

金相样品制备和分析中的技巧及方法

魏建忠,王国红,宗 斌

(北京工业大学材料学院,北京 100022)

摘 要:介绍了一般金相样品制备过程中样品高度对制样过程的影响,以及特殊的镶嵌技巧;同时涉及了铜镍储氢材料样品制备的方法、技巧及效果,以及微差干涉技术在无铅钎料研究中的实际应用。

关键词:样品高度;镶嵌;储氢材料;微差干涉技术(DIC)

金相样品的制备在相当程度上是一个经验、技巧的过程;同时,由于新材料、新技术的应用,对于金相检验方法也提出了进一步的要求。笔者在实际工作中对一些制样的细节,以及在新材料、新技术的检验和应用上获得了一些经验和体会。

1 样品高度的控制

试样的几何尺寸实际上制约着样品在手工机械磨光和抛光过程中的平衡控制。如果在进行磨光前的取样和镶嵌阶段多留意一下样品最终磨制时的高度以及高度与磨面最小径向尺寸的关系,会有有效地提高工作的效率和效果。

受预磨机磨光盘直径的限制,金相样品的磨面通常介于 150~400mm² 之间(<150mm² 的试样先镶嵌,再磨制)。一般情况下,磨面越大,试样高度越低,稳度越大,越有利于对试样的平稳控制。因此,对于不需要镶嵌的样品,在截取样品时注意磨面的最小径向尺寸与样品截取后高度之间的比例关系,尽可能的情况下降低高度。为方便握持,通常取试样高度在 10~20mm 范围内。

需要镶嵌的试样,最终的试样直径规格为 22mm 和 25mm 的,其高度应控制在 12~15mm;直径为 30mm 和 40mm 的,样品高度应控制在 15~20mm,一般情况下应当偏低限。这就需要操作者在取样时注意原始样品的高度。

另外,考虑利用机械夹持的方式进行镶嵌时,夹具的制作应当考虑高度的限制,不要为了多次使用的考虑将夹具制作的高度突破 20mm,应当将夹具与样品作为一个整体来考虑。

2 管状试样内壁边缘组织的保护

内表面经化学、物理沉积或其它表面化学热处理后的管状试样,其内表面如果不经适当的保护,在磨光和抛光过程中很容易形成圆角,影响边缘组织的观察、记录和分析。根据有关资料介绍,可在镶嵌时在管状的内部加入少量加强型镶嵌填料,或在管内插入钢圆柱,使钢圆柱的直径尽可能接近管内径,但是,钢柱与试样边缘间的空隙内填料不密实,也容易出现圆角;同时,由于间隙内可能存留侵蚀液,在样品侵蚀后容易逸出造成侵蚀斑迹,影响样品的质量。若钢圆柱直径远小于管内径时,能被良好保护的表面范围非常窄小。当管状试样的内孔在 10mm 以内时,按图 1 所示,放一个螺钉后再镶嵌效果很好。

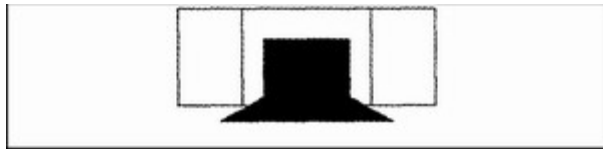


图 1 特殊镶嵌的示意图

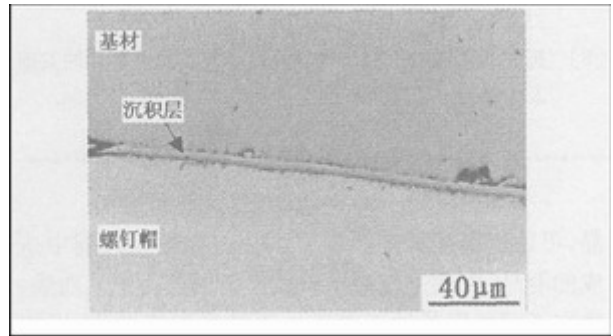


图 2 特殊镶嵌保护的效果

具体操作时,可以先将管状试样的观察面预先用粗砂纸磨光,然后如图 1 所示,寻找一个合适的螺钉,其螺帽部分直径大小超出管状试样内孔直径大小,注意填料填充均匀,避免出现歪斜。随后开始磨光操作。技巧上需要注意的是,一旦出现管状试样的磨面即可进入后续的磨光过程。图 2 是用该方法制备的试样,可见边缘组织保护良好,这种方法简单、方便,可选的观察和分析区域多。

3 对极脆的镧镍储氢合金特殊镶嵌方法

笔者在样品检验过程中,曾承接了一种 AB2 型(La,Ni)储氢样品,厚度仅 0.5mm 左右,是采用特殊的速凝技术获得的,要求观察横截面显微组织的生长情况。当用电木粉作填料,在 Q22 型镶嵌机上加热到 150℃,加压镶嵌,结果样品被压裂;用环氧树脂加固剂进行冷镶时,耗时较长。因样品极脆而且很薄,用手握持样品在预磨机的粗砂纸上的整平过程中,样品也脆断过两次。

