

金相显示剂手册

[苏]B.C.科瓦连科 著

李云盛 郑运荣 译

国防工业出版社

TG 115.21-62

K

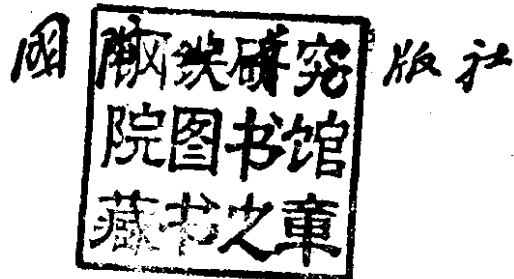
37

C.1

金相显示剂手册

〔苏〕B. C. 科瓦连科 著
李云盛 郑运荣 译

GT21/14



210229

内 容 简 介

本书根据俄文版《金相显示剂手册》第三版译出。手册中介绍了255种显示金属和合金的低倍和显微组织的金相显示剂的成分、特点和操作方法，并对用于同一目的的各种试剂作了比较，同时对各种试剂的性能作了概略的介绍。

本手册可供工厂金相试验室、科研机构、高等院校从事金相工作的人员使用，对电子显微镜、X射线显微探针及金属材料 and 金属物理方面的研究人员也有参考价值。

МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКИЕ РЕАКТИВЫ

СПРАВОЧНИК

В. С. КОВАЛЕНКО

«МЕТАЛЛУРГИЯ» 1981

*

金相显示剂手册

〔苏〕В. С. 科瓦连科 著

李云盛 郑运荣 译

*

国防工业出版社 出版

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

国防工业出版社印刷厂印装

*

787×1092¹/₃₂ 印张 5 104千字

1983年6月第一版 1983年6月第一次印刷 印数：0,001—8,400册

统一书号：15034·2532 定价：0.53元

译 者 序

70年代以来,材料科学发展迅速。金相技术的应用也越来越广泛。现代的金相技术不仅用来研究金属与合金的显微组织,而且在陶瓷、塑料、印刷电路和一些电器元件中也开始应用。“金相学”将被“材相学”这一更加广义的名词代替。面对种类繁多的材料,如何选择合适的显示剂,清晰地显示各种组织的组分是金相工作者急待解决的问题之一。

近几年,高分析速度自动金相定量系统的出现使显微组织的定量分析速度大大加快,于是快速、准确、高反差的金相显示技术成了关系定量系统能否充分发挥作用的关键问题。显然,金相学早期所用的显示相的方法达不到定量系统所需的反差要求。以后随着复杂合金系统的出现,用金相方法进行相区分和相鉴定的工作也得到普遍的开展,单相选择性显示、叠加浸蚀和着色浸蚀的应用渐渐普及,然而仍远远满足不了金相技术高速发展的要求。

目前,金相显示技术的发展日臻完善。除了利用金相显微镜的特殊附件对不加显示的抛光磨片用暗场、偏光、相衬、干涉对比等光学显示技术外,还用化学浸蚀、恒电位电解、热染等化学和电化学显示技术及离子蚀刻和真空蒸镀干涉层等物理显示方法。上述三类方法的相互配合较好地解决了试样上各种相的着色显示问题,是彩色金相和定量金相的发展基础。

IV

尽管金相显示方法很多，但化学显示仍是最基本的和应用最广泛的方法。本手册是金相试样的化学显示剂手册，对收集的 255 种金相浸蚀剂的配制、使用方法和应用范围均作了介绍，特别是对化学着色浸蚀技术作了较详细的介绍，读者可根据不同的显示目的在书后的索引中查出所需的浸蚀剂。

书中介绍的显示剂是他人工作中用过的，欲在自己的工作中收到良好的效果，尚须通过自己的工作实践不断总结经验。

由于水平所限，译文中不妥之处，请读者指正。

译者 1982 年 3 月

目 录

化学浸蚀显示剂	1
试剂的性能	135
参考文献	140
显示剂应用索引	147
人名索引	153

化学浸蚀显示剂

№1

硝酸

100毫升

酒精

0~100毫升

最佳的溶液浓度应为0.5~6%。这种显示剂很早就有过介绍^[1]，但至今仍在实际金相研究工作中广泛采用。这种显示剂能清晰地显现各种状态的碳钢、低合金钢及普通铸铁和铁合金的显微组织。

