

金相浸蚀手册

〔西德〕岗特·裴卓 著

李新立 译



科学普及出版社

金相浸蚀手册

[西德] 岗特·裴卓 著

李新立 译

赵锡霖 方佩刚 校订

科学普及出版社

内 容 提 要

本书讨论 56 种金属元素和 8 种非金属陶瓷材料的金相制作技术及低倍宏观与高倍显微组织的研究和检验方法。其中介绍金相浸蚀剂及其有关试剂组成,试样制备技术,试剂配制技术,各种检验方法等知识。到目前为止,这是介绍金相操作技术方面比较全面的一本手册。尤其是稀土元素、放射性元素和氧化物、硼化物、磷化物、硫化物等,以及特种陶瓷和金属陶瓷的金相研究方法在以往出版的著作中介绍不多。

本书适于各工矿企业,高等院校的广大工人、研究人员和有关专业师生参阅。

Metallographisches ATZEN

Günter Petzow

金 相 浸 蚀 手 册

[西德]岗特·裴卓 著

李新立 译

赵锡霖 方佩刚 校订

责任编辑:任杏华

封面设计:王维娜

*

科学普及出版社出版(北京白石桥紫竹院公园内)

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

中国科学院印刷厂印刷

*

开本: 787×1092 毫米 1/32 印张: 4 7/8 字数: 104 千字

1982 年 8 月第 1 版 1982 年 8 月第 1 次印刷

印数: 1—8,800 册 定价: 0.44 元

统一书号: 15051·1032 本社书号: 0328

出版者的话

《金相浸蚀手册》(Metallographisches Ätzen)是西德金属学会会长斯图加特大学教授岗特·裴卓(Günter Petzow)所著。1980年岗特·裴卓将该书赠送给北京钢铁学院赵锡霖教授,以促进中德科学技术交流。1981年4月岗特·裴卓教授应中国科学院金属研究所邀请来我国讲学,此书为基本参考资料。

为继续促进中德科学技术的交流与合作,我社应中国科学院金属研究所所长师昌绪、庄育智教授的要求,特于1981年6月出版《金相浸蚀手册》。

前 言

自 1957 年《浸蚀手册》最近版问世以来,材料科学领域发生了深刻的变化。现代新兴工业的发展和新技术的应用,促使许多新材料出现。这些材料的结构和性质首先必须在金相实验室的研究和实践中加以阐明和验证。金相制备技术也应与此适应:从手工制样方法过渡到能重复的、自动化的制备方法。这些新方法尽管尚未完善,却已取得显著成效。所有这些,当然会影响本版的内容和范围。新旧版本相比仅有一部分相似,故重新更名为《金相浸蚀手册》与读者见面。

书中除介绍现代化方法和制备技术说明外,还收集增补了大批新材料品种——从飞机、反应堆和火箭用的高效能金属材料,直到日益广泛应用的金属陶瓷和特殊陶瓷材料所需的光学显微镜检验技术。本版保留了前版那种行之有效的配方编排方法,按材料类别分列,这样易于明了类似材料范围内配方的替换、改变和联合使用。

由于文献中有关金相试样的资料甚多,而且有些互相矛盾,因此,在选择制备配方时,主要依靠自己的经验。特别注意到要使配方适合缺乏贵重设备的中、小型金相实验室。故所选用的配方是简便、可靠的,而不选用复杂的、很不可靠的和少经考验的数据。

岗特·裴卓

1975 年 11 月于斯图加特

作者为中文版写的序

许多现代化技术的实现往往取决于材料的质量。因此材料科学属于现代的领先科学。其中特别重要的是结构组织(显微组织)和性质之间的相互作用。众所周知,这种知识不仅对应用金属研究方面,而且也对材料控制方面的许多问题都很重要。

在材料的结构组织研究中,特别是金属和合金的研究,金相学,亦即优先使用光学和电子光学方法,定性和定量地描述金属结构组织的研究,日益重要。

中国科学院沈阳金属研究所,以金相学为中心课题的暑期训练班也可说明金相学作为金属学主要组成部分,有何等重要的意义。根据中国科学院和马克思—普朗克科学促进协会的协议,1981年5月在沈阳举办此次暑期训练班。其间得蒙 Bühler 教授, Elssner 博士, Hougady 博士, Wellner 博士友好的支援。我对美国 A. Buchler 公司和德意志联邦共和国 Ernsf Leitz 公司为训练班提供仪器, Jeschke 夫人以及 Nelson, Beer 和 Kristen 诸位先生在试验中的助理,深表谢忱。

