

金相试样制备 与 显示技术

韩德伟 张建新 编著
田荣璋 审定

装帧设计 易红卫

ISBN 7-81105-018-8



9 787811 050189 >

ISBN 7-81105-018-8/TO·003

定价: 42.00 元



金相试样制备与显示技术

韩德伟 张建新 编著
田荣璋 审定

中南大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

金相试样制备与显示技术/韩德伟,张建新编著. 长沙:中南大学出版社,2005.5

ISBN 7-81105-018-8

I. 金... II. ①韩... ②张... III. ①试样制备(金相)
②金相组织—显示 IV. TG115.21

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2005)第 043331 号

金相试样制备与显示技术

韩德伟 张建新 编著

☐责任编辑 程 滨 田荣璋

☐责任印制 汤庶平

☐出版发行 中南大学出版社

社址:长沙市麓山南路

邮编:410083

发行科电话:0731-8876770

传真:0731-8710482

☐印 装 长沙环境保护学校印刷厂

☐开 本 880×1230 1/32 ☐印张 11.75 ☐字数 300 千字

☐版 次 2005 年 5 月第 1 版 ☐2005 年 5 月第 1 次印刷

☐书 号 ISBN 7-81105-018-8/TO·003

☐定 价 42.00 元

图书出现印装问题,请与经销商调换

序

我很喜欢并长期从事金相分析工作,《金相试样制备与显示技术》一书是我策划和组稿的,在作者撰稿过程中,我们又经常在一起切磋问题,出版社委托我对该书进行审定,作者让我作序,不敢推辞。

用光学显微镜观察金属磨面,研究其组织微观形貌与成分和性能的关系,是英国科学家索尔拜(H C Sorby)于1860年第1次尝试,并于1864年在历史上最早发表关于金属显微组织的论文。此后,光学显微镜逐渐成为研究和检验金属材料组织的有效手段。正因为如此,“金相学”被认为是金属学的先导和形成基础,也是早期金属学的代名词。“金相学”后来被推广到其他学科(如矿相学),乃至从以研究金属材料为对象的技术,拓展到所有材料都应用的一门技术。

大约在20世纪40年代,电子显微镜腾空出世,不受光波限制,分辨率比光学显微镜高得多。70年代,高分辨率电子显微术问世,可以观察到单个晶胞内的原子排列。1982年,宾宁(Binnig)等发明了世界上第1台扫描隧道显微镜(STM),有极高的分辨率,分辨率可达 $0.01 \sim 0.001 \text{ nm}$ 。电子显微镜点分辨率达 0.19 nm ,点阵条纹分辨率达 0.102 nm 。而光学金相显微镜最大分辨率约为 160 nm 。1965年又出现扫描电子显微镜(SEM),它可以对约 $1 \mu\text{m}$ 微区大小范围进行材料形貌、成分、结构与取向

的综合分析。

那么,是不是光学金相显微镜就可以不用或少用了呢?不然,各有各的用途,各有各的长处和不足。目前,金相分析技术仍是材料科学与工程领域最广泛应用的,简单易行的,高效实用的研究和检验方法。金相检验则是各国和 ISO 国际材料检验标准中的重要物理检验项目类别。金相检验分析技术成熟,设备成套,购价便宜,安装容易,操作简便,大小单位都会有能力购置、安装和使用,已成一种研究、检验金属材料不可替代的常用的一种方法。

在过去的几十年中,有过许多关于金相图谱,包括铝合金的、铜合金的、钢铁材料和各种金属及合金的图谱等的著作出版。这些著作对新材料的开发、新工艺的研究;对现场生产工艺和产品品质的监控;对争议的分析、判断和解决,都起到了可贵的作用。

我国著名的冶金学家周志宏教授生前曾说过:“出色的金相图片是材料与艺术的相互辉映,令人爱不释手。”而“优秀的金相图片,无一不需金相工作者付出大量的精力和心血”。拍摄出优秀的金相图片和对金相试样做精确的分析,故然和金相显微镜的改进、完善和发展有关。但是,没有精湛的金相试样制备与显示技术,有再好的金相显微镜也是妄然。

