

# 扫描电镜下材料的显微组织

北京航空航天大学 许昌淦

扫描电镜 (SEM) 金相分析法具有光学金相法所难以比拟的优点; 在 SEM 下, 可以方便地从 40~20000 倍范围自由调节放大倍率, 观察到在普通光学金相显微镜下所不可能看到的材料的立体图像。恒电位深腐蚀法是目前已知的制备扫描电镜用试样的最有效的方法。推广应用这种方法, 可以更有效地分析金属材料的微观组织, 扩大扫描电镜在微观分析中的应用范围。

## The Microstructure of Material under Scanning Electro-Microscopy

Xu Changan

(Beijing University of Aeronautics and Astronautics)

The metallograph analysis method with scanning eletro-microscopy has been available obviously than with light microscopy. Under SEM we could conveniently unreservedly exchange magnifyinng power and observe the three-dimensional stereopictures of material microstructure which could't been observed under light microscope. The stationary potential deep-etching method is most available than other method to prepare for metallograph analyses on SEM. If popularized this method that would be effective to analyze the microstructure of metals and to increase applicable range of SEM in metallograph analysis.

### 一、前 言

扫描电镜目前在工业生产中已广泛用作研究材料断口形貌和进行成分分析的工具; 但用以分析材料的组织形貌和进行结构分析, 还停留在实验室研究阶段。主要障碍在于整块金属材料的金相试样制备技术受到技术条件的限制, 只能满足光学金相显微镜的要求。在扫描电镜上, 无论是观察二次电子像, 还是观察背反射电子像, 都要求有较强的反差。金属断口由于断裂过程中自然在断裂表面形成较明显的凸凹不平, 能满足 SEM 观察的要求; 而一般的金相试样, 则必须人为地制备出反差特别大的待观察表面, 才能在 SEM 上清晰成像。化学浸蚀是最先应用深腐蚀制样的方案。化学腐蚀需要较长的时间, 同时, 当基体受到深度浸蚀时, 其腐蚀产物容易残存在未溶的第二相表面。这种附着物不易用一般的酒精等溶液清除, 影响随后的组织观察。此外, 化学浸蚀剂因长期保存, 还有化学反应及挥发的作用, 使成分发生较大变化而影响到选择腐蚀效果的稳定。

电化学浸蚀法是制备扫描电镜用试样的另一种有效的方法。通常在选定电解液-电极系统中, 利用恒电位下稳定的选择性腐蚀作用, 可获得衬度良好、立体图像清晰的显微组织。

自 60 年代以来, 恒电位法已用来制备扫描电镜下分析显微组织的试样。我们根据 SEM 用试样制样技术的发展, 为充分发挥 SEM 在观察材料微观组织中的潜在作用, 进行了在 SEM 下研究金属材料显微组织的试验。

### 二、试验方法

采用恒电位深腐蚀法制备 SEM 分析组织用试样。HDV-7 型晶体管恒电位仪提供了稳定电位下深腐蚀。在封闭式电解槽中, 由试样阳极、甘汞参比电极与铂阴极组成三电极系统中制备 SEM 用试样。

试验用材料的化学成分除 T12 过共析碳钢为含 1.2% 碳的高碳钢外, 其余铝合金的成分见表 1 所示。

表 1 试验用铝合金中合金元素及其含量(wt%)

合金	Si	Cr	Ni	Ti	V	B	Cu	Mg
铝硅	11.7	-	-	-	-	-	-	-
铝铬	-	4.0	-	-	-	-	-	-
铝镍	-	-	15.0	-	-	-	-	-
RR350	11.5	-	0.9~1.2	0.1	-	-	0.8~1.5	0.8~1.3
铝钛钒硼	-	-	-	9.5	4.89	0.92	-	-

铝基合金深腐蚀采用高氯酸:酒精=1:4 体积比的电解液, 维持在 10℃ 以下环境中浸蚀 10~15min, 恒电位值在 500mV 以上。而 T12 钢则用 10% 硫酸锌水溶液作电解液, 在 10℃ 左右以 -400mV 恒定电位浸蚀。

在 Neophot II 型显微镜下研究光学金相组织, 在 S-500 下研究 SEM 组织。

### 三、恒电位深腐蚀及 SEM 分析材料 显微组织的结果

相对于热氧腐蚀法和离子轰击法而言, 恒电位深腐蚀

法由于它的重现性好、操作简便、不需要很复杂的制样设备等优点,已广泛用于制备 SEM 试样。我们采用深腐蚀制样技术,利用 SEM 分析材料微观组织的技术,在下面几个方面获得进展。

