

实验二 金相试样的制备

一、实验目的

- 1) 了解金相分析基本概念。
- 2) 掌握碳钢金相试样的制备方法及其显微组织的显示方法。
- 3) 按金相试样流程制备1个碳钢金相试样，并观察和分析其显微组织。

二、实验原理

一) 金相分析

金相分析是研究金属材料内部组织和缺陷的最重要的方法。在金相学的发展历史中，绝大部分研究工作是借助于金相分析来完成的，主要利用金相显微镜将试样放大100~1500倍来研究、鉴别和分析各种材料内部的组织。金相分析是研究金属材料微观结构最基本的一种实验技术，是用来评定金属材料质量的一种常规检验方法，并可用来判断零件生产工艺是否完善，有助于寻求零件产生缺陷的原因。因此，它是生产和科研中必不可少的一种手段。

进行金相分析，首先应根据各种检验标准和规定进行试样制备。若试样制备不当，则可能出现假象，从而得出错误的结论。因此，金相试样的制备是金相分析的关键，在金相分析中占据十分重要的地位。其次，从事金相分析的人员，须具备一定的热处理基础知识，了解和熟悉常用金属材料在不同方式热处理下的相组成和组织组成。

二) 金相试样的制备

金相试样的制备是金相分析中极为重要的工序，没有一个符合要求的试样，任何金相分析工作都不可能进行，因此制备金相试样的训练是属于金相分析方法中的基本功。金相试样的制备包括试样的截取、镶嵌、磨制、抛光及浸蚀等几个步骤，最终试样需达到于显微镜下可观察到其真实组织，无磨痕、拖尾、麻点、水渍，并使金属中夹杂物、石墨等不脱落等要求。最后利用金相显微镜观察和研究制备好的试样表面组织形态。

1. 金相试样的截取

金相试样一般制成边长为10mm的立方体，或直径10~15mm，高10~18mm圆柱体，按实际情况有时制成片状、丝状或不规则形状的。被检验的金属材料或机械零件因所经过的工艺过程或处理情况不同，金相试样的截取部位也应不同，这要根据研究的目的

而定，其原则是取样的部位必须能表征被检测材料或零件的特点。当金相试样截取部位确定之后，应进一步确定试样上哪一个面作为观察面，这也要视研究的目的而决定。

金相试样截取试样的方法很多，根据零件大小、材料性能、现场实际情况选择。对于软材料，可以锯、车、刨等加工方法；对于硬材料，可采用砂轮切片机切割或电火花切割等方法。对于硬而脆的材料，可采用锤击方法，也可采用线切割方法。究竟用哪一种方法为好，需要根据材料或零件的硬度来确定，选择截样方法时要考虑两个原则：(1)尽量设法避免截割加工不当而引起的金相组织变化；(2)所采用的方法力求简单。

2. 金相试样的镶嵌

镶嵌这一工序并非是制备所有金相试样都必须进行的，具有前述形状及大小的试样，可直接进行磨光，但对于线材、细小的管材薄板以及形状不规则的小试样，磨光操作时极为不方便，这就需要用镶嵌的方法把它们镶嵌成便于操作的较大的试样，常用的镶嵌法主要有低熔点合金镶嵌法、塑料镶嵌法、机械镶嵌法等。

3. 金相试样的磨光

若所选的观察面很不平整时，则需先用锉（对软金属）或砂轮（对硬金属）磨平，然后进行磨光。磨光是制备金相试样的关键性工序。磨光分为粗磨和细磨。粗磨的目的是平整试样表面，同时去除掉截取试样所产生的应力变形层，为细磨做准备。**磨光的第一个步骤应对试样磨面的边缘进行倒角**，以防后道工序中，尖角、棱角划破砂纸及抛光布，甚至划伤手指。经粗磨后的试样表面虽较平整，但仍存在有较深的磨痕。细磨的目的就是为了消除这些磨痕，得到平整而光滑的磨面，并为进一步的抛光做好准备。

磨光可用机械磨制和手工磨制的方法进行，机械磨制可以节省时间，可满足大量的金相检验工作。这种方法在工厂用得较多，但其操作缺点是磨面易变形，容易歪曲了试样原来的组织。手工磨制试样虽然比较慢，但它相比机械法来说能获得更高的磨制质量，一般现代的金相研究工作，都采用手工的方法来磨光试样。