金相检验分析(包括用放大镜或肉眼宏观分析低倍组织)的基本方法是:在待检验的材料上截取试样,打上标记,小的需要镶嵌。然后进行粗磨光、细磨光及精抛光。试样制备完后,再进行组织显示,一般采用化学浸蚀方法,将材料组织蚀刻突显出

来,这就是《金相试样制备与显示技术》一书的内容,也是金相分析最关键的工作。金相分析是否正确,图片拍照是否精美,都与这些操作有关,因此说这本书是金相分析必备的应用技术书籍。

在我与作者一起修改书稿和审定《金相试样制备与显示技术》一书时,深深感到作者具可深厚的理论基础和丰富的实践经验,用心良苦,把自己多年的实际心得揉入其中,使书稿内容充实而全面,说理清楚,举例实在,紧扣实际应用解决难点,此前尚未见过像这样一本专门讲述金相试样制备与显示技术的书籍,可以说它即是一本专著,又是一本带有手册性质的工具书,是一本不可多得的好书。但是,不能说就十全十美了,有些问题需再版时改进、完善和补充。

作者韩德伟和我是多年共事的老朋友,他老当益壮,退休后在短短的几年内,连续地编撰出版两本书,是值得学习的好榜样。

韩德伟编写的《金属硬度检测技术手册》,2003年才出版,他和张建新合编的《金相试样制备与显示技术》又付梓,可喜可贺。韩德伟非常谦虚,老是说这两本书都是“应用技术”,别人不愿意写我来“滥竽充数”。我看不然。应用技术的图书要有实践经验的人才能编写得出来,才能对现场实际工作人员有教育、指导和技术支持的作用。不重视应用技术就提不高科研、教学质量和产品品质,这是在我国近些年来的实践中证明了的。

中南大学出版社长期重视并真心实意地想在应用技术上下点功夫,组织出版了《铝合金及其加工手册》、《铜合金及其加工手册》都是填补我国空白的大型工具书,对我国铝和铜的加工业发

展及提高加工技术水平起到了推动、支撑和服务的作用。《金属硬度检测技术手册》，深受第一线从事金属力学性能检测工作的读者好评，第1次印刷3000册，很快售罄。《金相试样制备与显示技术》一书，在未出版之际，已有1200册订数，说明市场的需求。正在组织编写的《钛合金应用技术手册》，预计年内交稿……

我觉得中南大学出版社有远见卓识，我们国家太需要应用技术的图书啦，如果能把“应用技术”图书抓下去，对国家科技进步、教学质量提高和产品品质监控定有好处。

统计一下上述几种图书的作者，绝大多数是离退休的老教师、老专家和老工程技术人员。这些人，几十年从事专业工作，有深厚的理论知识，也有丰富的实践经验，还有运用文字整理资料的能力，像这样的离退休科技工作者，是国家的重要财富，不可小视。

另外，《金相试样制备与显示技术》一书的作者，一位是学校长年从事教学的老教师，另一位是多年从事金相制样用品生产的技术人员，二人结合在一起编书出版，应是理论与实际，学校与企业相结合的楷模。

田荣璋

2005年4月

前 言

多年来,笔者长期从事金相技术教学和实验室工作,在工作中深切体会到金相试样制备与显示技术对金属研究工作之重要。由于这属应用技术,常在相关图书中有简要介绍,很少见到专门讲述金相试样制备与显示技术的书籍。

现在,有了时间,笔者将过去多年收集的一些资料整理出来,又查阅一些相关图书、手册,加上多年工作中的一些体会和本书编写合作者无锡港下精密砂纸厂张建新厂长有多年制造金相器材的经验,合作编写成此书,供读者查阅,也是希望给相关人员一点方便和帮助。

全书除绪论外,分通论和各论两篇,通论是讲共性,金属材料金相试样制备与显示技术的基本机理;各论是对每类金属材料,如钢铁、常用有色金属(铝、铜、镁、钛、铅、锌、锡及其合金等)、粉末冶金(包括硬质合金)、粉末烧结材料、钢结硬质合金、金属陶瓷以及高温合金等,均分章、节地论述了有关试样制备及显示技术的特点。此外,对难熔金属、贵金属、稀有金属、半金属及其合金的金相试样显示也提供了与其相适用的浸蚀剂。为了使书内容更全面些,对上述金属材料及零件的低倍组织及缺陷试样制备及显示技术,也作了论述。总之,作者想努力地把书编好,内容充实实用,图文并茂,并使其具手册功能。

