

略谈西德金相技术的发展趋势

郑运荣

西德是一个极为重视金相技术的国家,在光学金相设备、金相方法研究及金相技术的推广等方面发展极为迅速。本文结合我国的现状对其金相技术发展特点作一粗略的评述。

一、传统的金相技术正向整个材料领域渗透

金相学一般指以显微镜研究为主的那部分物理冶金。具体地说,金相学是物理冶金的一种研究方法,它以光学方法为手段对微观组织进行定性和定量观测。这里的光学方法是广义的,它既包括了光学显微镜技术,也包括了电子显微镜技术、离子显微镜技术和X射线显微技术。

金相技术最初只限于研究金属及其合金。但西德目前有许多领域都应用这种经典的金相技术。例如利用金相方法对矿物和陶瓷材料进行研究衍生出“陶瓷相学”,对金属陶瓷材料进行研究产生了“金属陶瓷相学”等。此外,对电子工业的电路板和电容器等元件也常切片作金相检查。所以西德有些科学家认为,既然凡有内部显微组织的材料都可用光学手段进行微观组织分析,建议使用“材相学”一词,而这一术语的应用便与整个材料科学和材料工艺紧密结合起来。的确,西德是朝这一方向迈进的,他们除了金相学会外,还有陶瓷相学会等学术机构。西德的金相工作者对金相技术有极为广泛的兴趣,甚至对中国古代瓷器的显微组织也进行了研究。

二、通用金相技术发展迅速

在整个金相领域内,有些技术早就带有通用性质,定量金相技术和断口金相技术就是一例。用截线法、网格法或图象分析仪等定量金相技术测定相的大小及分布适用于任何材料,

同样,断口分析方法也不受材料种类所限。然而没有一种通用的金相试样制备技术能适用于所有材料。正因如此,针对不同材料发展了不同的金相技术,这样就使试样制备技术变得种类繁多,而且相互之间常常缺乏通用性。特别是到了本世纪70年代,高速度的自动金相定量系统的出现使分析速度大为加快,传统的金相制样技术成了显微组织分析的最慢环节。于是,快速、准确、高反差的制片技术成了目前金相技术的关键问题。

金相试样的制备过程通常包括取样、镶嵌、标记、磨光、抛光、清洗和腐刻等步骤。虽然因试验目的不同不一定要经过上述所有步骤,但对任何试样来说,磨光、抛光和腐刻都是必不可少的重要步骤。现分述如下:

1. 切样

切样的方法很多,最常用的方法是高速砂轮切割。根据材料和横截面不同,采用一种高速转动消耗性的薄砂轮就能在15秒到几分钟时间内得到高质量、低畸变的切面。砂轮切割时最重要的参数是砂轮成分、冷却条件和转速。砂轮通常是由磨料(氧化铝或碳化硅)与树脂等胶合剂粘结而成,用不同的制造工艺可制成“软”砂轮(低抗磨性的)和“硬”砂轮(高抗磨性的)。一般说,“软”砂轮用于切割硬质材料,而“硬”砂轮用于切割软料。

金刚石砂轮片是目前广泛应用的一种切样刀具,它是把金刚石粘在金属薄片上制成的。开始时在一种叫ZAFABI高速锯上使用,所用转速达5600转/分,对切割硬度高脆性大的材料显示出了优越性。最近研制出了一种引人注意的低速(<300转/分)金刚石锯,它的商业牌号是ISOMET。用这种设备可切精细和难切的试样,如等离子喷涂层、线路板和花岗石。切

面很少畸变和崩块。

2. 磨光与抛光

磨光与抛光的作用在本质上是类似的,其目的是经过从粗到细的几个磨光或抛光步骤,除去试样表面变形层以便得到平整光滑的表面。由于磨光与抛光之间无明显的界限,且细磨和粗抛之间常常是重叠的,因此在西德习惯于把磨光与抛光一起讨论。