(1) 手工磨光

手工磨光是在由粗到细的各号金相砂纸上进行。砂纸上的磨料一般是碳化硅或氧化铝微粉。砂纸平铺在玻璃、金属、塑料或木板等光滑平板上，磨制过程中操作人员需一手紧压砂纸，另一手平稳地拿住试样，将磨面轻压砂纸，向前平推，然后提起、拉回，拉回时试样勿与砂纸接触，不可来回磨削，否则磨面易成弧形，不易得到平整

的磨面

金相砂纸的规格：

砂纸代号	粒度号（磨料微粉）	尺寸范围（ μm ）
1	280 [#]	~40
0	320 [#] （M40 或W40）	40~28
01	400 [#] （M28 或W28）	28~20
02	500 [#] （M20 或W20）	20~14
03	600 [#] （M14 或W14）	14~10
04	800 [#] （M10 或W10）	10~7
05	1000 [#] （M7 或W7）	7~5
06	1200 [#] （M5 或W5）	5~3.5
07	1400 [#] （M3.5 或W3.5）	3.5~3.0
08	1600 [#] （M3 或W3）	3.0~2.5
09	1800 [#] （M2.5 或W2.5）	2.5~2.0
010	2000 [#] （M2 或W2）	2.0~1.5

手工磨光是用各号砂纸由粗到细而进行。操作时必须注意：

- ① 砂纸宜放在平滑的底板（如玻璃板）上，一手按住砂纸，一手将试样磨面轻压在砂纸上，并向前推动，进行磨削，直到磨面上仅留有一个方向的均匀磨痕为止。注意在磨面上施加的压力力求均衡。磨面与砂纸必须完全接触，这样才能使整个磨面均匀地进行磨削。为了保证磨面平整而不产生弧度，磨削应循单方向进行，向前推动时磨削，然后磨面提拉收回，在回程中试样不与砂纸接触。
- ② 自180[#]或320[#]砂纸开始磨，变换砂纸时必须顺次由粗到细，不允许由较粗号砂纸直接换到较细号砂纸的跳级行为，因为这样会使前一道加工所留下粗大磨痕内充满磨料的粉屑，从而造成表面磨得很好的错觉，随后在浸蚀之后，其缺陷会暴露出来，以致不能进行显微研究。
- ③ 用一种规格的砂纸磨光后，必须擦干净双手和试样，并擦净玻璃，才能更换下一号细砂纸，以避免粗砂粒被带到细砂纸上。
- ④ 当更换细一号砂纸的时候，磨面磨削的方向应与前一号砂纸留下的磨痕方向相垂直

，以便容易观察由前一号砂纸所留的较粗磨痕的消除情形，如果试样总是沿一个方向磨动，或漫无方向的磨动，这样的工作效果是极差的。

- ⑤ 当使用1500#或2000#号砂纸磨制结束后，试样表面应具有方向均一的单方向细小磨痕。无杂乱的其它方向划痕，将试样表面及双手清理干净后，此时可转入抛光工序。

注意：磨光试样的操作过程并不难，但要获得一个合乎要求的理想磨面是不容易的，操作时需要操作人员小心认真，严格遵守上述事项，不能只顾一时方便，否则不但不能节约时间，反而会前功尽弃，最终造成返工。

(2) 机械磨光

预磨机磨光是把由粗到细的各号水砂纸置于旋转圆盘上，加水润滑兼冷却，手持试样将磨面轻压在水砂纸上，停留10秒钟左右提起观察，反复进行，待粗磨痕完全消失，新磨痕一致即可转入下一道次细砂纸继续进行磨制。在整个机磨过程中，由于通水湿磨，水流冲洗砂纸，可及时将大部分磨屑及脱落的磨粒冲走，这样可保证在整个磨制过程中，磨粒的尖锐棱角始终与试样磨面接触，保持良好的切削作用。而脱落的磨粒被水冲走，可防止磨粒嵌入试样表面造成假象，还可提高细磨效率和质量。

预磨机磨制试样速度快、效率高，在3~5min内即可完成细磨工序。**操作时应严格遵守预磨机使用规则，注意安全，防止试样飞出，并遵守手工细磨的相关注意事项。**手工磨光时所应遵守的一些规则，同样也适用于机械磨光操作。

4. 金相试样的抛光

抛光的目的是为了清除最细一号砂纸磨光后试样表面所留下的细微磨痕，使试样的磨面成为光滑无痕的镜面。

常用的抛光方法有机械抛光、电解抛光与化学抛光三类。本实验只介绍机械抛光法。机械抛光是在抛光机的转盘上进行的，转盘上盖有抛光织物。整个过程中还需抛光磨料配合进行抛光。