书中“举例”,有的是作者本人或作者所在单位同事的工作;也有的是从同行撰写的书籍或杂志或学会交流论文(资料)中择选的;还有的来自相关标准,想借此证明本书所述内容的有效和复现性,增加读者对本书内容的认同感。

本书内容适用于大、中、小型机械、冶金、金属材料加工厂金相室和与金属材料有关的高等院校、研究院所的工程技术人员、教师、研究生及高年级相关专业学生参考使用；亦可供作金相技术办班用书、技术人员等级培训、等级考试学习班作为教材选用。

本书的编写和出版，要特别感谢中南大学出版社及出版社原社长兼总编辑田荣璋教授给予的大力支持和帮助。在本书编写过程中，从选题至纲目设定，田教授都给予了具体的关心、帮助和指导；在审定时反复推敲、字斟句酌，认真修改直至定稿付梓。

上海材料研究所李炯辉高级工程师、北京有色金属研究总院王桂生高级工程师、湖南机械工程学会理化分会主任朱旭仁高级工程师、中南大学材料科学与工程学院及李红英教授、周善初教授、谢先娇高级实验师对本书的编写都给予了具体的关心和帮助；以及在编写本书时所用参考资料及学会交流论文的原作者、标准起草人和相关出版者一并表示衷心感谢。

由于编写人水平所限，不当和失误之处，祈请赐教和指正。

韩德伟

2005年1月于中南大学

目 录

绪 论	(1)
-----------	-----

第 1 篇 金相试样制备与显示通论

第 1 章 金相试样制备	(7)
1.1 试样取样与标记	(7)
1.2 试样镶嵌	(16)
1.3 试样磨光	(32)
1.4 试样抛光	(43)
第 2 章 金相试样组织的显示方法	(73)
2.1 光学法	(74)
2.2 浸蚀法	(75)
2.3 干涉层法	(90)
2.4 高温浮突法	(104)
2.5 磁性显示法及装饰法	(105)

第 2 篇 金相试样制备与显示各论

第 3 章 钢、铁金相试样制备与显示方法	(115)
3.1 钢和纯铁金相试样制备与显示方法	(115)

3.2	钢中非金属夹杂物显微评定试样制备与显示方法	(127)
3.3	工具钢碳化物分布评定金相试样制备与显示方法	(132)
3.4	钢的晶粒度检测试样制备与显示方法	(134)
3.5	铸铁金相试样制备与显示方法	(144)
3.6	不锈钢试样制备与显示方法	(153)
第4章 钢铁表面处理金相试样制备与显示方法		(161)
4.1	钢铁表面处理金相试样制备的特点	(161)
4.2	钢的渗氮层金相试样制备与显示方法	(163)
4.3	钢的渗硼层金相试样制备与显示方法	(174)
4.4	钢的渗金属层金相试样制备与显示方法	(176)
4.5	电镀层的金相试样制备与显示方法	(177)
4.6	热喷涂层金相试样制备与显示方法	(180)
4.7	激光及电子束表面合金化金相试样制备与显示方法	(186)
第5章 有色金属金相试样制备与显示方法		(188)
5.1	铝及铝合金金相试样制备与显示方法	(188)
5.2	铜及铜合金金相试样制备与显示方法	(205)
5.3	镁及镁合金金相试样制备与显示方法	(220)
5.4	钛及钛合金金相试样制备与显示方法	(226)
5.5	锌及锌合金金相试样制备与显示方法	(235)
5.6	铅及铅合金金相试样制备与显示方法	(240)
5.7	锡及锡合金金相试样制备与显示方法	(247)
5.8	镍及镍合金金相试样显示方法	(250)