配制显示剂时建议只使用化学纯的酸。根据金属的本性和状态以及显示剂的浓度，浸蚀时间可由几秒钟到几分钟。为了减缓浸蚀，其溶剂可采用戊醇或甘油。

该显示剂能浸蚀低碳钢中的铁素体晶界，几秒钟的短时浸蚀，就能清晰地显示三次渗碳体，同时能区分渗碳体和铁素体，浸蚀反差特别大。在几秒钟内采用多次反复浸蚀抛光可以显示铁素体单个晶粒或部分晶粒的取向及铁素体的浸蚀图象。2%的溶液可用来确定变形铁单晶体的位错组织。

这种显示剂能显示热处理钢中的珠光体、索氏体等组织，但不能浸蚀碳化物。对高速钢和高锰钢来讲，能显示碳化物相和奥氏体晶界。该显示剂可用来研究变压器钢和不锈钢的浸蚀图象以及显示铝和锰含量高的非磁性钢的一般组织。浸蚀淬火碳素钢时，建议采用戊醇作溶剂，此时奥氏体被呈淡黄色、索氏体和屈氏体为棕色，而马氏体不浸蚀。为了确定

奥氏体和马氏体间之差别，可采用甘油代替酒精。

该显示剂被广泛地用来浸蚀钢的各种镀层，如镀锌层和镀锡层等，也可用来研究氮化、渗碳等化学热处理后钢的表层组织。经 20~30 秒钟浸蚀后，可使共析氮化铁和氮化铁 (Fe_4N) 着色。

浸蚀铸铁时，能清晰地显示金属基体的组织，磷化物共晶体不浸蚀。硅铸铁建议采用 2% 的戊醇硝酸溶液。为了区分磷化物共晶体中的渗碳体和磷化物，磨片应首先用 3% 酒精硝酸溶液浸蚀 10~15 秒钟，然后迅速加热到 250~350°C (在 3~5 分钟内) 并快速地置于水银槽中冷却。结果磷化物所着的颜色要比渗碳体更黑一些。区分 Fe-Cr-C 合金中的碳化物相时，用 2% 的溶液浸蚀后，建议将磨片放入 520°C 的炉中保温 25 分钟，然后将磨片置于金属板上冷却。结果奥氏体分解产物着成灰蓝色，斜方碳化物 $(\text{Fe}, \text{Cr})_3\text{C}$ 着成砖色，三角碳化物 $(\text{Fe}, \text{Cr})_7\text{C}_3$ 保持光亮。暗黑的渗碳体与光亮的碳化铬极易区别⁽⁴⁾。

综合浸蚀方法建议用来显示锰铸铁中组织成分和化学不均匀性⁽⁵⁾。将经 2% 溶液弱浸蚀的磨片加热到 250~300°C，使表面呈黄紫罗兰色或黄浅蓝紫罗兰色。此时，渗碳体为紫罗兰色或蓝紫罗兰色，碳化硅铁呈浅黄色，珠光体呈棕色或浅蓝色，马氏体呈暗棕色，奥氏体呈浅黄棕色，而铁素体不被浸蚀。

白口铁经两次浸蚀可以显示出共晶渗碳体和二次渗碳体间的边界⁽⁶⁾。这种显示剂能清晰地显示出许多有色金属和合金的一般组织，包括锡、铋、铅及 Sn-Pb、Sn-Zn Sn-Cd 和巴比特等类型的合金。此时含大量锡的基体变黑，而金属

