

金相试样制作培训手册

上海绘统光学仪器有限公司

金相显微试样的制备

一．培训目的

- (1) 初步掌握金相试样的制备原理。
- (2) 学习金相试样的制备过程。
- (3) 了解目前常用的金相显微组织显示方法。
- (4) 了解目前制备金相试样的先进技术。

二．操作原理

在生产与科研中，金相显微分析是研究材料内部组织的重要手段。其原理为，通过金相显微镜，利用材料表面不同凹凸面对光线反射程度的差别来显示显微组织状态。因此，为了清楚显示出组织细节，要求磨面无变形层，曳尾和划痕等，还要保护好试样的边缘。制样程序通常包括取样、镶样、磨光、抛光、腐蚀等几道工序。为了避免出现“伪组织”而导致错误的判断，需要掌握正确的制样方法。

三．金属试样的制备

3.1 取样

显微试样的选取应根据研究、检测目的，取其最具有代表性的部位。此外，还应考虑被测材料或零件的特点、工艺过程及热处理过程。例如：对于铸件，由于存在偏析现象，应从表面层到中心等典型区域分别取样，以便分析缺陷及非金属夹杂物由表及里的分布情况；对轧制和锻造材料，应同时截取横向及纵向检验面，以便分析材料在沿加工方向和垂直加工方向截面上显微组织的差别；而对热处理后的显微组织，一般采用横向截面。

对于不同性质的材料，试样截取的方法各有所异（图 2-1），但应遵循一个共同的原则，即应保证被观察的截面不产生组织变化。对软材料，可以用锯、车、刨等方法。对硬而脆的材料，可用锤击的方法；对极硬的材料，可用砂轮切片机或电火花机和线切割机；在大工件上取样，可用氧气切割等等。

试样切取方法

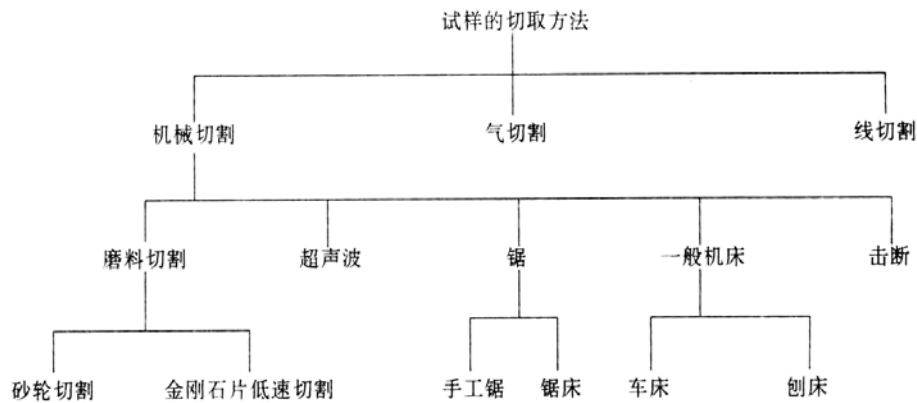


图 2-1 试样的切取方法

试样的尺寸以便于握持、易于磨制为准，一般为直径 $\Phi 12\text{--}15 \times 15\text{mm}$ 的圆柱体，或高度（或边长） $15 \times 15 \times 15\text{mm}$ 的正方体，如图 2-2 所示。对形状特殊或尺寸细小的试样，应进行镶嵌或机械夹持。

3.2 镶样

镶样的方法有很多，如低熔点合金镶嵌、电木粉或塑料镶嵌和机械夹持等，如图 2-3 和图 2-4 所示。目前一般是采用塑料镶嵌。先前材料有热固性塑料（如胶木粉）、热塑性塑料（如聚氯乙烯）、冷凝性塑料（环氧树脂加固化剂）等（表 2-1）。

