

苏联高等学校教学用书

金相实验室

E. B. 潘欽科 等著

冶金工业出版社

苏联高等学校教学用书

金 相 实 驗 室

Е.В. 潘 欽 科 Ю.А. 斯 卡 科 夫 К.В. 波 波 夫
Б.И. 克 里 米 尔 П.П. 阿 尔 申 齐 耶 夫 Я.Д. 霍 林 著

孙 一 唐 译

冶金工业出版社

出版說明

本書對下列問題作了系統而詳細的敘述：金屬和合金的金相分析方法，光學顯微鏡和電子顯微鏡檢驗用磨片的製備，金屬組織的顯露方法，在不同溫度下研究高倍組織和低倍組織的方法，定量金相法，金相實驗室的組織和設備等。書末附有金相試驗實用方法和數據。

本書是蘇聯高等冶金學校的教材，它可作我國高等冶金學校教學用書。本書對於工廠和研究機關金相試驗室的工作人員也是很實用的。

本書第三、第四兩章由鄭明新校閱，第七、第八兩章由吳兵校閱。

Е.В. Панченко, Ю.А. Скаков, К.В. Попов,
Б.И. Кример, П.П. Арсентьев, Я.Д. Хорин

ЛАБОРАТОРИЯ МЕТАЛЛОГРАФИИ

Металлургиялет (Москва-1957)

金 相 實 驗 室

冶金工業出版社出版（北京市燈市口里45號）

北京市書刊出版業營業許可証出字第093號

北京市印刷一廠印刷 新華書店發行

1960年1月北京第一版

1960年7月北京第二次印刷

印數精裝3,020（累計3,020冊）
平裝5,010（累計8,030冊）

開本850×1168, 1/32·500,000字·印張21張·插頁11個

統一書號 15062·2003 定價精裝2.90元
平裝2.50元

目 录

序言.....	1
前言.....	2
第一章 光学显微镜用显微磨片的制备.....	7
§1. 研究用样品的取样	7
§2. 试样的安装	8
§3. 磨样	12
§4. 试样的抛光	18
§5. 抛光的几种特殊情况	25
§6. 制备各种合金磨片的示范方法	26
§7. 在大型零件上不割切试样而直接制备显微磨片的方法	29
§8. 显微镜分析用金相磨片的质量鉴定	30
§9. 金相磨片的保存	31
第二章 金属和合金显微组织的显露.....	33
§1. 未浸蚀试样的研究	33
§2. 金属和合金显微组织的主要显露方法	35
§3. 金属和合金在溶液作用下显露显微组织的 基本原则和方法.....	37
§4. 合金的显微组织在溶液作用下的显露（化学浸蚀）	60
§5. 合金的显微组织在通以电流的试剂作用下的显露 （电解浸蚀）	128
§6. 在空气中加热并用着色法显露显微组织（热蚀法）	143
§7. 在熔盐作用下显露合金的显微组织	148
§8. 用离子冲击法显露金属的显微组织（阴极浸蚀）	149
§9. 用磁性金相法显露显微组织	152
§10. 根据二次转变时的体积变化显露显微组织	154
第三章 利用光学显微镜进行金属组织的研究.....	156
§1. 光的性能和金相磨片结构组份的光学性质.....	156
§2. 显微镜的作用原理	165
§3. 光学成像的误差或像差	170

§4. 光綫光学的分辨能力和有效放大倍数的極限	176
§5. 現代金相顯微鏡的主要构件	182
§6. 顯微鏡的結構	211
§7. 輔助設備及其使用	219
§8. 提高普通光学顯微鏡中光学对比度的几种方法	228
§9. 获得光学对比度的几种特殊方法	238
第四章 利用电子顯微鏡进行金屬組織的研究	270
§1. 电子顯微鏡的作用原理	270
§2. 印膜法和它的应用	281
§3. 試样准备方法和印膜制备方法的选择	299
§4. 制备薄膜-印膜的工艺	305
§5. 几种利用电子顯微鏡的特殊研究方法	320
§6. 真空裝置和电子顯微鏡工作所必需的其他設備	341
§7. 电子顯微鏡的使用	345
§8. 金屬电子顯微鏡研究的直接方法	381
第五章 在高于和低于 20°C 时研究金屬和合金显微組織的方法	385
§1. 在高温下研究显微組織的方法	385
§2. 在低于 0°C 时研究显微組織的方法	389
第六章 鋼、鑄鉄和有色金屬中的非金属夹杂物的測定方法	387
§1. 夹杂物的来源	387
§2. 非金属夹杂物的分类	389
§3. 非金属夹杂物的金相研究法	403
§4. 非金属夹杂物的分离和分离后的研究方法	435
第七章 定量金相法	443
§1. 鋼的晶粒度的測定	443
§2. 平面磨片上綫的長度的測定	451
§3. 合金相成分的測定	456
§4. 相界面和晶粒面的測定	459
§5. 体积內微粒数量的測定	461
§6. 多晶体試样中晶粒位向的金相測定法	465
第八章 金屬和合金的显微 X-射綫照相术	482
§1. 吸收法	483