特别感谢金属研究所所长师昌绪教授和庄育智教授以及他们的同事们所做极为完善的准备。没有他们的帮助,训练班恐无法举行。我也应感谢科普出版社社长汪浩先生及诸位先生们如此迅速出版拙著的中文版。对李新立先生的翻译和赵锡霖教授、方佩刚先生的校对表示感谢。



(1981年5月于沈阳)

Dieses Buch widme ich
allen meinen chinesischen
Kollegen und Freunden

Günter Pöcher

谨将此书贡献给我的所有
中国同事和朋友们

岗特·裴卓

目 录

第一章 金相试样制作技术简介.....	1
取样	1
夹持	3
标记	7
研磨和抛光	7
机械研磨和抛光.....	8
显微切片机切割.....	16
电解研磨和抛光.....	16
化学抛光.....	20
综合抛光方法.....	21
自动研磨与抛光.....	22
抛光方法的评价.....	23
清洗	24
浸蚀	25
光学浸蚀.....	26
电解(化学)浸蚀.....	26
物理浸蚀.....	30
可重复浸蚀.....	30
浸蚀名称和术语.....	32
无损金相检验	37
第二章 金属材料金相试样的制作.....	38
Ag 银.....	38
Al 铝.....	41

Au	金	46
Ir	铱	46
Os	锇	46
Pd	钯	46
Pt	铂	46
Rh	铑	46
Ru	钌	46
Be	铍	51
Bi	铋	54
Sb	锑	54
Cd	镉	56
In	铟	56
Tl	铊	56
Co	钴	57
Cr	铬	61
Mo	钼	61
Nb	铌	61
Re	铼	61
Ta	钽	61
V	钒	61
W	钨	61
Cu	铜	66
Fe	铁、钢和铸铁	72
Ge	锗	79
Se	硒	79

Si	硅	79
Te	碲	79
A _{III}	B _V 和 A _{II} B _{VI} 化合物	79
Hf	铪	82
Zr	锆	82
Hg	汞合金(汞齐)	84
Mg	镁	85
Mn	锰	89
Ni	镍	90
Pb	铅	96
Pu	钷	99
Th	钍	99
U	铀	99
SE	镧和稀土金属(镧族元素)	101
Ce	铈	101
Dy	镝	101
Er	铒	101
Eu	铕	101
Gd	钆	101
Ho	钬	101
La	镧	101
Lu	镥	101
Nd	钕	101
Pr	镨	101
Sm	钐	101
Tb	铽	101

Tm	铥	101
Yb	镱	101
Sn	锡	102
Ti	钛	105
Zn	锌	109
第三章 特种陶瓷和金属陶瓷材料试样的制作		113
氧化物		114
碳化物		118
氮化物		121
硼化物		123
磷化物和硫化物		124
金属陶瓷材料 (Cermets)		124
铁上的氧化铁表层		126
第四章 附录		128
a) 使用危险(毒)物注意事项		128
b) 化学药品一览表		130
c) 文献		136
安全和毒物学		136
通论和摘要		137
金相制样		138
手册、汇编和图表		140
以金相学为主要内容的期刊		140
d) 订货地址参考		141

第一章 金相试样制作技术简介

金相试样制作方法很多而且各不相同。这是由于所研究的材料数目和种类繁多所致。另外还要顾及老配方、新配方、专利所有权以及仪器方法的进展。所有这些使金相试样制作难于概括。尽管如此,在列举具体配方之前,还应从原则上说明一些相互关系。但满足所有要求的“万能方法”尚付阙如。

金相试样的制作包括一系列制备步骤(取样、夹持、标志、研磨、抛光、清洗和浸蚀),各有多种方法可供采用。

尽管大多情况下所有步骤不需要都做,但每种金相试样的制作需经多种制备步骤。同时,每一步骤的质量对下一步骤乃至对金相组织的检验都有很大影响。

一个适于宏观和微观观察的良好金相试样,对所检验的材料,必须具有代表性的、边缘清晰而且平整的表面,能够清晰地看清金相组织,并且不允许有由制作而引起的变化,如变形、剥落、划痕和抹糊。

所有固体材料基本上都可能制成良好的金相试样,但往往费用很多。

即使对于经常性的检验工作,金相试样的表面状态也要保证对金相组织得出可靠的结论。

取 样 (图 1)