间析出物则保持发亮。2~5%的溶液还可以用来显示砷、铋、钨、镁、铈、钼和其它金属化合物，其中还包括有铌和钽。在大多数情况下，可以显示阿尔尼铁镍铝合金、阿尔尼柯铁镍铝钴合金、安柯铝镍钴合金的低倍组织以及这些合金铸态和热处理状态的组织^[154]。但磨片最好用甲醇和丙酮清洗。线纹浸蚀铝单晶体可用33%溶液^[145]。硝酸的氧化性能可以用来显示铋单晶体内的位错^[63]。

3~10%硝酸酒精溶液用于浸蚀硅铁、镍铁、铝铁及其他铁合金。在这种情况下，浸蚀时间应增加到几分钟。

该显示剂能使钨的磨片表面很好地钝化，从而易于进行显微镜研究。此时，建议用2~5%溶液浸蚀2~3秒钟来显示杂质相夹杂物及使用10~15%溶液浸蚀15~40秒钟来显示 $(\alpha + \beta)$ 变质组织^[194]。

浓硝酸能层次分明地浸蚀镍及其合金。显示镍及其合金组织中的位错时，建议在浓酸中浸蚀2~3次，每浸蚀一次都要用水清洗。浸蚀时间可通过试验确定。经预热的硝酸在2~3分钟内能显现钨合金组织。

2~6%的硝酸酒精溶液在国内和国外的文献中有时叫作尼达尔(Nital)。

№2

硝酸

100毫升

水

0~100毫升

10~25%的水溶液广泛用于显示碳钢和合金钢的低倍组织。大的表面应在冷态用棉团进行擦蚀或浸入腐蚀3~30分钟，然后仔细地清洗。这种显示剂能很好地显示由铸造、焊接、表面热处理等所引起的不均匀性以及裂纹和气泡等类型

4
的缺陷。

10~50%的溶液用于浸蚀铜及其合金——黄铜和青铜的低倍和显微磨片。浸蚀时间可根据溶液的浓度由几秒钟到几分钟。图象的对比度随浓度变小而下降。

在两相黄铜中， α 相不浸蚀， β 相变黑。该显示剂能显示铸造青铜枝晶组织的清晰图象。为了清除共析组织的变暗，浸蚀后应用沾有氨水和过氧化氢的棉团擦拭。

α ——黄铜单晶体内部位错的显示应在新配制的70%溶液中进行。溶液的温度为30~40℃，浸蚀时间不超过5秒钟。

对于铜及其合金的浮雕浸蚀，建议交替浸蚀20~30秒钟，同时要抛光磨片。

浸蚀含镁、铜、锰、硅等元素的铝合金时，应将磨片浸入70℃的浓度不高（10~25%）的溶液中10~40秒钟，然后迅速置于冷水中冷却。浸蚀结果使 CuAl_2 、 Ni_3Al_2 、 Mg_2Si 变黑， FeAl_3 为紫红色。如果浸蚀2~3秒钟，则Cu-Al合金中的 CuAl_2 相着成由浅蓝色到棕色。其余的金属间化合物一般保持光亮。

该显示剂可用于浸蚀镁合金和铝的显微和低倍组织。镁合金应在1~5%的溶液中冷态浸蚀5~20秒钟。10~30%的溶液加热到50~80℃可用来浸蚀钢的铜镀层和镍镀层的显微组织（浸蚀几秒钟），同时也适用于浸蚀与MoC-Co及C-Co烧结的合金（浸蚀几分钟）。浸蚀15~40分钟可以显示出阿尔尼柯铁镍铝钴合金、安柯铝镍钴合金、阿尔尼铁镍铝合金的枝晶组织^[164]。采用3%的硝酸水溶液浸蚀3~5分钟可以显示Mo-Zr型合金的显微组织，而锆的氧化物不浸蚀。

用10%硝酸水溶液显示铁素体中的滑移线和浸蚀图象受到了注意。浸蚀时间为5~8分钟,随后在水中仔细清洗。为了避免把组织腐蚀坏,可采用等量酒精稀释的5%的硝酸水溶液。此时在40~50°C溶液中浸蚀的时间为1~3分钟。浓硝酸可以显示碲和硒单晶体内的位错。