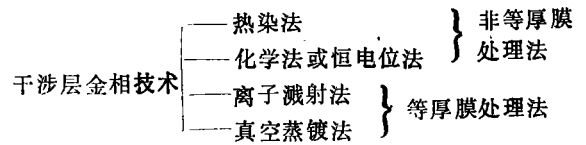
尽管磨光和抛光的方法多种多样,但机械磨光和抛光仍然是应用最广的。由于现代金相检验中常常需要制备大量的试样,手工的方法已有缺陷,需要广泛使用各种自动磨光和抛光机。这种设备实际上是在一个抛光盘上装上自动抛光/磨光附件。磨光最好用水磨,因为在磨样过程中水流带走了磨钝了的磨料,从而减小了变形层。用于磨光的磨料主要有 SiC 、 Al_2O_3 和金刚砂。用金刚砂作精抛磨料相当普遍,相应地采用短绒抛光织物。为了减少金刚砂在抛光过程中的失散,抛光盘的转速大大降低,最低的转速达175转/分。

目前,西德一些实验室采用 Buehler 公司生产的一整套金相制样设备就可以满足多种材料的制样要求。就连纯锆与陶瓷组成的复层试样经金刚石抛光后,软而韧的锆和硬而脆的陶瓷均能同时得到满意的抛光表面。

3. 试样的腐蚀

腐蚀方法很多,近年来发展最快的是恒电位腐蚀和物理腐蚀。这些方法组成了当前金相学中发展最快的技术——“干涉层金相技术”。该技术的主要优点是产生鲜明的色差或高的黑白反差。其主要步骤是在已经抛光的金相试片磨面上用各种方法产生一层厚度为 400~5000 埃的透光薄膜,当白光入射到该透光膜时,在空气-薄膜界面上的反射光与光线进入薄膜后,在膜-金属界面上反射到膜表面再经折射到空气中的光束发生干涉效应,最终形成色差。已经造成了色差的金相磨片如果在显微镜观察时选择合适的滤波片(入片),就能在各相之间得到最佳的黑白反差。这种方法在定量金相中得到

了广泛应用。目前根据形成膜的处理方法不同,可把干涉层金相技术用下图表示。



非等厚膜处理是根据晶粒各向异性或不同相之间存在成分的差别,在上面形成的膜厚也不同,因而出现不同的干涉颜色。化学着色腐蚀是通过简单的沉淀或轻微的腐蚀作用和置换反应,在试样表面某些相上形成一层氧化物、硫化物或其它反应产物的薄膜。常用的化学着色剂是一些偏亚硫酸盐、硒酸和钼酸盐类。恒电位彩色腐蚀是利用恒电位仪进行的,根据试样的不同可以选择合适的电位和电解腐蚀液,最终在试样表面上形成钝化膜,由于在不同相上膜的生长速度不同,膜厚也不同,因而产生干涉色。10% MnSO_4 水溶液是最常用的一种恒电位彩色腐蚀液。

等厚膜干涉层金相技术是近年才发展起来的新技术。它克服了非等厚膜干涉层金相技术的一些弱点,即当相的化学性质相近时,最终在这些相上沉积的膜厚差别很小,因而不可能造成很强的颜色差别。另外,一些多孔材料和陶瓷材料很难用上述方法着色,这给相鉴别工作造成困难。所幸的是相的物理光学特性常常是不同的,所以当试样表面在真空下蒸镀或离子溅射一层高折射率均匀厚度透光膜时,由于各相对光线的反射率和吸收率不同,通过膜的作用可以增强两相反差或产生色彩。

真空蒸镀是在 10^{-5} 巴的真空蒸镀仪上进行的。在钨或钼舟上通电加热到 800~1200℃,使放在上面的溅射物质蒸发沉积在试样上。最常用的镀膜物质是硫化锌、硒化锌和碲化锌。

离子溅射是在一种称为“反衬装置”上进行的。它是一个带电子枪的真空室,有一个1,8千伏(可调)的高压装置。试样作为阳极,根据试样不同,阴极可用铅、铂、铁等材料。当真空室内充氧高压放电时,就能在试样表面上形成一