所要研究材料的选择和取样为制作金相试样的第一步骤,但其意义特别重要:如选样错误,则检验的其它过程无法改正,取样不当,则很难纠正。

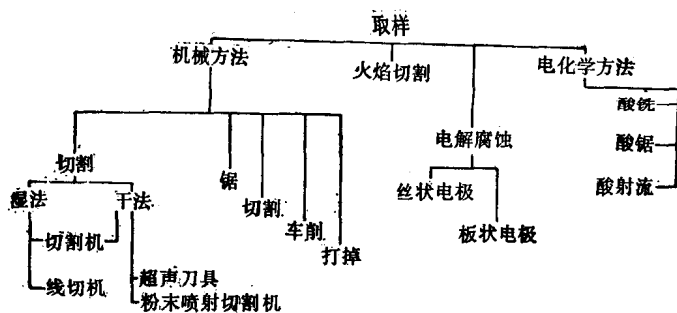


图 1 金相取样方法

取样时要尽可能作到使试样的分离表面适于研磨面进一步加工。必须避免采用使材料有严重变化的取样方法。

这些变化一方面会使裂纹、剥落以及类似缺陷重新形成和扩大，另一方面会由于升温而导致再结晶、回火和熔化过程。采用惰性润滑剂和冷却剂(水、油、压缩空气等)基本上可减少这些变化。

采用火焰切割和机械方式取样时(除分离面掀开外)，分离面难免有较大的变化。因此，切取的试件(粗试件)的尺寸要大一些，以使所需制作的金相试样处在不受影响的状态。然后，从这工件上节约材料的取样。可采用机械切割、电火花和电解切割等方法。这样，试样表面质量就可达到细磨阶段，有些可达到抛光阶段。应力求使用节约材料的方法直接取样，而不使用粗试件的间接方法。这种方法成本高，费时间，一般是特殊情况下(单晶、半导体、脆性材料)才用。

唯有用电动圆盘切割是一例外。按试样不同的厚度，切割时间从几秒到几分钟，这种方法现已普遍采用。所需切割圆盘的材料有氧化铝、碳化硅、金刚石等，该切割粉末粘结剂有橡胶、塑料等。切割材料颗粒按其从粘合剂中脱落的难易，有“软”盘(磨损较大)或“硬”盘(磨损较小)两种。

一般规律：对硬质材料切割使用软盘，对软质材料切割使用硬盘。

夹 持 (图 2)

在试样小得难以用手处理、很软、易破、多孔以及要求晶界边缘清晰时，需用夹持器。此外，如几个试样拼接成一个金相试样或者在自动操作的研磨机和抛光机上进一步处理时，则非用夹持不可。

大多情况下，切割以后才进行夹持。但有些情况下，例如在检验大量小零件时，最好在切割前就夹好。夹持方法应容

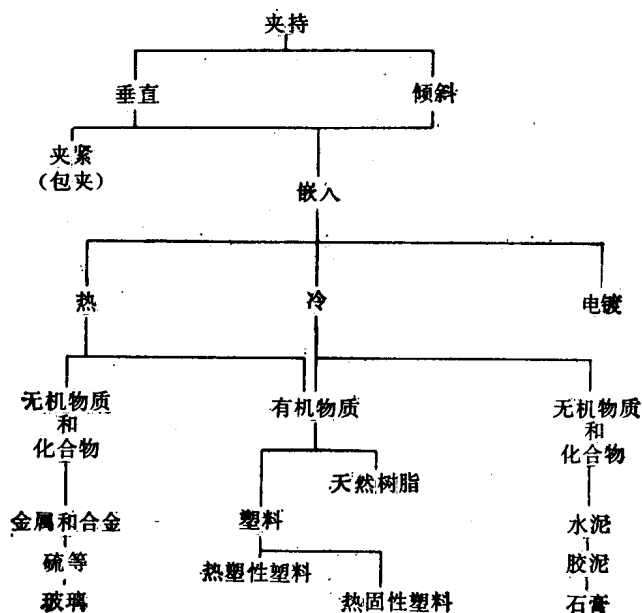


图 2 金相试样夹持方法

易适应各种困难条件。实践中,夹持方法很多,但可归结为两种基本形式。

在夹具或夹板中固定试样,特别适于尺寸相同工件的成批检验(图3)。夹具材料主要用容易加工的钢、铝合金和铜合金。试样和夹具需相互配合,确保在随后的研磨和抛光时,不会出现磨损不一,浸蚀时不会出现假组织。

为了减少夹具作用到试样上的压力,最好在试样和夹具之间夹上弹性垫层(例如软木或橡皮),否则就会出现变形。但这些垫层可能增加制备困难,因垫层本身与试样和夹具之间的缝隙因吸附研磨、抛光材料和溶剂,很难去除,而且易使试样表面失真。