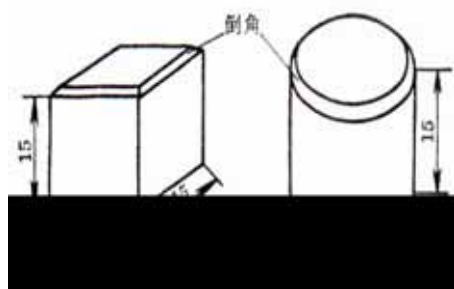


图 2-2 金相试样的尺寸

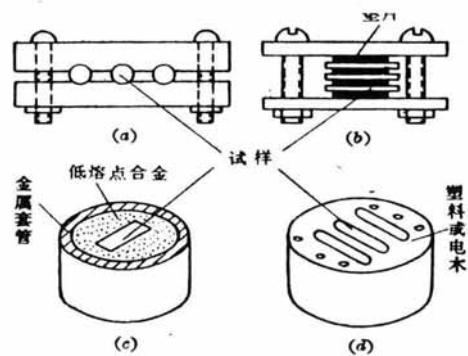


图 2-3 金相试样的镶嵌方法

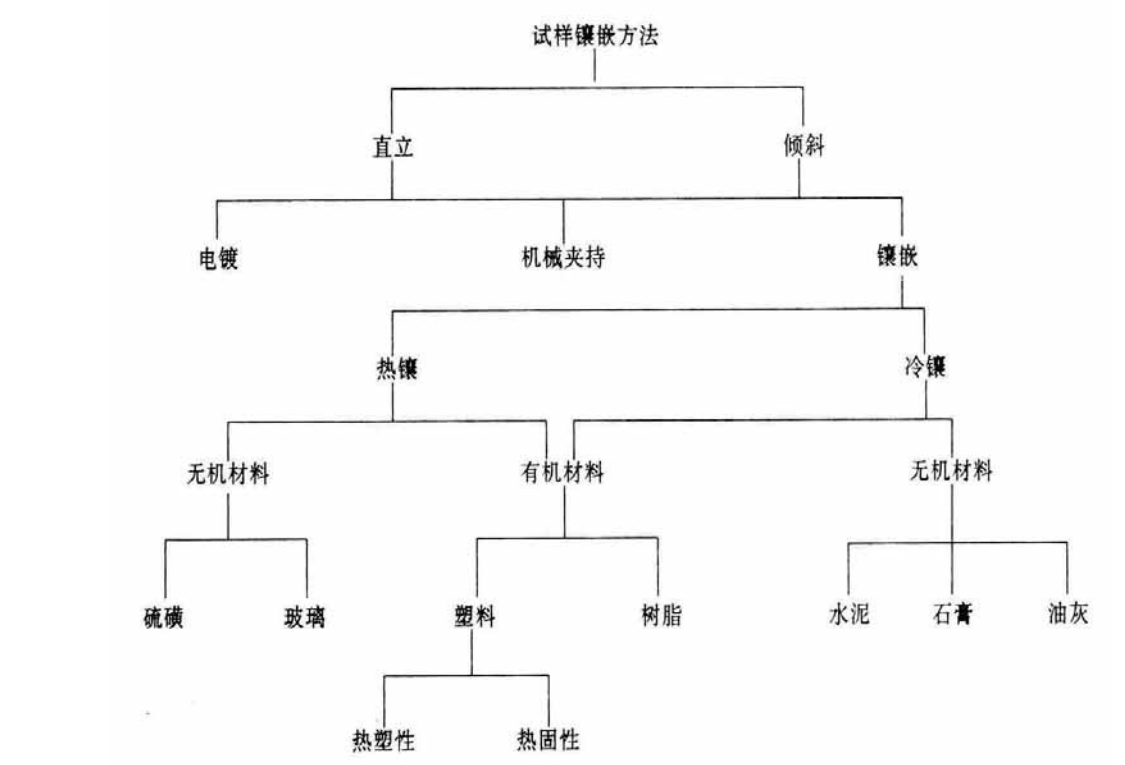


图 2-4 常用镶嵌方法与材料

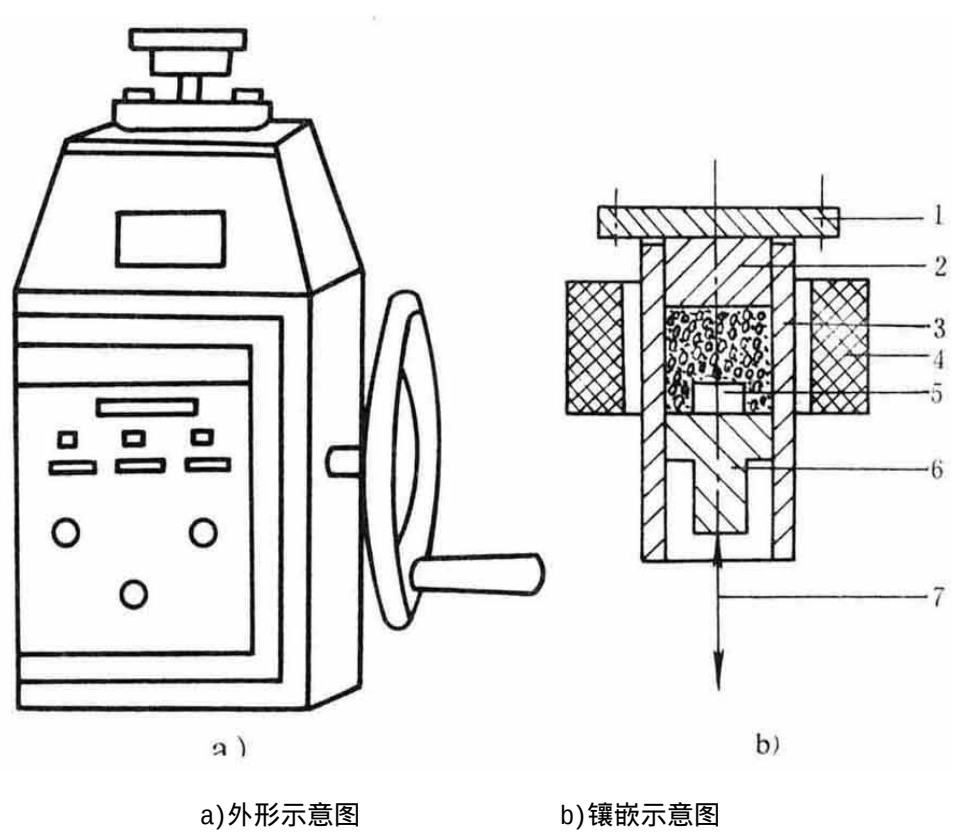
表 2-1 常用环氧树脂镶嵌料配方

序号	原料名称	用量 /g	固化时间 /h	用途
1	618 环氧树脂 磷苯二甲酸二丁脂 二乙醇胺（或乙二胺）	100 15 10	室温， 24 60，4~6	较软及中等硬度的金属材料
2	618 环氧树脂 磷苯二甲酸二丁脂 二乙醇胺	100 15 13	室温， 24 120，10 150，4~6	固化温度较高，收缩小，适用于镶嵌形状复杂的小孔和裂纹的试样
3	6101 环氧树脂 磷苯二甲酸二丁脂 间苯二胺 氧化铝或碳化硅粉（40 μm）	100 15 15 适量	室温，24 80，6~8	高硬度试样或氮化层试样

采用塑料作镶嵌材料时，一般在金相试样镶嵌机上进行镶样。金相试样镶嵌机主要包括加压设备、加热设备及压模三部分（图 2-5）。使用时将试样放在下模上，选择较平整的一面向下，在套筒空隙间加入塑料，然后将上模放入压模（套模）内，通电加热至额定温度后再加压，待数分钟后除去压力，冷却后取出试样。