层阴极材料的氧化膜。

目前等厚膜干涉层金相技术已成功用于铝合金、不锈钢、耐热钢、高温合金、等离子喷镀层以及陶瓷材料的多种金相试样的高反差及彩色显示,实现了显微组织显示方法通用性这一要求,为此,西德Buehler教授著的《干涉层金相图谱》一书得到国际金相学会的好评。由于干涉层金相技术已经普及,西德在金相方面的一些论文、专著中的金相照片以及讲学用的幻灯片都极广泛地采用了彩色金相照片。

三、注重新技术的转移

在西德,对金相技术的发展是很重视的,一些研究机构和大学都有专门从事金相技术发展方面的研究工作。而这些研究成果往往为西德的金相设备制造工业所采用,形成定型设备。由于投入了专门从事金相方法研究的力量,所以其他学科一些技术就很快直接用于金相方面。例如,等厚膜干涉层技术的基础工作来源于物理光学,而这种技术在金相领域走向实用化时又受传统的光学仪器制造技术的影响,因为显微镜物镜或其他光学仪器的镜头都要进行镀透光膜处理。所以无论从理论还是从实践上都有现行资料作借鉴,关键是要有从事金相研究方法的人进行技术移植工作。在西德这方面做得较好,甚至连教授们也乐于做这类工作,而且确有成效。有些知名的教授既教学又搞科研,有些人还兼做金相专业杂志的编辑,对工厂新设计和定型投产的金相设备信息很灵。这种做法值得我们借鉴。

四、今后的发展趋势

根据西德物理冶金学会1980年金相学会会议上提出的一篇评论认为,进一步发展下列金相学课题具有现实意义:

- 1.继续使金相技术和方法用于其他领域。
- 2.使现有的金相试样制备技术进一步自动化或完全自动化可保证金相试样质量的均一性,从而使显微组织的自动定量计算成为可能。

3.显微组织显示的重现性:对干涉层显微术的数据整理与计算。

4.提高高分辨率电子显微镜与扫描电镜分析的准确度。

5.显微组织的三维成像。例如利用声学显微镜对厚度为几毫米的单个不透明样品进行光学鉴定。

6.统计方法在定量金相学中的应用。在统计的基础上建立材料组织与性能之间的定量关系。

※ ※ ※

(上接第51页)

- ctrochem Soc.,123(1976)S.285-289.
- [17] Johannessen,T.R.,Lindstrom,J.N.,J. Vac.Sci.Techol.,12(1975)S.854-857.
- [18] Fahina,D.等,应改进的CVD法在钢和硬质合金上获得耐磨的硬质材料涂层,第一届国际热处理大会论文集集中译本,203.
- [19] Inzehofer,A.,Fachberichte fuer Metallarbeitung,Vol.61,No.3-4(1984).
- [20] Bell,G.,Kegel,B.,Metalloberflaeche 36,(1982)H.5,S.227-230.
- [21] Konuma,M.,Kanzaki,Y.,Matsumoto,O.,J.of the Lesscommon Metals,75(1980)1-5.
- [22] 李世直,黄午,杨洪顺,王恕忠,《真空》,No.6(1983)1-7.
- [23] Metalloberflaeche ,37(1983)H.10, S.443.
- [24] Liedtke,D., HTM37,(1982)H.4,S.160-165.
- [25] Demny,J.Wahl,G., HTM37(1982)H.4, S.166-173.
- [26] Archen,M.J.,Yee,K.K., Wear,48(1977)237-250.
- [27] Oldewurtel,A., Baender,Bleche,Rohre,25(1978)83,86,137-141.
- [28] Kubert,M.,Woska,R.,Werkstatt und Betrieb,116(1983)S.241-250.
- [29] Zamann,Fr.,u.a.,Masch-Markt,86(1980)S.467-470.