经过摸索和借鉴他人的经验,笔者用如下方法,达到了镶嵌的目的。

将 3~4mm 厚的铜板用手锯分割成 12mm×12mm 的小块,经砂纸稍微整平后,在两块小铜片的一侧分别涂抹上一层 502 胶水,然后将适当大小的样品夹于两铜片之间,放置几分钟后即可进行磨、抛光。图 3 和图 4 是用上述方法制备的试样。样品不但未出现碎裂,而且组织清晰,显示了与模具接触面出现的等轴晶区与后来出现的柱晶区的区别。

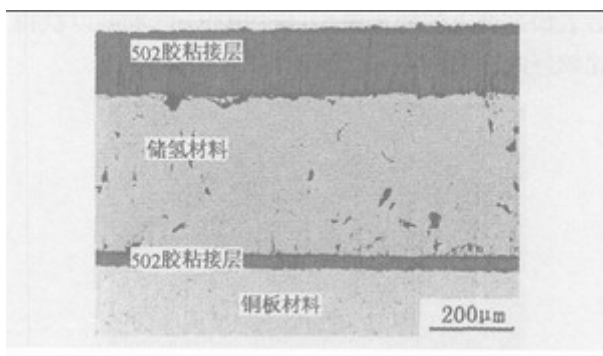


图 3 抛光未侵蚀

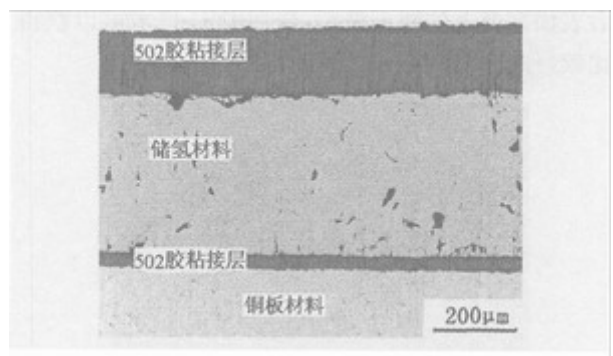


图 4 抛光后侵蚀 40s

需要说明的是,502 胶水的用量稍多,保证样品与铜板间存在一个完整的和接触紧密的胶水层,这样,在操作中用力握紧样品时,样品上受力均匀,局部承受的压强比较小,可以避免意外的脆裂。这种方法经济又简便易行,可排除镶嵌时压力和温度对样品的干扰,而且可保护样品的边缘以免在磨光和抛光过程中形成圆角。

4 DIC 技术的实际应用

微差干涉相衬法(DIC)在材料金相研究中的应用相对较少。简单讲,DIC 技术实现了样品表面不同组织组成物的微小的高度上的差别向具有色彩衬度差别的图像形式的转换。其图像具有浮凸感,具有丰富的色彩。一般,样品不用进行侵蚀即可进行观察。

在无铅钎料的研究中,对组织中的金属间化合物的研究是一个基本项目,在明场下观察必须进行样品的侵蚀。而钎料组织非常的软,样品表面容易出现变形层,侵蚀效果通常不是非常好。此时,利用不同化合物与基体在硬度性能上的差异造成的制样后表面高度上的微小差别,采用 DIC 技术可以获得比较好的图像效果,见图 5。

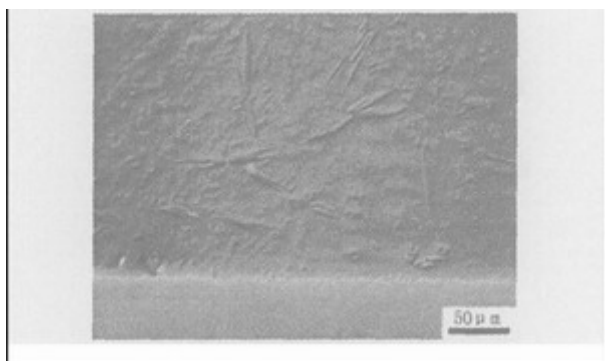


图 5 无铅钎料中的金属间化合物

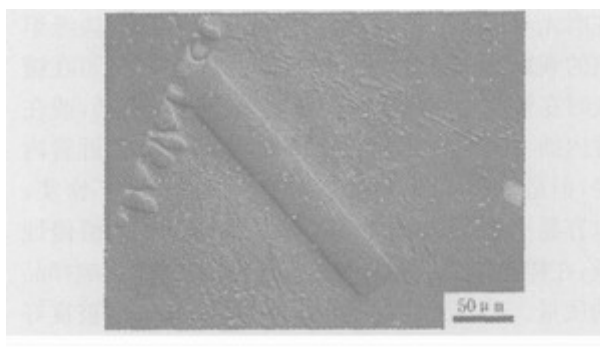


图 6 无铅钎料中的金属间化合物

但是,DIC 技术的应用决不是对样品制备的要求降低了,反而是更高,这里指的是对于样品磨、抛光技术的要求。划痕在 DIC 技术下一览无遗。样品制备的缺陷,在此时更是突出。在图 6 中的居中位置,与一个巨大的化合物呈 120° 夹角的一条划痕清晰可辨。