当同时制备多个金相试样时，容易发生混淆，需在试样磨面的侧面或背面标号，标号时力求简单，能互相区别即可。一般使用钢字码打号、刻号，或在采用热塑性透明塑料镶嵌时，

放入标签。无论用何种方法标记，都不能使试样表面组织发生任何变化。试样标号后装入试样袋，试样袋应记录试样名称、材料标号、工艺、送验单位、检验目的、内容以及检验结果等项目。当试样无法标号时，则可在试样袋上按其形状特征画出简图，以示区别。



1 旋钮 2 上摸 3 套摸 4 加热器 5 试样 6 下摸 7 加压机构

图 2-5 XQ2 型镶样机

3.3 磨制

磨制是为了得到平整的磨面，为抛光作准备。一般分为粗磨和细磨两步。图 2-6 表示切取试样后形成的粗糙表面，经粗磨、细磨、抛光后磨痕逐渐消除，得到平整光滑磨面的示意图。

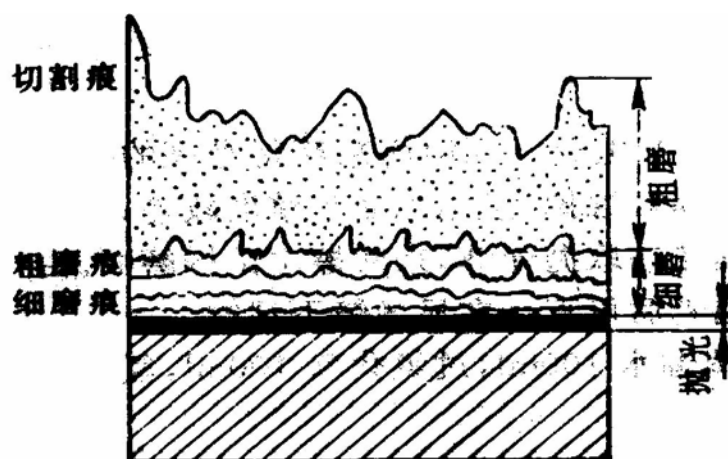


图 2-6 试样表面磨痕变化示意图

3.3.1 粗磨

粗磨的目的是为了整平试样，并磨成合适的外形。粗磨一般在砂轮机上进行。对很软的材料，可用锉刀锉平。使用砂轮机粗磨时，必须注意接触压力不可过大，若压力过大，可能使砂轮碎裂造成人身和设备事故，同时极易使磨面温度升高引起组织变化，并且使磨痕加深，金属扰乱层增厚，给细磨抛光带来困难。粗磨时需冷却试样，防止受热而引起组织变化。粗磨后需将试样和双手清洗干净，以防将粗砂粒带到细磨用的砂纸上，造成难以消除的深磨痕。