在20~25%溶液中的深浸蚀用于显示二次渗碳体,以便在显微镜下直接观察^[178]。经浸蚀的表面铺上湿润的黑纸并压紧,此后相对纸的位置将试样来回移动1~2毫米。浸蚀时间可按基体组织而定,珠光体为40~60分钟,而马氏体为60~80分钟。

5~15%的溶液可以显示带焦石墨层的碳化钽和铀的组织。浸蚀时间为5分钟^[47]。

№3

盐酸

100毫升

水

0~100毫升

该显示剂能清晰地显示锌合金、铜合金、铅合金、锡合金、铋合金及其它合金的组织。镁合金建议用2%的溶液。浸蚀的结果会使基体-固溶体变暗,根据浸蚀时间的不同, Mg_4Al_3 和 Mg_2Cu 由白色变为浅蓝色和玫瑰色,而 $Mg_2Cu_3Al_2$ 变灰^[6]。

浸入溶液中1~10分钟,然后清洗磨片并烘干。也可用水稀释到500毫升并通以弱电流进行浸蚀。镁合金和印刷合金的浸蚀时间还可缩短。

持续浸蚀时,浓酸能显示镍及其一系列合金的组织^[88]。添加0.5克/升氯酸钾可以显示单晶钢的浸蚀图象^[226]。

加热到60~80°C的50%溶液可用于浸蚀钢的低倍组织。

浸蚀持续时间为 15~60 分钟，如果采用未经稀释的工业酸，时间可缩短。浸蚀后低倍磨片必须置于热苏打溶液中进行中和，再清洗并烘干。为了提高对比度，用柔软的橡皮擦拭所需研究的表面更为有益。当采用工业酸或浸蚀后中和不够理想时，在低倍磨片表面上会出现妨碍照像的膜。这种膜一旦发现后应立即除掉，不允许膜与金属牢固结合。在浓酸中对加热到 60~80°C 试样进行补充浸蚀会取得更加清晰的图象^[196]。

浸蚀后在低倍磨片上形成浮雕表面并有明显的枝晶（铸钢）、偏析部位及各种破坏金属完整性的缺陷（如裂纹和白点）。这种显示剂主要是用于碳素结构钢、合金结构钢。也可用来浸蚀某些铝合金（例如 Al-Mg-Zn 合金）。

为显示低碳钢低倍组织中的变形部位，可按顺序在 №207、№3 和 №64 显示剂中浸蚀几分钟，然后再重新在 №207 和 №3 显示剂中浸蚀，中间应吹干。

2% 溶液可用于显示钢中粗大的非金属夹杂物^[73]。将供研究用的试样浸蚀 15~20 秒钟，然后即可在显微镜下以很小的倍数（5~8 倍）观察。所以能观察到夹杂（物）的存在是由于在夹杂的周围出现了金属被浸蚀的部位，这是由于酸和硫的相互作用所形成的，除氮化钛和碳化钛外，硫能进入所有的夹杂中。当有马氏体组织存在时可以保证得到最佳的结果。

沸腾的浓酸可显示钴和碳化钨粉末合金的组织。经 10~15 分钟浸蚀后，金属基体被明显蚀刻出来。

在盐酸中的深浸蚀可以用于显现二次渗碳体以备直接观察^[172]。浸蚀规范参见 №2 显示剂。

№4

盐酸
乙醇

2~50毫升
至100毫升

2~5%的盐酸乙醇溶液可以用于浸蚀锌、锡、铋、镉、锑合金以及巴比特合金的显微组织。

这种显示剂也适用于焊料。根据酸的浓度，浸蚀时间可由几秒钟到几分钟。浸蚀后可以显示出铸造合金的组织以及涂层、浸蚀图象和滑移线存在的情况。对镁合金首先是浸蚀基体—固溶体及夹杂— Mg_2Al_3 和 Mg_2Cu 型的金属间化合物。对纯金属是浸蚀其晶界。同时也用于确定铝合金有否锡质点的存在。适合用于镉合金磨片的化学抛光，方法是用其擦拭几十秒钟。