抛光织物与抛光磨料的种类较多，要视金相试样的材料、金相研究的要求及具体条件而选定。用作抛光用的织物有天鹅绒，丝绒、丝绸、法兰绒、弹呢、的确凉、帆布等。对金相抛光织物总的要求是：

- (1) 织物纤维柔软，不能混有较粗硬的纤维；
- (2) 织物坚固耐磨，不易撕破。

可以作金相抛光的磨料很多，有天然磨料与人工磨料二类。天然磨料有金钢钻粉

及刚玉等。但因产量稀少，价格昂贵，除特殊情况下，一般很少应用。常用的都属人造磨料，有以下几种：

(1) 氧化铝(人造刚玉)：纯刚玉是白色透明的颗粒，这是一种金相试样最常用的而且最令人满意的抛光材料，无论是粗抛光或精细抛光，都能得到良好的效果；

(2) 碳化硅(金刚砂)：具有更高的硬度，其颗粒较粗，一般只能作粗抛；

(3) 氧化铬：呈绿色，具有很高的硬度，常用来抛光淬火后的合金钢及高速钢试样磨面，它的抛光能力比氧化铝差，一般金属试样不宜采用；

(4) 氧化镁：其颗粒极细，硬度较低，是精抛光之磨料(如镁、铝等有色金属)，精细抛光时常常用之。由于氧化镁对于钢铁中的非金属夹杂物的拖出作用极小，所以铸铁试样以及夹杂物检验的试样都可用氧化镁抛光。

抛光操作时应注意以下事项：

(1) 抛光之前必须仔细检查磨面，当磨面上只留有单一方向的均匀的细磨痕时，才能进行抛光，以免徒劳往返，白费时间。

(2) 抛光时，断断续续地加入抛光液或抛光膏于抛光织物上，抛光织物必须保持一定的润湿度，这对抛光结果影响很大。若织物过湿，能使钢中的非金属夹杂物及铸铁中的石墨脱出；若织物过干，则抛光的润滑作用较差，磨面将变得晦暗而有墨斑，对于较软试样有拖伤磨面的可能，以致影响对结果的判断。在抛光过程中，抛光织物上的磨料与水分逐渐散失，因此应随时加以补充，关于究竟保持怎样的润湿度最为理想，不同的试样，不同的操作人员与操作方式情况下，需要经过一定的实践掌握自己的规律。

(3) 转盘的速度要恰当，转速过高，磨料容易散失，转速过低影响抛光效果。对于软金属试样，转速应低一些，对硬金属试样，转速可高一些。一般在400-500转 / 分的范围内，也有低至100 转 / 分和高达1400 转 / 分的。

(4) 抛光时手握试样，使磨面均匀地轻压在转盘上，若压力大而不均，会使表层金属变形，且试样易脱手飞出。抛光初期，试样最好保持在这样的位置，使转盘旋转的方向与最后一道磨光工序所留下的磨痕方向相垂直，以便于观察磨光是否完全消除，同时要将试样在转盘上沿半径方向由中心至边缘往复移动，使试样各部分抛光程度一致。在抛光的最后阶段，应将试样逆着圆盘旋转方向缓慢转动，以防止非金属夹杂物脱出和在磨面上产生如慧星尾巴状的痕迹。

(5) 抛光时间不宜过长，长时间的抛光不但不能消除较粗的划痕，反而会使组织组成

物着色，并严重扰乱金属组织层。抛光一般只需进行3~5分钟(用氧化镁抛光可进行较长时间)，抛光后在低倍(60—100倍)显微镜下观察，倘若有条痕，即表明磨光工序未达到要求，需继续抛光或再使用细号砂纸返工磨过。

应该指出：在磨光、抛光过程中，磨面表层形成了一层变形层(非晶形变层)，影响对试样真实组织的观察，但注意遵守操作规程，以及正确选用抛光磨料，可使变形层减低到最低限度。

如何鉴定磨光、抛光的质量？一般从下述方法进行判断：

- (1) 试样表层应该平整；
- (2) 磨面应该光亮无痕；
- (3) 磨面上不容许有外来污染物；
- (4) 无相变及形变层；
- (5) 没有彗星“尾巴”。