§2. 衍射法	491
第九章 相和结构组份的硬度測量 (显微硬度)	495
§1. 仪器的结构和試驗方法	495
§2. 測定显微硬度的精确度和仪器的校准	510
§3. 某些因素对显微硬度試驗結果的影响	513
§4. 显微硬度法的应用范围	516
§5. HMT-2显微硬度計在选取显微分析試样时的应用	526
第十章 断口的显微鏡檢驗 (断口觀測法)	528
第十一章 宏观組織的研究方法	536
§1. 不破坏制件的宏观組織研究	537
§2. 取样和制样	537
§3. 显露宏观組織的試剂和方法	540
§4. 宏观組織的記錄方法	556
第十二章 照相术在金相研究中应用的特点	558
§1. 底片材料的选择	558
§2. 滤光器的应用	560
§3. 照相时曝光时间的确定	560
§4. 底片的显影	562
§5. 印象紙的选择	564
§6. 在金相实践中照相的某些特点	566
第十三章 金相实验室的組織和设备	568
§1. 工厂中央試驗室的平面布置	568
§2. 金相实验室的设备	571
§3. 材料	580
§4. 金相实验室工作的安全技术	582
参考文献	584
附录	597
表 I. 各种合金的电解拋光规范	598
表 II. 使用最广的几种含鉻酸的电解液	602
表 III. 某些鉻酸类电解液的調理规范	603
表 IV. 高合金鋼和合金拋光用的硫酸磷酸类电解液	603
表 V. 显露碳素鋼和鑄鉄显微組織用的試剂	605

表 VI. 显露合金鋼显微組織用的試剂	616
表 VI a. 显露合金鋼結構組份用的試剂和条件〔34〕	624
表 VII. 显露以鎳、鈷、鎢、鉬、鉻、鈦和鋳为基的 合金用的試剂	625
表 VIII. 显露銅和銅合金用的試剂	632
表 IX. 显露鋁、鋁合金和鉍合金显微組織用的試剂	638
表 IX a. 辨別鋁合金中常見各金屬相的方法	642
表 X. 显露鎂和鎂合金显微組織用的試剂的成分	643
表 X a. 砂型鑄造的鎂合金結構組份的显微鏡辨認法〔5〕	646
表 XI. 显露鋅和鋅合金显微組織用的試剂的成分	647
表 XII. 显露錫合金、鉛合金和軸承合金显微組織用的試剂	649
表 X III. 显露銀合金、金合金和鉑合金显微組織用的試剂的成分	652
表 X IV. 显露各种合金显微組織用的电解液的成分和浸蝕規範	654
表 X IV a. 18-8 型不銹鋼中相的選擇性显露电解浸蝕时 間的調整〔72〕	667
表 X IV 6. 不銹鋼中碳化物相和 σ -相的選擇性显露〔129〕	669
表 X IV B. 通过改变电解浸蝕規範的方法辨認高速鋼中 的碳化物〔72〕	670
表 X IV r. 用电解浸蝕法显露高速鋼中的碳化物相和金 屬互化物相〔79, 182〕	671
表 X V. 通过在加热下对結構組份采取选择性氧化的方法显露 合金的显微組織〔5, 6, 9, 52, 72, 89, 92, 144, 182, 190, 191〕	673
表 X V a. 用选择性氧化法显露灰口鉄的結構組份〔72〕	675