3.3.2 常规细磨方法

细磨的目的是消除粗磨时留下的较深的磨痕，为下一个工序——抛光做准备。常规的细磨有手工磨光和机械磨光两种方法。手工磨光是用手握持试样，在金相砂纸上单方向推移磨制，拉回时提起试样，使之脱离砂纸。细磨时可以用水作为润滑剂。我国金相砂纸按粗细分为 01 号、02 号、03 号、04 号、05 号等几种(表 2-2)。细磨时，依次从粗到细研磨，即从 01 号磨至 05 号；每次换下一道砂纸之前，必须先用水洗去样品和手上的砂粒，以免把粗砂粒带到下一级的细砂纸上去。同时要将试样的磨制方向调转 90° ，即本道磨制方向与上一道磨痕方向垂直，以便观察上一道磨痕是否全部消除。

为加快磨制速度，减轻劳动强度，可在转盘上贴有水砂纸的预磨机上进行机械磨光。水砂纸按粗细有 200 号、300 号、400 号—900 号等。磨制时由 200 号开始，逐次磨到 900 号砂纸，磨制时要不断加水冷却。每换一道砂纸，必须用水将试样冲洗干净，并将磨制方向调换 90° 。

表 2-2 金相砂纸的规格

磨料微粉粒度号*	砂纸代 号	尺寸范围 μm		磨料微粉粒度号	砂纸代 号	尺寸范围 μm
280	1	~40				
320 (M40 或 W40)	0	40~28		1400 (M3.5 或 W3.5)	07	3.5~3.0
400 (M28 或 W28)	01	28~20		1600 (M3 或 W3)	08	3.0~2.5
500 (M20 或 W20)	02	20~14		1800 (M2.5 或 W2.5)	09	2.5~2.0
600 (M14 或 W14)	03	14~10		2000 (M2 或 W2)	010	2.0~1.5
800 (M10 或 W10)	04	10~7		2500 (M1.5 或 W1.5)	——	1.5~1.0
1000 (M7 或 W7)	05	7~5		3000 (M1 或 W1)	——	1.0~0.5
1200 (M5 或 W5)	06	5~3.5		3500 (M0.5 或 W0.5)	——	0.5~更细

*注：所谓磨料微粉的粒度号，是按规定用目或粒度表示，它们是指标准筛网上每英寸长度上筛孔的数目。

3.3.3 蜡盘细磨

把石蜡、磨料加热搅拌均匀，使之成糊状，浇注在预磨机或抛光机的圆盘上（盘边用硬纸或金属薄片围住，浇注冷却后再取下），浇注层厚约 5~10mm，待冷却后刮平即可作为研磨盘使用，这种研磨方法叫蜡盘细磨。一般须按磨料粗细选择（或制备）2~3 个蜡盘，研磨时，按从粗到细的顺序进行磨光。与其它细磨相比，蜡盘细磨具有以下特点：磨制速度快，质量高，无磨屑飞扬。它适用于磨制易变形的金属材料，如奥氏体不锈钢、有色金属以及检验石墨和非金属夹杂物的试样。

磨光质量与蜡盘的组成有关。常用蜡盘的配方如下：

石蜡 40g

硬脂酸 100g

磨料（SiC或 Al_2O_3 ） 300g

由于硬脂酸的熔点及硬度较石蜡高，其磨光效果更佳。此外，还可自制简易蜡盘，其方法是在抛光盘的抛光布上，浇注一层 3~5mm 厚石蜡，使之渗入抛光布内，冷却后即成为蜡盘，使用时再洒以磨料与水的悬浮液。

3.3.4 磨光膏细磨

使用浸过煤油的细帆布作为抛光布，将磨光膏涂在此抛光布上进行磨光，这种细磨方法称为磨光膏细磨。磨光膏可以购买，也可以自制，其配方如下：

硬脂酸 45g

磨料（SiC或 Al_2O_3 ） 216g

凡士林 24g

煤油 3g

制备磨光膏时，只需将上述各种材料加热搅拌均匀即可，制好后可装入容器内，或用油纸包装备用。一般按磨料粒度预先做 2~3 种磨光膏，如粒度为 200，400，600 等贮备用。磨光时按由粗到细的顺序，依次涂在抛光布上进行磨光。这种方法操作较简单，能代替蜡盘获得良好的磨光效果。

3.4 抛光

抛光的目的是除去细磨后留下的细微磨痕，使试样表面成为光滑无痕的镜面。常用的抛光方法有：机械抛光、电解抛光、化学抛光。

3.4.1 机械抛光

机械抛光的原理是利用抛光微粉的磨削、滚压作用，把金相试样表面抛成光滑的磨面。机械抛光在抛光机上进行。常用的抛光机上装有一个或多个电动盘(直径约为 200—250mm)，盘上铺以抛光布，由电动机带动的水平抛光盘的转速一般为 300—500 转/分。目前国产金相抛光机有单盘 P—1 型、双盘 P—2 型两种，均由电动机(0.18kW)带动抛光盘旋转，转速为 350r/min。抛光盘用铜或铝制成，直径为 200~250mm。