5. 金相显微组织的显示

试样抛光后，其磨面在显微镜下仅呈光亮的一片，除特殊情况(如试样材料含有非金属夹杂物质，存在孔洞、裂纹等缺陷，或试样中各组织组成物本身色泽显著不同外)，一般来说，在抛光的磨面上是看不出金相显微组织的，为了进行金相分析，抛光的磨面尚需要进一步的处理，以显示其显微组织的形貌、含量、大小、颜色、相互位置等。

显示金相组织的方法很多，最常用的是化学浸蚀法和电解浸蚀法，还有一些特殊显示方法(如热染、热蚀、阴极真空显示磁性显示等)，本实验只介绍化学浸蚀法。**化学浸蚀法**是用化学试剂溶解试样的化学作用来显示其金相显微组织的。对于纯金属及单相合金，化学试剂溶液的浸蚀作用是一种纯粹的化学溶解过程，磨面表层的原子被溶入浸蚀剂中。在溶解过程中，由于晶粒与晶粒之间，晶粒与晶界之间溶解速度的不同，组织就被显示出来，浸蚀剂首先把磨面表层的变形层(非晶形层)溶去，接着就对晶界起化学溶解作用。因为在晶界上原子排列的规律性较差，这部分原子具有较高的自由能，最易被浸蚀溶解，因此在化学浸蚀时，晶界首先被显示出来(如图1)，若浸蚀继续进行，则浸蚀剂将对晶粒本身起溶解作用，由于磨面上每个晶粒原子排列的位向不同，不同的晶面溶解速率不同，浸蚀以后的显微平面与原磨面的角度不同，也就是说每个晶粒被浸蚀后的平面与原来的磨面倾斜了一定的角度。于是，在垂直光线照射下，反射进入物镜的光

线不同，就可以看到明暗不同的晶粒。

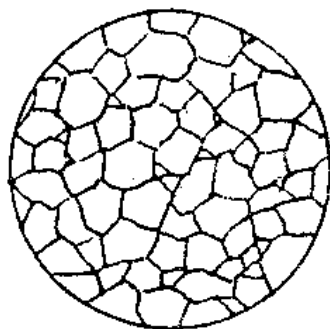


图1：晶界的显示

对于两相或多相合金，主要的问题在于尽可能全面地显示性质不同的相之间的相界，并对于同一个相的晶粒作选择性显示。用一种方法往往不能解决全部问题，而需要采用多种试剂浸蚀之，从本质上来说，化学试剂对两相或多相合金的浸蚀是一个电化学腐蚀过程。由于各组成相具有不同的电位，当磨面放入浸蚀剂中时，就形成许多对微小的局部电池，具有较高负电位的相成为局部电池的阳极，被溶解形成凹面，正电位最高的相成为阴极，在正常情况下不受浸蚀，保持原有的光滑平面，因而可以在显微镜下进行鉴别，但电化学反应速度很快，浸蚀操作时要注意控制。

化学浸蚀操作：化学浸蚀是否成功取决于作用的浸蚀剂、浸蚀方法和浸蚀时间等因素是否恰当。附件1为显示显微组织的化学浸蚀剂的成分和用途，浸蚀剂应根据表中的资料或操作者的经验正确地选择使用。磨面在浸蚀前必须冲洗清洁，用酒精去除油污，以免阻碍浸蚀。浸蚀操作有两种方法：浸入法及擦拭法。我们采用擦拭法，即用蘸有浸蚀剂的棉花在磨面上轻轻擦拭，因为一般浸蚀的时间都很短，用这种方法比较容易控制，擦拭动作要迅速，并注意观察磨面上光泽的变化，浸蚀时间的长短随浸蚀剂及试样而不同，要视具体情况而定，浸蚀好后，要立即用酒精擦拭并吹干，然后进行显微观察。若显微组织没有完全显示出来，必然是浸蚀过浅，可再继续浸蚀；如果组织色调过于灰黑，失去应用的衬度，则为浸蚀过度，纠正的方法是重新抛光，甚至再用细号砂纸重磨；如果浸蚀后组织模糊不清，不能代表合金的正常组织，这说明磨面表层的非晶形层仍然存在，需经多次洗涤抛光浸蚀，交替操作以除去之。

