性塑料(聚乙烯聚合树脂、醋酸纤维树脂)等做镶嵌材料，在专门的镶嵌机的模具内加热加压成型。热固性塑料加热温度在110~150℃，热塑性塑料加热温度要更高，达到140~165℃，压力为 $(1.8\sim1.9)\times10^{-5}\text{Pa}$ 。加热温度、压力及保温时间，均不能过低或过高，否则镶出的试样易造成疏松、气泡、裂纹等缺陷。胶木粉镶样不透明，具有各种颜色，比较硬，不易倒角，但抗酸、抗碱腐蚀能力差。聚乙烯镶样为半透明或透明的，抗酸碱能力强，但质地较软。两者共同缺点是由于镶嵌操作时需加热加压。钢会引起淬火马氏体回火，而软金属则发生塑性变形。

2. 冷镶法

冷镶法反应式为



冷镶法使用环氧塑料，它是由环氧树脂加固化剂组成。固化剂主要是胺类化合物，固化剂用量太多时，一方面会使高分子键迅速终止，降低聚合物分子量，最终强度降低，另一方面会由于放热反应而使镶嵌料温度升高。但如果固化剂用量太少，则固化不能完全进行。通常固化剂约占总量的

10%。环氧塑料中还可以加入增韧剂或填料（如10%的邻苯二甲酸二酚脂、氧化铝粉等）以提高其硬度和韧性。

适用于做浇铸模材料有多种，其中最适于多次使用及低温固化的是硅橡胶和聚氟乙烯塑料，图1-3为用环氧树脂及橡胶制的镶嵌模和底部可拆式的塑料模镶嵌过程示意图。

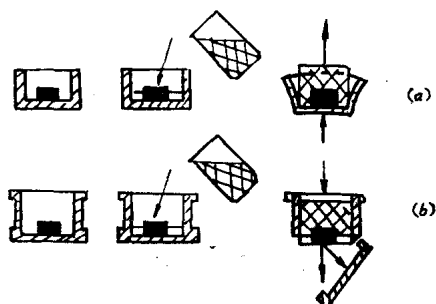


图1-3 用环氧树脂及橡胶模(a)底部可拆式塑料模(b)镶嵌过程示意图

对于多孔或有细裂纹的试样，真空冷镶是有好处的，借助于真空，树脂可以填满孔洞和裂纹，树脂中的气泡也可以消除。真空注入技术对于粉末金属试样、陶瓷试样或多孔试样特别有用。图1-4为真空镶嵌设备示意图。

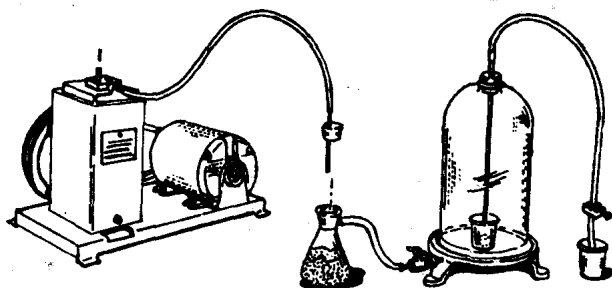


图1-4 真空镶嵌设备示意图