机械抛光可分为粗抛与精抛两个步骤。粗抛的目的是尽快除去磨光时的变形层。常用的磨料为 10—20 μ m 的 Al₂O₃、Cr₂O₃ 或 Fe₂O₃ 微粉，加水配成悬浮液后使用。而精抛的目的是除去粗抛产生的变形层。常用抛光微粉的性能和用途见表 2-3。

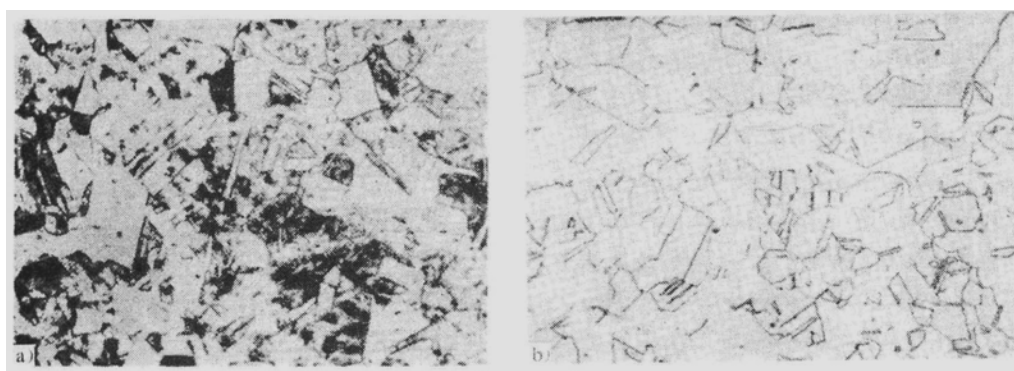
表 2-3 常用抛光微粉的种类、性能及用途

材 料	莫氏硬度	特 点	适 用 范 围
氧化铝 Al ₂ O ₃ (刚玉包括人造刚玉)	9	白色透明，外形呈多角形	通用于粗抛、精抛
氧化镁 MgO	5.5~6	白色，颗粒细而均匀，外形尖锐	铝镁及其合金，非金属夹杂物等精抛光
氧化铬 Cr ₂ O ₃	9	绿色，硬度较高	淬火后的合金钢、高速钢及钛合金等
氧化铁 Fe ₂ O ₃	6	红色，硬度稍低	较软金属、光学零件
碳化硅 SiC (金刚砂)	9.5	绿色，颗粒较粗	粗抛光
金刚石粉(膏)	10	颗粒尖锐、锋利	各种材料的粗、精抛光

抛光时应将试样的磨面均匀、平正地压在旋转的抛光盘上，并将试样从中心至边缘往返移动。压力不宜过大，抛光时间也不宜过长，一般情况下抛光 3—5 分钟即可。抛光时需向抛光盘上不断滴注抛光液，以产生磨削和润滑作用。当磨痕全部消除而呈现镜面时，停止抛光。用净水把试样冲洗干净，再用软布或棉花拭干，或用风筒吹干，然后进行侵蚀。

3.4.2 电解抛光

将试样放入装有电解溶液的槽中,试样作为阳极,用不锈钢或铅板作阴极,接通电源后,利用电化学整平作用获得平整表面的过程称为电解抛光。电解抛光可避免机械抛光时表面层金属的变形或流动,从而能真实地显示金相组织。该法适用于有色金属及硬度低、塑性大的金属,但不适用于偏析严重的金属、铸件及化学成分不均匀的试样。从图 2-7 中可明显看出机械抛光和电解抛光对显示奥氏体组织的影响。图 2-7a 为经机械抛光并浸蚀后的奥氏体组织,可见有大量金属扰乱层,组织不够清晰;图 2-7b 为同一试样经电解抛光并浸蚀后的组织,可见已完全消除金属扰乱



a)机械抛光

b)电解抛光

图 2-7 机械抛光和电解抛光对奥氏体组织显示效果的影响

层,清晰地显示出奥氏体组织。

通常认为电解抛光过程包括两种作用,即光滑作用和光亮作用。电解抛光时,通过金属试样粗糙表面上的“山”或“脊”的优先溶解实现平整化的过程称为光滑作用。电解抛光过程中,金属试样与电解液反应,在试样表面形成一层粘性、厚度不均匀的薄膜,如图 2-8 所示。因为 AB 处的膜比 CD 处的膜薄,所以 A 处的电阻比 C 处低,通过 A 处的电流比 C 处大, A 处的金属优先溶解。随着过程的进行,凸出部分渐趋平坦,最后形成光滑平整的表面。光亮作用就是通过控制金属表面上的腐蚀过程进一步提高试样表面的光滑程度。通常是利用在金属表面上直接形成阳极钝化薄膜而实现的。