5.9	铍及铍合金金相试样显示方法	(255)
5.10	锑、铋、锰金相试样显示方法	(257)
5.11	镉、铟、铊金相试样显示方法	(258)
5.12	锗、硒、硅、碲金相试样显示方法	(259)
5.13	难熔金属及其合金金相试样显示方法	(259)
5.14	贵金属及其合金金相试样制备与显示方法	(267)
5.15	钨系金属金相试样制备与显示方法	(271)
5.16	放射性金属金相试样显示方法	(273)
5.17	高温合金金相试样制备与显示方法	(274)
5.18	现场(大工件)金相检验面的制备与 显示方法	(277)
 第6章 粉末冶金制品试样制备与显示方法..... (280)		
6.1	硬质合金金相试样制备与显示方法	(280)
6.2	钢结硬质合金金相试样制备与显示方法	(285)
6.3	粉末冶金制品金相试样制备与显示方法	(287)
6.4	金属陶瓷试样制备与显示方法	(294)
 第3篇 低倍组织及缺陷试样制备与显示		
 第7章 钢的低倍组织及缺陷试样制备与显示方法 (299)		
7.1	试样截取	(299)
7.2	试样侵蚀	(300)
 第8章 有色金属合金低倍组织及缺陷试样制备 与显示方法 (309)		

8.1	铝及铝合金低倍组织及缺陷试样制备与显示方法	(309)
8.2	铜及铜合金低倍组织试样制备与显示方法	(315)
8.3	镁及镁合金低倍组织及缺陷试样制备与显示方法	(319)
8.4	钛及钛合金低倍组织及缺陷试样制备与显示方法	(323)
8.5	锌、铅、锡及其合金低倍组织与缺陷试样显示方法	(325)
8.6	锑、铋及其合金低倍组织与缺陷试样显示方法	(327)
8.7	高熔点金属及其合金低倍组织与缺陷试样显示方法	(328)
8.8	贵金属低倍组织与缺陷试样显示方法	(328)
第9章	铁基、镍基高温合金低倍组织显示方法	(330)
9.1	试样选取与制备	(330)
9.2	试样浸蚀	(330)
附 录		(332)
附录1	安全、环保、技术注意事项	(332)
附录2	常用以提出者命名的试剂表	(334)
附录3	着色浸蚀与热染显示	(339)
附录4	常用制备浸蚀剂的化学药品	(350)
附录5	金相检验(试验)技术标准目录汇编	(354)
主要参考文献		(362)

绪 论

1864 年英国科学家索尔拜(H C Sorby)首创了在显微镜下观察金属材料微观形貌的方法。他的成就在于开创了利用光学金相显微镜和试样制备及显示技术方法,从而打开了人类认识研究金属微观世界的大门。多少万年来,人类只能依赖眼睛的自然鉴别能力(人眼鉴别能力 D 值在 $>0.15\text{ mm}$)认识客观物体。自显微镜应用以后,通过显微镜能观察认识远远小于人类眼睛自然鉴别能力的细节。随着科学技术的进步与发展,金相显微镜不论在结构上和光学系统上都有了很大的改进。但因为光学金相显微镜受到光源波长和观察对象细节衍射效应以及透镜成像的物理规律所限制,发展到现在其鉴别能力 D 值约为 $2 \times 10^{-4}\text{ mm}$ ($\sim 200\text{ nm}$),有效放大倍数在 1000 倍左右。

20 世纪 30 年代出现了电子显微镜,电子显微镜是采用比可见光波长短很多的电子波作为光源,其分辨本领远远超过了光学显微镜,其鉴别能力已能达 $0.3 \sim 0.5\text{ nm}$,即与金属点阵中原子间距相当,可以使晶体薄膜样品中周期性的点阵平面、原子面或晶面得到清晰的观察。此外,微观形貌分析的仪器还有更新的发展,从光学显微镜(OM)发展到电子显微镜(TEM)、扫描电镜(SEM)、场离子显微镜(FIM)和扫描激光声成像显微镜(SPAM)等。其他还有如图像分析仪,高、低温显微镜、高压电镜等等。

在金相学研究中正是利用这些新仪器才得以研究金属及其合金的微观组织以及在高、低温下,在受各种外力作用下微观组织相应发生的变化规律。

这些金属微观形貌结构分析仪器结构精密、操作复杂,设备

投资和维护费用大,目前仍属贵重仪器设备。光学金相分析技术的主要工具是金相显微镜,从研究微观组织及其结构特点,人们把光学金相显微镜和电子显微镜以及场离子显微镜等都归纳入金相学的研究范畴,但它们间鉴别能力和有效放大倍数差别很大,请参见下图 1 所示。