### 1.用于突出表现材料显微组织的立体形态,丰富了材料微观组织已有的认识

M.G.Day 等曾研究了铝硅合金经钠变质后的共晶组织。使用了长期在稀盐酸溶液中化学腐蚀法制备试样,在 SEM 下观察其放大 2500~12000 倍的共晶显微组织中硅晶体呈纤维状无序分布;改善和充实了过去在光学金相显微镜下所看到的共晶硅的针状形态。我们用恒电位深腐蚀法制得的铸造铝硅二元共晶的 SEM 图像证实了 Day 得到的结果,共晶铝硅合金的显微组织如图 1 (b) 所示。为了对比,在图 1 (a) 中示出同一试样的光学金相组织。

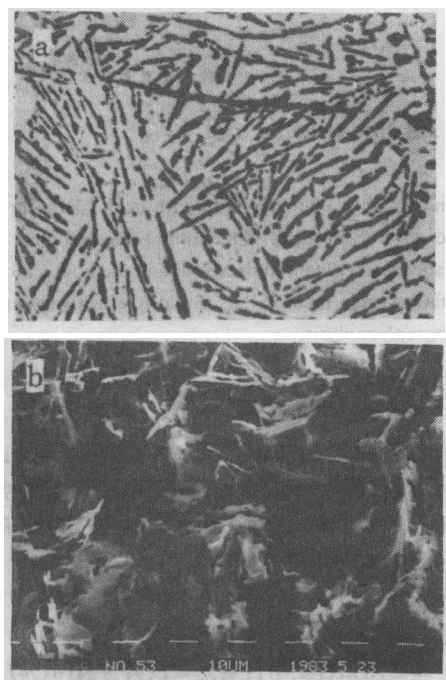


图 1 铸造铝硅二元共晶组织的光学金相照片(a)和 SEM 图像(b)

从图 1 中可以看出:未变质的铝硅共晶中,图 1 (a) 的光学金相图上只能看到硅晶体呈针状无序地分布在铝基体上;而在图 1 (b) 的 SEM 图像上则明显地表现出针状硅的立体形态是多棱棒状的。这与 M.Holmanova 在对比变质前后铝硅共晶中硅晶体的 SEM 形态由棒状变成粒状的实验结果吻合。

钢中珠光体的形态也能通过 SEM 图像得到加强。图 2 中对比了 T12 过共析碳钢的显微组织形貌。

在图 2 (a) 的光学金相图上只能看到原奥氏体晶内不同方位的珠光体晶区和晶界上的薄层先共析渗碳体;而在图 2 (b) 的 SEM 立体图像上看到原奥氏体晶界上先共析渗碳体是一层连续的薄壳;珠光体中共析渗碳体也是一组方位大致平行而粗细极不均匀的片状物。这种图像,大大丰富了对钢中过共析组织的认识。

### 2.从材料组织的立体形态分析结晶过程

图 3 表示铝铬 (a) 和铝镍 (b) 合金显微组织的 SEM 图像。

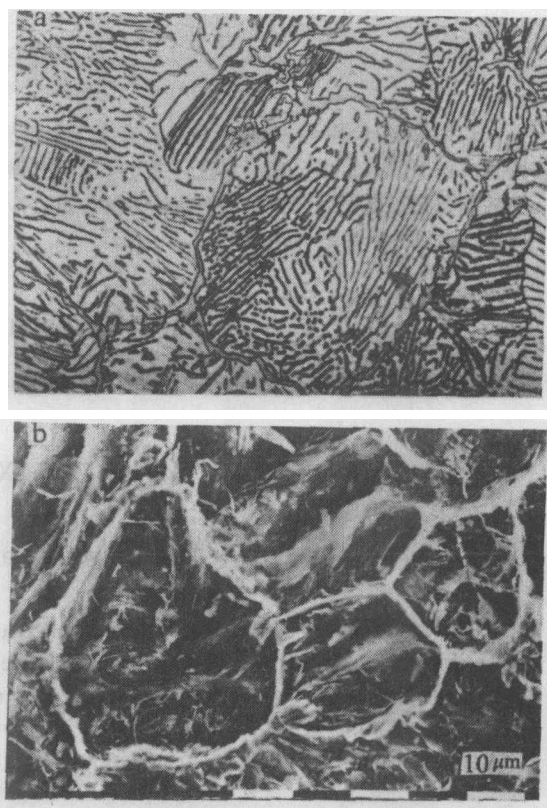


图 2 过共析钢 T12 退火组织的光学金相照片(a)和 SEM 图像(b)