序 言

“金相實驗室”一書主要是介紹實驗方法問題，它是一本用途很廣的教材。本書可供初學金相學課程的學生，以及學習涉及金相檢驗法的各專業課程的學生使用。這些課程包括：金屬學和熱處理，金屬物理學，煉鋼學，鑄造生產，冶金過程研究。本書也可供冶金院校中作畢業論文的大學生和研究生參考。本書對目前研究金屬和合金顯微組織和宏觀組織所用的一切金相方法都作了說明。書中探討了試樣的製備方法和檢驗方法，以及使用的設備和材料。用了較多篇幅對實驗工作作了專門的說明，並列出了有關試劑和試樣製備規範的參考數據。

本書中有一部分字體是用小號字排印的。這樣，就把理論上較為複雜的或基本原理敘述很詳盡的材料區別出來。

在李甫希茨（Б.Г.Лившиц）教授執筆的那篇序言中，對本書作了一個概述。本書的第一章、第十章、第十一章和第十二章由波波夫（К.В.Попов）副教授編寫，第二章由潘欽科（Е.В.Панченко）副教授，第三章和第四章由斯卡科夫（Ю.А.Скаков）副教授，第五章和第九章由克利美爾（Б.И.Криммер）副教授，第六章由阿爾先齊耶夫（П.П.Арсентьев）副教授編寫，第七章和第八章由蓋沃龍斯基（Л.А.Гайворонский）編寫（第七章中的第5和第6兩節則由技術科學碩士阿夫拉莫夫編寫），第十三章由技術科學碩士霍林（Я.Д.Хорин）編寫。

參加本書某幾篇校訂工作的有：潘欽科，施列杰爾和斯卡科夫。

全體作者

前 言

金相学是在其奠基人安諾索夫 (П.П.Аносов) 和 切尔諾夫 (Д.К.Чернов) 的著作中, 作为一門用肉眼和借助显微镜观察金屬和合金結晶組織的科学而提出的。这門科学的内容由于倫琴 (Рентген) 和劳埃 (Лауэ) 的卓越發現而大大地丰富了, 因为这些發現能够从假設轉为对晶体原子构造进行直接研究。X 射綫照相术的出現为利用衍射方法研究金屬和合金的原子构造奠定了基础。正是为了这个目的, 目前正在利用中子衍射 (中子照相) 和电子衍射 (电子照相)。

本書只研究宏观和微觀組織檢驗法。通过这两种方法能够研究不同的結構組份, 也即各个晶体 (相) 或晶体群 (共晶体, 共析体等等) 的含量、大小、形状、顏色、位向和硬度。

研究試样的組織时, 除了用断口觀測法以外, 在任何情况下都必須在試样表面上磨平, 这就称为磨片。磨片的平面是用研磨和拋光的方法制成的。近年来, 由于磨料 (砂紙, 研磨膏等等) 和金屬电化学加工法的發展, 磨片的制备技术有了显著的改进。特殊机床的發展和电加工方法 (电火花加工和阳極机械加工) 的發明, 使金相檢驗法有可能在各种金屬和合金 (包括最硬的和最難加工的金屬和合金在內) 的生产中获得广泛的推广。在苏联的国定标准、部定标准和其他的技术条件中, 組織的檢驗具有驗收試驗的意义。在第一章中叙述了制备磨片这一重大問題。

在第二章中說明显露組織的方法。只有在不多的情况下 (浮彫拋光 [полировка в рельеф], 夹杂物的天然着色等等), 将磨片机械加工后可以直接在磨片上見到各个組織單元。要想尽可能地显露組織, 照例必須采用特殊的方法, 以便促使結構組份之間形成显明的差別。

化学浸蝕是最重要方法之一。化学浸蝕法可借助于制成溶液的各种試剂（用普通方法或通以电流），借助于熔盐，在空气中氧化或真空中氧化等方法来实现。化学浸蝕可促使各組織單元發生選擇性着色或選擇性溶解。而選擇性溶解的結果，在磨片表面上产生浮雕，这种浮雕在斜照明时特別清晰。用化学方法显露組織的理論目前仅处于發展初期。它是以电化学，关于腐蝕和氧化的學說所拟定的概念为依据的。第二章叙述在金相学問題上如何运用这些概念。在这一章中还介紹了真空蒸發法，离子冲击法和磁粉沉淀法。