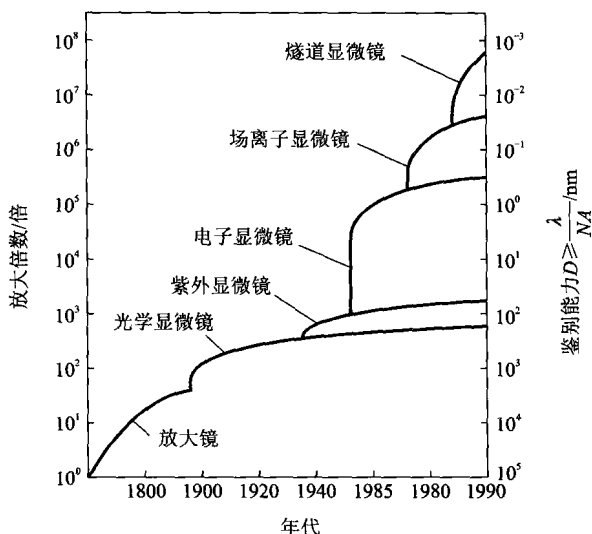


图 1 金相微观仪器的进展

图 1 中鉴别能力 D 值公式应用为 $D \geq \frac{\lambda}{NA}$, 式中 NA 值为金相显微镜的物镜数值孔径, λ 为光源波长。数值孔径 NA 是反映物镜的集光能力, 集光能力与进入物镜之光线锥所张开的角度——孔径角有重要关系。根据理论的推算和试验证明: 显微镜对于试样上细节部分的鉴别能力, 主要决定于孔径角的大小, 孔径角大, 从试样上反射进入物镜的光线就越多, 使细节小的 1 级反射

极大值也能进入物镜,鉴别能力就高、呈像鲜明且清晰。在物镜上看到标有 0.20、0.65、0.95 等数值,即为 NA 值。 $NA = n \cdot \sin\varphi$ 式中 n 为物镜与试样之间的介质折射率; φ 为物镜孔径角的半角, φ 亦称为角孔径。物镜的孔径角一般不超过 140° ,因此 φ 一般不会超过 70° ,当角孔径 φ 为 70° 时则 $\sin\varphi = 0.94$,对于干系统镜时,介质为空气 n 为 1,当介质用松柏油时 $n = 1.515$,则其最大数值孔径 $NA = 1.42$ 。当介质用 α 一代溴萘为介质时 $n = 1.658$,最高数值孔径 $NA \approx 1.60$ 。

从以上简要讨论和图 1 中看出,其鉴别能力在 300 nm 左右,如用斜射光照明 $D \geq \frac{\lambda}{2NA}$,则鉴别能力可达 200 nm 左右。

而电子显微镜因为其电子光波波长很短,所以其分辨能力已能达 0.3 ~ 0.5 nm,有效放大倍数可达几十万倍左右。

光学金相显微镜和电子显微镜、场离子显微镜等,比较它们之间分辨能力和放大倍数差别很大,但由于光学金相显微镜比较简单,实用性大,应用最为广泛,因此至今仍是研究分析金属微观组织最常用的一种方法。通过这种方法使人们可以了解到金属微观组织的一些客观特征和通过某些工艺处理以后引起的组织变化规律,从而作为金属科学研究方法应用于机理探讨、新合金、新工艺的研究等诸多方面。特别是在应用于生产实践中时,是控制产品质量和监测与改进工艺的重要常规试验方法之一。

近些年国际金相学会议上提交论文中仍有相当比例完全用光学金相技术研究获得成果。或部分使用光学金相与电子显微术相结合开展研究工作。由此可见,尽管近代在科学研究中已更多应用电子显微分析技术,但光学金相分析技术应用仍然不会失去其应用的重要和广泛性。

在利用金相显微镜分析研究金属及其合金过程中,除科学合理地使用显微镜以及准确判定和分析外,应特别注意到研究和评