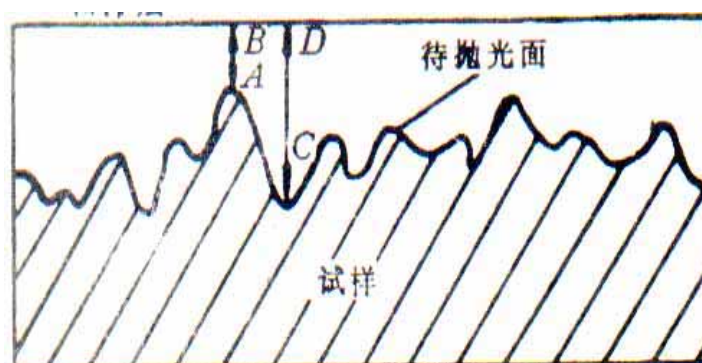


图 2-8 电解抛光原理

电解抛光的简单装置如图 2-9 所示。电解抛光时,把磨光的试样浸入一定成分的电解液中,以样品为阳极,不锈钢或铅板为阴极,通以直流电,两极间保持一定距离(约 25—30mm),当电流密度足够大时,试样磨面产生选择性溶解,获得光亮的表面。

电解抛光的优点是材料不产生形变及流变,时间短、重现性好;同时可用同一设备进行随后的电解浸蚀。缺点是边缘区域因选择性浸蚀而产生圆角,易在夹杂相周围形成凹坑。

值得注意的是,不同材料所用的电解抛光液的成份和操作条件是不同的(表 2-4),只有正确选择合适的电解液及其操作工艺,才能获得好的抛光效果。

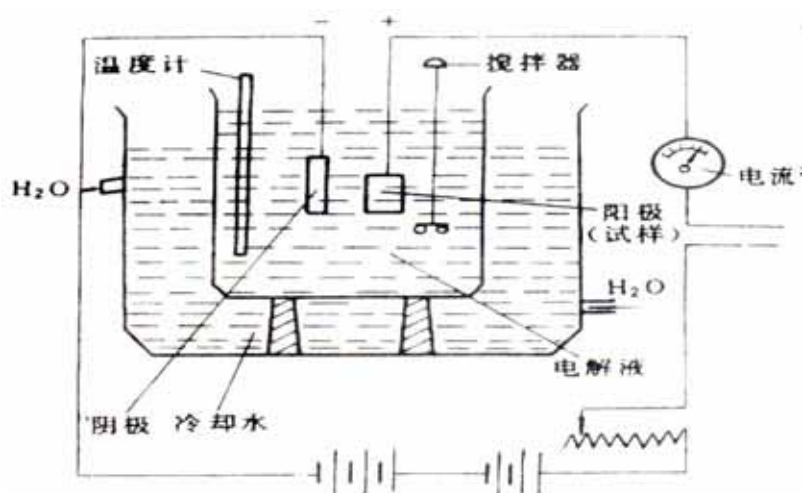


图 2-9 电解抛光装置示意图

3.4.3 化学抛光

化学抛光是简单地将试样浸入一合适的抛光液中,依靠化学溶剂对不均匀表面产生选择性溶解来获得光亮的抛光面。这种方法操作简单,成本低廉,缺点是夹杂物易被浸蚀掉,且抛光面平整度较差,只能用于低倍常规检验。

从原理上看,化学抛光是化学试剂溶液对磨面产生不均匀溶解的过程。在溶解过程中形成一层粘性氧化薄膜,磨面凸起处的厚度比凹陷处薄,溶解扩散速度比凹陷处快,故凸起部分首先溶解,逐渐使磨面光滑。但化学抛光时形成的薄膜不如电解抛光的致密、稳定,厚度也比较薄,磨面凸起部分和凹陷处的溶解速度差别并不

表 2-4 常用电解抛光液及电解浸蚀液配方及操作条件

成 分	使用方法及注意事项	用 途
冰醋酸 10 份 过氧酸 10 份	<20 使用，抛光 2min 以上。配制时过氧酸缓慢加入冰醋酸中	适用于钢和铸铁
冰醋酸 775mL 铬酸酐 75g 铬酸钠 150g	<30 使用，抛光 10min 以上	适用于钢和铸铁
三氧化铬 10g 水 100mL	电解浸蚀，30~90s	显示除铁素体晶界外的其他组织
磷酸 90mL 酒精 10mL	10~20V，20~60s	显示铜及其合金
过氧酸 20mL 酒 精 80mL	<40 使用，5~15s	适用于钢铁及有色金属等
硫酸 10mL 甲醇 90mL	先加甲醇后加硫酸	适用于耐热合金等
磷酸 88mL 硫酸 12mL 铬酐 6g	70~90 使用，1~1.5min	铝