10~50%的溶液建议用于浸蚀碳钢、硅钢、铬钢、镍钢、不锈钢和其它钢种。对在氧化气氛（空气）中加热退火的奥氏体钢可以浸蚀其晶界，对淬火钢可以显示马氏体针。5%的溶液足能清晰地显现高速钢的晶界。奥氏体的着色比铁素体更黑。浸蚀钢时可以将显示剂加热到70~80℃。浸蚀时间为几分钟。为了延缓浸蚀可以减少酸的数量或用异戊醇代替乙醇。

50%的加热溶液与中间抛光配合可以用来浸蚀碳钢和锰钢的初生组织，也可用于铬及其合金。显示Ni-Fe-Mo合金中的位错时，建议采用30%的盐酸乙醇溶液^[3]。在10%的溶液中浸蚀5~30秒钟可以显示镁锌金属间化合物中的位错组织。为了研究这些化合物中位错的空间位置。可采用1%的溶液进行逐层浸蚀^[37]。

№5

苦味酸
乙醇

3~5克
至100毫升

该显示剂推荐用于显示钢和铸铁的一般组织^[20]。冷态下可用任何方法进行浸蚀,浸蚀时间取决于合金的性质和状态,可浸蚀几分钟。减少酸量或采用异戊醇代替乙醇均可达到延缓浸蚀的目的,在许多情况下允许用水代替乙醇。

浸蚀后铁素体、渗碳体和奥氏体保持光亮。淬火钢中的马氏体着色并具有由淡黄色到棕色色调(取决于金属中碳的含量)。采用该显示剂保证能得到有反差的精细组织图象,这对高倍研究是重要的。

采用该显示剂在冷态浸蚀2~5小时可以显示碳钢中的一般偏析不均匀性。2%苦味酸甲醇溶液可用于发现磷的偏析,它使富磷的部位首先着色。如果与显微分析方法相结合,在该显示剂中的浸蚀还可用来研究钢和铸铁中硅的偏析。

在基本组分的热溶液中添加8~10滴盐酸后可以用于浸蚀低倍组织。

这种显示剂亦可用来显现铸铁中的共晶晶粒^[20]以及铅、锡、锑、铋、镁及其它有色合金的显微组织。铝合金经10~20分钟浸蚀后,其中 CuAl_2 相变暗,而其余的组织不浸蚀。

显示铁和钢上镀锌层的显微组织时,建议采用下述组分的溶液^[12]:

苦味酸	0.07~0.30克
乙醇	10~20毫升
水	50~60毫升

浸蚀和抛光交替进行数次,直到显示出组织为止。浸蚀时间由几秒钟到两分钟。溶液应保持新鲜。基体金属用一般显示剂浸蚀。为了保留磨片的侧表面建议用漆把其涂盖。

按上述规范浸蚀时, Fe_3Zn_2 着成柠檬黄色, FeZn_7 为浅

紫白色，而 FeZn_3 为棕色。

№ 6

乙醚	200 毫升
苦味酸	25 克
水	100 毫升

该显示剂用于显示经受回火脆性的各种钢在韧性和脆性状态的差别^[13]并且可以腐蚀奥氏体原始晶粒的晶界。

制备溶液时，先将水和乙醚混合在一起，然后加入苦味酸。混合溶液在封闭的罐中彻底摇匀并静止24小时。磨片先浸蚀5分钟，然后用5%纤维素丙酮溶液处理。形成的硬壳经5~15分钟便脱开。当用乙醇处理时，纤维素薄膜产生固化并且很易剥落。

显示铁合金中奥氏体晶粒时，建议在浸蚀前将磨片加热到300~650°C并保温8~12小时。这种脆化处理可以提高奥氏体晶界的可浸蚀性。为此目的可以采用600~650°C回火，随炉冷却到550°C，然后进行长时间（20~50小时）保温并在水中淬火。