显露后，便用肉眼和放大鏡（宏觀組織；第十一章）或借助显微镜研究組織。

光学显微镜檢查和电子显微镜檢查是金相实驗中極重要的部分。显微镜下的圖象是不是清晰，不仅取决于浸蝕方法，而且还取决于光学設備。第三章的开头部分叙述了結構組份的光学性質，这部分內容是和第二章相关联的。显微镜檢查的日趋完善是几何光学和物理光学發展的自然結果。为了了解現代显微镜的构造和使用方法，就需要掌握射綫光学和波动光学的定律，引用光的衍射和干涉現象来解釋影象中所产生的誤差（或象差）。应特別注意分辨能力和有效放大的限度，以及提高普通光学显微镜下的对比。在这个方面，詳細地討論了孔徑和像的浮雕，滤光器的作用和暗場照明。同时指出了构成对比的几种特殊方法（偏振法，变色法，相位对比法）和基于光化学过程的紫外綫显微镜檢查的运用方法。

电子光学和真空技术的建立和發展，大大提高了显微镜的分辨能力（提高了整整一級以上）。第四章中介紹的电子显微镜最近在金相实驗室中已占有巩固的地位，并且在工厂实驗室中越来越得到广泛的运用。利用光学显微镜的一般光学理論，很容易就能說明穿透式电子显微镜是怎样作用的。因此，在第四章中只談到电子显微镜与光学显微镜所不同的一些特点。

可以指出，利用目的物的反射和放射的直接法，目前还处在發展初期。攝取金屬試樣表面印膜的間接法，目前是金相学中普遍使用的一种主要的而又几乎是唯一的方法。本書用很大的篇幅来闡述这种方法。在第四章中不仅說明了电子显微鏡的高倍放大率，而且介紹了电子显微鏡的其他一些特点。电子显微鏡的視野深度很大，所以放大倍数極高，而在測定晶体的多棱度和位向时的效果就比用光学显微鏡要大得多。在这一章中还介紹了与运用电子显微鏡有关的电子照相法。

真空技术的發展使在高温和低温下研究显微組織也成为可能（第五章）。最近，低温实验室的建立对研究低温（一直到氦凝固的温度 [гелиевая температура] 为止）下的物理性能起了决定性的作用。目前金相学家們还很少利用这些条件。总的說来，在金相学和組織分析中运用这些条件的前途是大有希望的。

研究非金屬夹杂物的方法有着自己的特点，所以必須另辟一章（第六章）来研究。这种方法的独特性想必是这样的，即确定形成夹杂物的根源是所采用的方法的組成部分；方法本身及其使用（判断）的結果很难区别开来。因此，第六章的敘述性質和其余各章有些不同。在这一章中給出了研究的方法，分析的結果，此外还提供了从金屬試樣內析出的夹杂物的相分析。

在研究金屬和合金的晶体組織时早已利用定量分析的方法（第七章）。用这种方法測定晶粒度和晶界表面，不均質合金中某一相的体积含量以及晶粒的結晶位向。在敘述定量金相法的原理方面，我們只闡明作为定量金相法基础的几何学和統計学的一些原則。用定量分析和定性分析时，显露組織的方法几乎相同。定量金相学实验的特点多少补充了前几章中介紹的內容。

利用 X 射綫的吸收和衍射，构成了新的金相法（显微 X 射綫照相术，第八章）的基础。这个方法为研究金屬和合金晶体組織增加了可能性：即使經過拋光、化学浸蝕和其他作用后，根据浮雕和顏色仍分辨不清各相晶体，用这种方法就能显露晶体。此外，

这个方法能够使研究者对晶粒的形状和大小得到一个較完整的概念，因为通过这个方法有可能获得細薄試样的整塊体积上結構組份的投影（平面投影）。

目前显微X射綫照相法在科学研究工作中还用得很少，但值得在工厂实验室的实践工作中推广。

断口的显微研究法（断口观测法，第十章）也同样是这种情况。这种簡單的方法能够求出断口性質和强度（特别是热强度）之間的直接关系，我們觉得应当广泛应用这种方法。但由于解釋所得的結果很困难，因而这个方法有所障碍。实验人員常常不能判定在显微镜下观察到的断口棱角和晶体边界、鑲嵌塊、枝晶、各个晶体群之間有什么关系。