试样制备完毕后，要注意保护磨面，切忌与其他物件碰擦。在不观察时，一般将制

备好的试样放在干燥器内保存，以防止氧化生锈。

三、实验仪器、用具等

MDS400 金相显微镜、金相预磨机、金相抛光机、金相砂纸、玻璃板、抛光膏、4% 硝酸酒精、75%酒精、吹风筒、脱脂棉球、竹镊子等。

四、实验内容及要求

实验内容：

1. 领取试样、并选择不同型号砂纸共6张；
2. 按要求进行磨光、抛光和浸蚀；
3. 在金相显微镜下检查所制备的金相试样的质量。

实验要求：

1. 写出金相样品的制备步骤；
2. 分析制样中出现的问题, 并提出改进措施；
3. 掌握金相样品制备的基本技能，能够制备出基本符合要求的金相样品

五、实验思考与讨论

- 1、分析你所制备的金相试样的质量，总结制样过程中的经验教训。

附件1 常用化学浸蚀剂的成分和用途

浸蚀剂名称	成分	使用要点	适用范围
硝酸酒精溶液	硝酸1-5毫升， 酒精100 毫升	硝酸含量增加，则选择性减少，浸蚀作用加剧。浸蚀时间数秒至一分钟。	一般适用于碳钢及低合金钢，经各种处理后的组织，能合珠光体变黑，显示铁素体晶粒，能识别马氏体与铁素体。
苦味酸酒精溶液	苦味酸 4 克	常采用较浓的浸蚀剂，不能显示铁素体的晶界，浸蚀时间自数秒到数分钟。	一般适用于碳钢及低合金钢经各种热处理后的组织。能清晰显示珠光体、马氏体、回火马氏体、贝茵体及淬火钢的碳化物，能识别球光体与贝茵体、铁素体、马氏体及大块碳化物。
盐酸苦味酸酒精溶液	盐酸5毫升，苦味酸1克，酒精100 毫升	显示回火组织，需浸蚀15分钟显示晶粒大小，浸蚀时间自数秒至1分钟	显示淬火和回火后钢的奥氏体晶粒，显示回火马氏体组织。
氯化铁——盐酸溶液	FeCl ₃ :5 克 HCl:150 毫升，H ₂ O:100 毫升	浸入试剂内数秒钟	显示奥氏体镍钢及不锈钢的显微组织
中性苦味酸钠溶液	苦味酸钠 1 克	煮沸浸蚀 20 分钟	区别渗碳体及磷化物，前者不受浸蚀，后者受浸蚀。
碱性苦味酸钠溶液	苦味酸钠2克，NaOH25克水100毫升	用煮沸法浸蚀时间约 15 分钟，浸蚀后慢冷	一般碳化物易被染成黑色

铬酸水溶液	CrO ₃ 10克, H ₂ O100毫升	电解浸蚀, 以试样 为正极, 不锈钢为 负极, 相距为18-25 毫米, 电压6V, 浸 蚀 30-90 秒。	一切组织均能显示, 渗碳体最易 浸蚀, 奥氏体次之, 铁素体最慢。
氢氧化铵双氧 水溶液	NH ₄ OH(比重 0.88)5 分, H ₂ O ₂ (%)2-5 分, H ₂ O5 分	双氧水随含铜量增 减, 浸蚀用擦拭 法, 最好用新配的 双氧水。	适用于铀及铜合金浸蚀铝表铜 时表面形成的膜可以用弱格等 氏剂除去。
过硫酸铵水溶 液	(NH ₄) ₂ S ₂ O ₈ 20 10克, H ₂ O90毫 升	浸入冷的或热的试 剂	适用于纯铀、黄铜、青铜、铅 青铜、银镍合金。
氢氟酸水溶液	HF(浓)0.5 毫 升, H ₂ O99.5 毫升	用棉花揩拭3—5秒, 用水冲洗	适用于铝和铝合金的一般显微 组织显示。
草酸溶液	草酸2毫升水 100毫升	用棉花揩拭3—5秒, 用水冲洗	显示铸造镁合金或锻造合金
苛性钠溶液	苛性钠饱和溶 液 (NaOH)	浸蚀 20—120 秒, 和酒精冲洗	显示锡合金及铅合金
帕氏试剂 (Palmar- ton)	CrO ₃ (99.95%)2 00克 Na ₂ SO ₄ 15 克, H ₂ O1000 毫升	浸蚀法浸蚀, 浸蚀 后用下列溶液 CrO ₃ 200 克, H ₂ O1000 毫升	显示锌及锌合金
王水	王水或王水甘 油溶液	热浸蚀 1 分钟左右	显示金、银、铂及其合金