为了显示经受回火脆性的低合金钢的奥氏体晶界，应采用由1个体积单位的苦味酸饱和水溶液和3个体积单位的单丁基乙二醇醚混合溶液^[16]。

№ 7

苦味酸	5~6 克
水	100 毫升

该显示剂建议用来浸蚀碳钢和合金钢的低倍和显微组织^[20]。

制备溶液时，把结晶的苦味酸溶于稍微加热的水中，到冷却后沉淀出苦味酸为止。显微组织的浸蚀时间由1分钟到

10~15分钟。如果出现薄膜,则必须轻微抛光2~3秒钟。浸蚀后屈氏体变黑而马氏体和奥氏体着成不同颜色。铁素体和渗碳体不浸蚀。浸蚀较好的钢种有:锰钢、硅钢、铬钢和铬钼钢、铬镍钼钢及奥氏体镍钢,而马氏体镍钢和铬镍钢浸蚀的较弱。

加热到50°C的溶液能显示可逆回火脆性状态钢的奥氏体晶界以及500~550°C回火后碳钢的晶界^[167]。为了缩短浸蚀时间。显示剂的温度可以提高到70~90°C。

低倍组织浸蚀应在6~8小时内分几次进行,磨片用流水冲洗并烘干。然后用细砂纸轻微擦拭磨片表面并重新置于刚配制好的新鲜溶液中浸蚀。该操作过程反复进行到取得清晰的低倍组织为止。

这种显示剂能显示由铸造、焊接、锻造、表面处理等所造成的低倍不均匀性并且可用于碳钢和许多合金钢方面。浸蚀4分钟可以显示纯铁中的位错^[148]。

显示枝晶组织的综合方法可以用于碳钢^[80]。将抛光的铸钢显微磨片研究表面朝上放入该显示剂中大约1小时,此后用棉球擦拭并清洗。然后将磨片研究面朝下放进№49号试剂中并保持30~50秒钟。铜膜用氨液除掉。该工序重复进行3~4次。变形钢试样的时间应缩短一半。

№8

1. 苦味酸	4 克
乙醇	100 毫升
2. 硝酸	4 毫升
乙醇	100 毫升

该显示剂用来确定淬火钢的组织组分。首先将磨片在溶液1中浸蚀2秒钟,再在溶液2中浸蚀10秒钟。此时索氏体

和屈氏体着成棕色，马氏体呈浅蓝色，奥氏体呈橙黄色。清晰地显示出碳偏析严重的钢中屈氏体的不均性（按浸蚀后的着色程度）。为达到上述研究目的，在实际工作中还可以采用2%硝酸和苦味酸的混合溶液。

当增加浸蚀时间时，哈德弗尔得（Hadfield）钢首先应在溶液2中浸蚀15~20秒钟，然后在溶液1中加热浸蚀2~5分钟；此时奥氏体呈灰色，铁素体不浸蚀而碳化物变黑。只允许用空气吹干磨片。溶液中的乙醇可用异戊醇代替。

溶液1和2按10:1混合后能显示渗氮层和渗碳层的组织和深度、渗氮钢中的共析组织和氮化物针。按等比例混合的溶液可以用来显示纯铁中的位错⁽¹⁴³⁾。

为了明显区分灰口铸铁中的珠光体和磷化物共晶体，建议采用下述组分的溶液：

4%苦味酸水溶液	78毫升
硝酸	2毫升
水	20毫升

浸蚀时间为几秒钟。

当用酒精代替水时，浸蚀2~5分钟，便能显示出低碳钢和灰口铸铁中铁素体晶粒取向和铁素体的浸蚀图。

显示铁中的位错时，建议首先在1%硝酸酒精溶液中浸蚀1分钟，在甲醇中清洗后再将磨片浸入0.5%苦味酸甲醇溶液中5分钟。

在苦味酸和硝酸溶液中的综合浸蚀可以用来研究 α -铁塑性变形初始阶段的位错组织（补充时效后）⁽¹⁷⁵⁾。由5~10%溶液1与2~4%溶液2按3:2组成的混合溶液可以用来显示铬钢的晶界，混合溶液应预先静置3~5天后再使