本書对断口观测法作了簡要的說明。書中还闡述了应用很广的显微硬度檢驗法（第九章），宏觀組織研究法（第十一章），以及显微照相的特点（第十二章）。在最后一章（第十三章）中，介紹了金相实验室的組織机构和設備，以及材料的配备。对工厂實驗室作了仔細的研究。在現有的参考文献中，这方面的問題闡明得不够，本書第十三章弥补了这个空白点。

第一章

光学显微镜用显微磨片的制备

在金相学中，把金属的显微镜检验理解为借助于显微镜对特意制备的平面——磨片——上的金属内部构造所作的研究。

本章将讨论供光学金相显微镜（可放大至2000—2500倍）研究用的试样的制备方法。供电子显微镜研究用的试样的制备特点，则在另一章中叙述。

显微镜检验用的表面——磨片，应仔细加工，务使达到镜面般的光泽。在加工过程中要除去突起在磨片表面上的金属粒子。不允许靠塑性变形来求得磨片的表面平整，因为这样会歪曲金属的组织。

§1 研究用样品的取样

在显微镜检验用的试样上选择割切地点时，必须遵循下列的要求：

1. 应当在制件当时最有价值的那部分上割取试样。
2. 从同一个目的物上选取的试样总数，应当尽量少，但必须足以可靠地解答检验时提出的问题。
3. 试样的形状和尺寸要便于磨片的制备和试样在显微镜下的检验。

最适合于制备磨片和进行显微镜检验的试样高度为10—20毫米，面积为1—2厘米²，加工表面呈圆形或正方形。有时为了便于比较研究起见，也有将试样制成其他形状的，而不考虑制备磨片时会遇到一些额外的困难。

从制件上割切试样，可以在普通的金属切削设备上进行。在

这种情况下，特別硬的材料要用細薄砂輪片切割。从大型零件上割切試样时，可以采用火焰切割法，但这时必須十分注意，不要使以后作磨片用的平面上的金屬受热。割切的地点离磨片的平面應該有相当的距离（对于热处理的制件，这个距离可达 50—100 毫米）。

在磨片机械加工时，也应規定相应的措施，以免試样受热。

最近已开始采用电机械加工法（或电蝕法）来割切和加工磨片，这将在第十三章中講到。

§2 試样的安装

研究細薄的制件时，如不采用特殊的装置，要进行試样的机械加工是很困难的。例如，在研究薄片、絲、刀具的切削刃等等制件的显微組織时，就会遇到这种情形。这时，应将所要研究的制件嵌装在与它不起作用的坚硬介質內，然后把組合試样当作一个整体来加工，而使制件上所需的截面吻合磨片的平面。

在自动磨床上进行加工时，試样要經過專門的安装，以便把試样固定于磨床的夹持装置上。

为此目的，螺絲夹（圖 1）是最簡單装置之一。試样如果是一束薄片，則装在螺絲夹中加工尤为方便。为了更好地保持試样的边緣，在薄片之間可放一些金屬垫片。例如，在鉄制試样之間最好放入銅制垫片。

在浸蝕前应将經過加工的試样从螺絲夹中取出，洗滌后加以浸蝕，隨即逐个进行研究。

試样如果是一束薄片，也可以不装在螺絲夹中，而用 $\delta\Phi-2$ 胶把薄片粘起来。准备粘合的表面应当用汽油洗滌，以清除上面的油污，然后塗一層胶。待表面上第一層胶干了以后，再塗上一層，然后用虎鉗或小型螺旋夹鉗夹紧。等胶凝固以后，建議将这組試样在溫度 100° 下加热 2—3 个小时（例如在水中加热至沸騰