悬殊，故经腐蚀学抛光后只能使磨面光滑，并不能使之平坦，整个磨面呈起伏波浪状。由于溶解速度比电解抛光慢，故化学抛光时间比电解抛光长。

化学抛光介质即化学抛光溶液属于混合酸溶液类型，常用的酸类有草酸、氢氟酸、磷酸、硫酸、醋酸、硝酸等。为增加粘性薄膜的活性，加速抛光过程，常加入适量双氧水。常用化学抛光液配方如表 2-5 所示。

表 2-5 常用化学抛光溶液的配方及操作条件

成 分	工 作 条 件	用 途
氢氟酸 70mL，硝酸 30mL，蒸馏水 300mL	60	钢铁通用
磷酸 70mL，醋酸（36%）12mL，蒸馏水 15mL	100~120℃，2~6min	铝及其合金
铬酸 22%，醋酸 1.5%，硫酸 2.5%，蒸馏水 74%（体积比）	2min 后浸入 10%KOH 溶液中 10s	锌及其合金
磷酸 50mL，醋酸 28mL，硝酸 22mL	室温约 1min	铜及其合金
双氧水 100mL，氢氟酸 14mL，蒸馏水 100mL	室温	碳钢及合金钢
盐酸 30%，硫酸 0%，四氧化碳 5.5%，蒸馏水 24.5%（体积比）	70~80℃	不锈钢

3.5 浸蚀

除某些非金属夹杂物、铸铁中的石墨相、粉末冶金材料中的孔隙等特殊组织外，经抛光后的试样磨面，必须用浸蚀剂进行“浸蚀”，以获得（或加强）图象衬度后才能在显微镜下进行观察。获得衬度的方法很多，据获得衬度过程是否改变试样表面，可分为不改变表面方法，如光学法，和改变试样表面方法，如电化学浸蚀法、物理浸蚀法两大类（图 2-10）。

最常用的浸蚀方法是化学浸蚀法，其作用原理如图 2-11 所示。纯金属或单相金属的浸蚀是一个化学溶解过程。晶界处由于原子排列混乱，能量较高，所以易受浸蚀而呈现凹沟。各个晶粒由于原子排列位向不同，受浸蚀程度也不同。因此，在垂直光线照射下，各部位反射进入物镜的光线不同，从而显示出晶界及明暗不同的晶粒。两相或两相以上合金的浸蚀则是一个电化学腐蚀过程。由于各相的组织成分不