将试样嵌入或铸入塑料中,是目前最好和最广泛采用的夹持方法。

按嵌入过程中是否发生较高的升温,分为“热”和“冷”的嵌入:

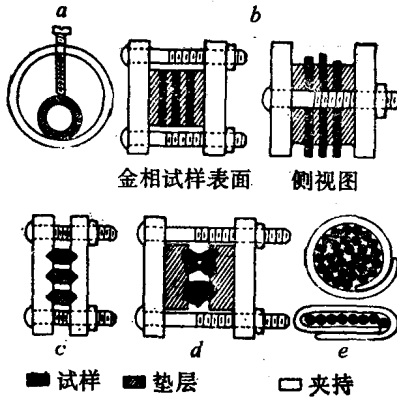
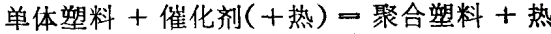


图3 试样夹持举例:

a—管件截断; b—板; c—棒; d—不规则工件; e—线材

热嵌时，需使试样和嵌入剂加热，并需加压力负荷的装置。

冷嵌时，大多用两种物质(单体塑料 + 催化剂)搅成液体或浆，注入已放置试样的嵌模内(塑料)，变为一种固态物质(图4)。变硬过程中需有较小的负压，例如在干燥器中用水流泵很容易产生负压，这可使试样中的细裂纹和空隙也被填满，而且有很快排除由于嵌入剂搅拌所引起的空气泡的优点。这种所谓的浸渍法，优先用于粉末冶金试样和陶瓷。

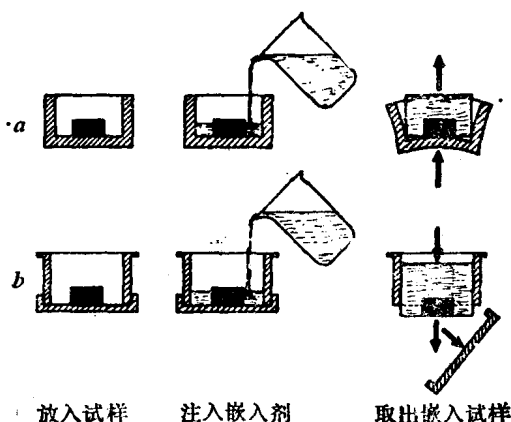


图4 金相试样的冷嵌

a—塑料模；b—塑料制成的刚性模

检验薄层试样时(扩散区、覆盖层及其类似薄层)，则用斜磨片技术(斜角磨片技术)较为优越。为此，最好将试样与正常试样平面成一斜角，如图5示意。用此措施，则可得到与角度有关的所要检验区域的扩展宽度(表1)。

对热嵌和冷嵌物质的最重要要求如下：

要和试样、嵌入模和腐蚀剂不发生反应。在嵌入过程中，要有良好的粘度，并且随后不生气泡。要凝固收缩较小，并对试样有良

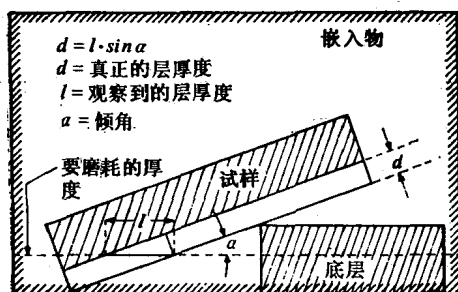


图5 为使薄层扩展的斜磨片技术

好的粘附性。要和试样材料有相似的研磨和抛光性质，并对以后所用的所有试剂有化学稳定性。

薄层扩展与磨片角度的关系(参见图5)

表1

薄层扩展	磨片角	薄层扩展	磨片角
25:1	2°20′	5:1	10°30′
20:1	2°50′	2:1	30°
15:1	3°50′	1.5:1	41°50′
10:1	5°40′		

市场上所售热塑塑料和热固性塑料两大类中的许多塑料可以满足上述要求。热塑塑料即使在反复加热之后，在特定温度范围内依然保持塑性；而热固塑料在热压和/或催化剂作用下硬化后则不再变软。

加入金属添加剂，例如银粉，可使塑料导电，这是对试样以后进行电解抛光的前提条件。对硬化的嵌入剂，进行穿孔一直到试样，并通入一根电导体，能达到同样目的。

加入陶瓷添加剂，例如氧化铝粉，可提高塑料的硬度，这就使试样和嵌入剂之间的研磨和抛光性质一致，从而导致更高的边缘清晰度。

如试样和嵌入剂之间形成过大的收缩缝隙，建议先在试样上