溫度)。用这种方法粘成的試样具有很高的强度，可以用任何方法加工，能当作一个整体来浸蝕，供我們在显微镜下研究。

在薄片的表面上制备磨片时，可用 5Φ-2 胶将試样粘在适当形状的垫板上，然后用普通方法进行加工。

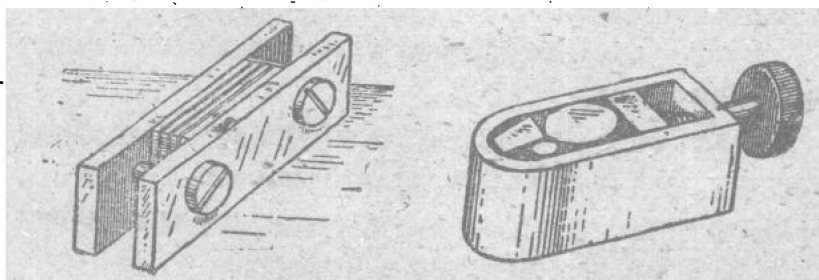


圖 1 夹小型試样用的螺絲夹

a-夹薄片試样用；b-夹塊状試样用。

利用易熔合金和硫黃来灌注小型試样，是普遍使用的一种方法。将金屬环放在金屬或玻璃的光滑表面上，在金屬环的内部放上試样，之后用易熔合金或熔化的硫黃灌滿金屬环的空間(圖 2，a)。試样以后便与灌注材料和金屬环一起加工，一起浸蝕，并在装配状态下送到显微镜的样品台上。灌注法的最大缺点是試样必然会受热(如果使用硫黃，可达到 120—125°)。

采用易熔合金有时会妨碍对試样組織的研究。試样浸蝕时，試样周圍的灌注材料便起电化学护屏保护的作用。在这种情况下，

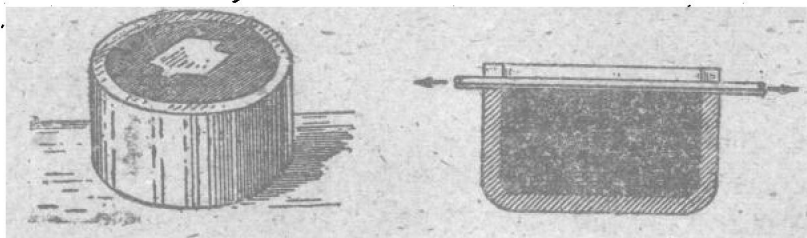


圖 2 安裝試样的各种方法

a-灌注在金屬环內；b-安裝鋼絲的裝置。

灌注材料本身受到严重的浸蚀，試样的寬厚截面浸蚀过度，而直接与灌注材料接触的邊緣部分（或細薄的試样），仍浸蚀不足。

此外，灌注材料会弄髒拋光輪。將金相試样嵌裝在塑料內的方法有很多。但其中大部分方法都需要使試样加热，只有几种方法是在室温下完成的。

塑料不受显露显微組織用的普通浸蚀剂的破坏，而且污染拋光盤的程度也較輕。

如果試样在安裝时能够受热，那末使用酚醛塑胶和热熔性塑料很方便。为了压制試样起見，需要一台压力机和几个与試样尺寸相适应的压模，以及預热压模用的加热爐。測量溫度时利用温标从 100 到 150° 的溫度計或帶热电偶的毫伏計。

压制时可以使用任何一种功率不大的压力机，以及机械加負的布氏硬度計。

这时必須制造一根輔助杆，将它固裝在布氏硬度計上代替鋼球的压头（圖 3，a）。

將需要压制的試样放入底模內，周圍填滿酚醛塑胶粉，然后在压力下进行加热（圖 3，a）。經過一定時間后，去掉压力，从底模內取出热态的压制試样。

有一种不用压力將試样固裝在酚醛塑胶中的方法〔1〕。这种方法是利用液态（在室温下）酚醛塑胶提出物。灌注材料在 $85-90^{\circ}$ 下加热 12 小时（最后 2 小时將加热溫度提高到 $120-125^{\circ}$ ），便發生凝固。

可以在加热时把試样压入某些热熔性塑料內——例如，聚苯乙烯、以纖維素为基的各种材料等等。使用热熔性塑料，要求压合物和底模一起快速地冷却。

有一些方法建議將小型試样灌注在聚合树脂內。其中之一就是用 2-甲基丙烯酸甲脂、苯乙烯或乙烯基的其他衍生物（加上相当于單体重量 $0.05-0.2\%$ 的过氧化二苯甲醯作活化剂）来灌注試样。將置于密閉器皿或焊死容器內的灌注材料放入恒温器內，