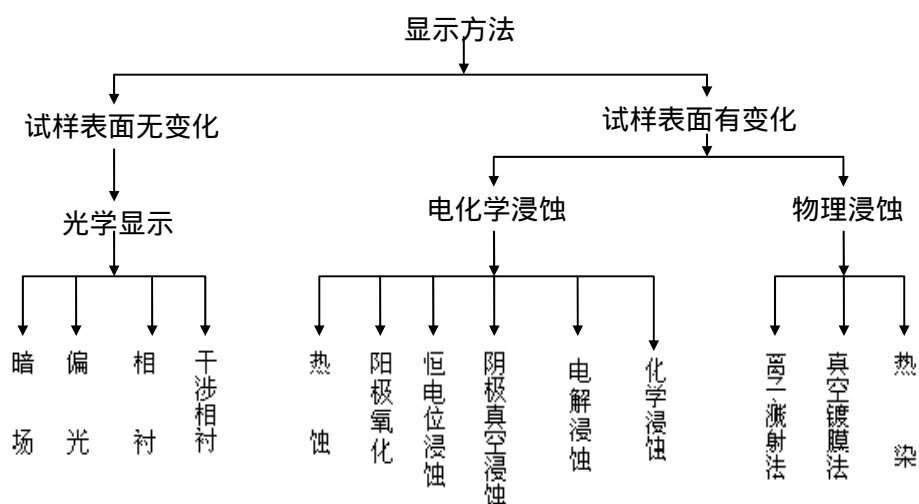


图 2-10 显示显微组织的方法一览图

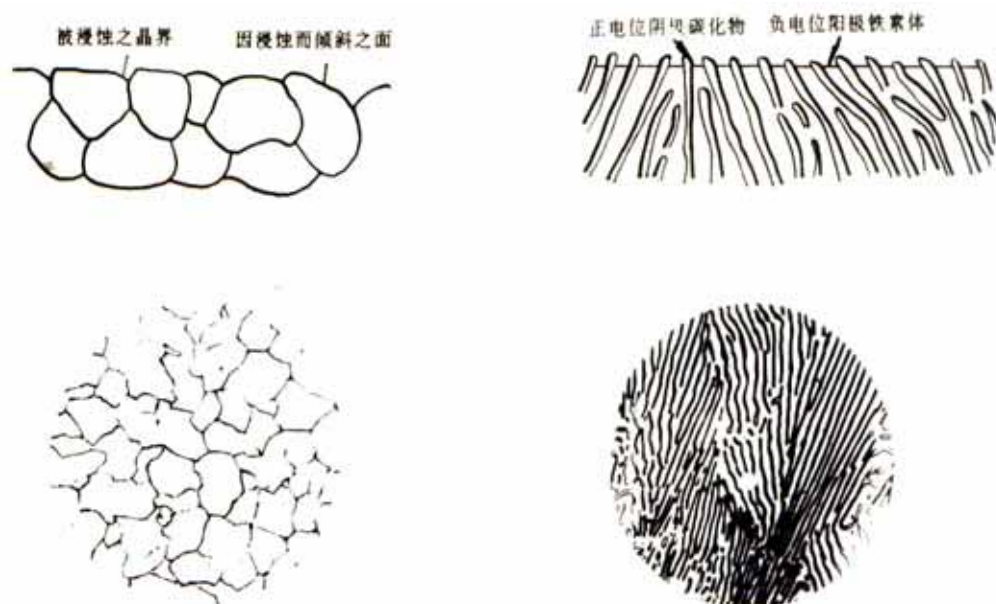


图 2-11 单相和双相组织显示原理示意图

同，其电极电位亦不同，当表面覆盖一层具有电解质作用的浸蚀剂时，两相之间就形成许多“微电池”。具有负电位的阳极相被迅速溶解而凹下；具有正电位的阴极相则保持原来的光滑平面。试样表面的这种微观凹凸不平对光线的反射程度不同，在显微镜下就能观察到各种不同的组织及组成相。

浸蚀时可将试样磨面浸入浸蚀剂中，也可用棉花粘取浸蚀剂擦拭试样表面。根据组织特点和观察时的放大倍数，确定浸蚀的深浅，一般浸蚀到试样磨面稍发暗时即可。浸蚀后立即用清水冲洗，必要时再用酒精清洗。最后用吸水纸吸干，或用吹风机吹干。

某些贵金属及其合金，化学稳定性很高，难以用化学浸蚀法显示出组织，可采用电解浸

蚀法。如纯铂，纯银，金及其合金，不锈钢，耐热钢，高温合金，钛合金等。此外还有其他的显示法如阴极真空浸蚀法、恒电位显示法、薄膜干涉显示法等。

对不同的材料，需选用不同的浸蚀剂。常用浸蚀剂可参考表 2-6。

表 2-6 常用浸蚀剂

成 分	工 作 条 件	用 途
硝酸 1~5mL，酒精 100mL	几秒~1min	碳钢、合金钢、铸铁
苦味酸 4g，酒精 100mL	几秒~几分钟	显示细微组织
盐酸 5mL，苦味酸 1g，酒精 100mL	几秒~1min，15min	奥氏体晶粒，回火马氏体
盐酸 15mL，酒精 100mL	几分钟	氧化法晶粒度
硫酸铜 4g，盐酸 20mL，水 20mL	浸入法	不锈钢，氮化层
苦味酸 2g，氢氧化钠 25g，水 100mL	煮沸 15min	渗碳体染色，铁素体不染色
盐酸 3 份，硝酸 1 份	静置 24h 浸入法	奥氏体及铬镍合金
盐酸 10mL，硝酸 3mL，酒精 100mL	2~10min	高速钢
苦味酸 3~5g，酒精 100mL	浸入法 10~20min	铝合金
盐酸 10mL，硝酸 10mL	<70	铜合金
盐酸 2~5mL，酒精 100mL	几秒~几分钟	巴氏合金
氯化铁 5g，盐酸 50mL，水 100mL	几秒~几分钟	纯铜、黄铜、青铜
盐酸 2mL，水 100mL	室温	镁合金
硝酸 10mL，盐酸 25mL，水 200mL	>1min	铅及铅锡合金

四．使用器材

- （1）仪器设备：金相显微镜、砂轮机、机械抛光机、手工湿磨工具、电吹风等。
- （2）实验用品：金相样品，不同型号的水砂纸，抛光液、酒精、配好的浸蚀剂、镊子、棉花等。

附件：

1．长方光学金相制样易耗品列表

金刚石抛光粉	
规格	包装
W0.5 W1 W1.5	250 克拉 (50g)
0.5 μ / 1 μ / 1.5 μ	500 克拉 (100g)
进口配方冷镶嵌组 LX	
名称	包装
LX-500	450g 粉体装
LX-1000	1000g 粉体装

2．冷镶嵌树脂组（LX）使用说明

使用方法：

- * 将冷镶树脂粉 1 ~ 1.5 与固化剂 1 比例充分混合，轻轻搅拌即可。
- * 尽快将混合物倒入成型模具内，约十五分钟成型。
- * 每次使用后需将瓶盖锁紧。
- * 放置在荫凉处。

www.omshong.com

E-mail:omht@omshong.com

服务热线：021-51619306 24287453