铝铬二元合金组成包晶反应状态图,包晶点含 0.8%wt 铬;图 3 (a) 中为含 4.0%铬的过包晶铝合金,凝固时液态中析出的初生  $\theta$  相 ( $\text{CrAl}_7$ ) 呈方块状保存在  $\alpha\text{-Al}$  基体中,为包晶反应后残存的产物。由于  $\theta$  相具有正方点阵,从液相中析出时,呈多角形台阶生长。图 3 (b) 为铝镍二元过共晶组织。由于 Al 与  $\text{NiAl}_3$  组成的共晶成分中含 5.7%镍,所以铝 15.0%镍合金凝固时首先析出过共晶的  $\text{NiAl}_3$  相,呈无规则的多棱形块状。达到共晶温度后,共晶  $\alpha\text{-Al}$  与  $\text{NiAl}_3$  ( $\beta$  相) 呈细棒状或薄片状在不同的方位共同析出。H.B.Smartt 认为共晶体的不同形态是由于凝固速度不同的结果。与我们的结果不同的是,他们是从  $\alpha\text{-Al}$  与  $\text{NiAl}_3$  ( $\beta$  相) 共晶组织的截面形态呈圆形和薄片状椭圆形所得到的结论。显然,  $\alpha\text{-Al}$  与  $\text{NiAl}_3$  ( $\beta$  相) 共晶的立体形态补充证实了他们的结论。

### 3.显示在光学金相显微镜下无法分辨的细小弥散质点

图 4 为一种铝钛钒硼四元合金的显微组织。

这种合金的化学成分为 9.5%钛、4.89%钒、0.92%硼,其余为铝;此四元合金的相组成为  $\alpha\text{-Al}+\text{TiAl}_3+\text{VAL}_7+\text{BAL}_2$ 。图 4 (a) 的光学金相组织中除明显的长条状  $\text{TiAl}_3$  和块状的  $\text{VAL}_7$  外,点状的  $\text{BAL}_2$  轮廓模糊,仅隐约可见其大致外貌。而在图 4 (b) 的 SEM 图像上,除较清晰地显示出密集点状的  $\text{BAL}_2$  外,分散析出的细小  $\text{BAL}_2$  相也在  $\alpha\text{-Al}$  基体上显示出来。

### 4.利用立体图像增加微观组织的层次,便于分辨复杂

相组成的组织



图3 铸造铝4.0%铬二元合金(a)和铝15.0%镍二元合金(b)显微组织的SEM图像

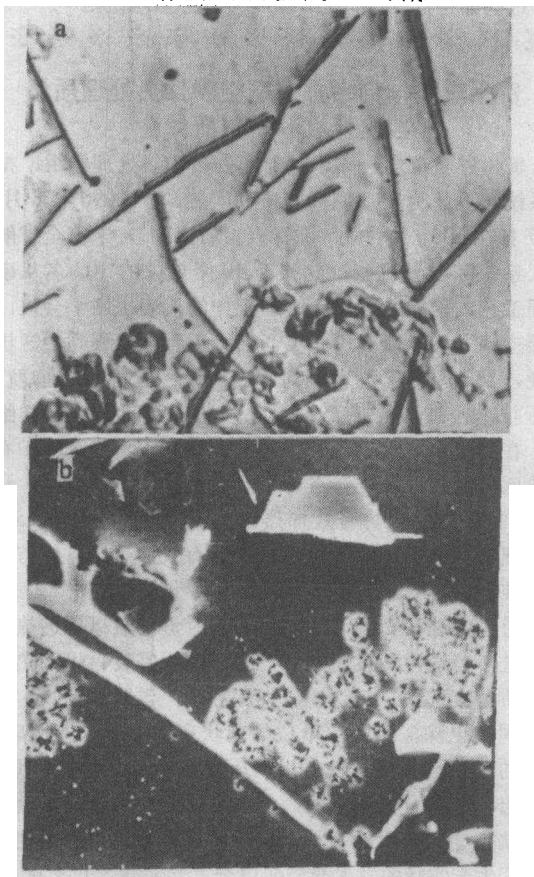


图4 一种铝钽钒硼四元铸造合金显微组织的光学金相照片(a)和SEM图像(b) × 800

图5中示出一种耐热铸造铝合金的光学金相组织照片(a)和SEM图像(b)。这种耐热铸造铝合金中含11.5~13.5%硅、0.8~1.5%铜、0.8~1.3%镁、0.2%铁、0.9~1.2%镍、0.1%钛,其余为铝。图5(a)的光学金相组织中可以根据第二相受浸蚀的深浅和形态区分出汉字形的 $Al_5FeSi$ 相和块状的 $NaAl_3$ 相;而细点状的 $Mg_2Si$ 相和针状的共晶硅相则很难区分开来。但图5(b)中的SEM图像则可以由结晶中心向周围散开的短棒状的共晶硅与均匀分布在 $\alpha-Al$ 基体上的弥散分布的细粒状的 $Mg_2Si$ 相将两者区分开来;即使两种图像的放大倍数相近,SEM图像也将得到较好的效果。

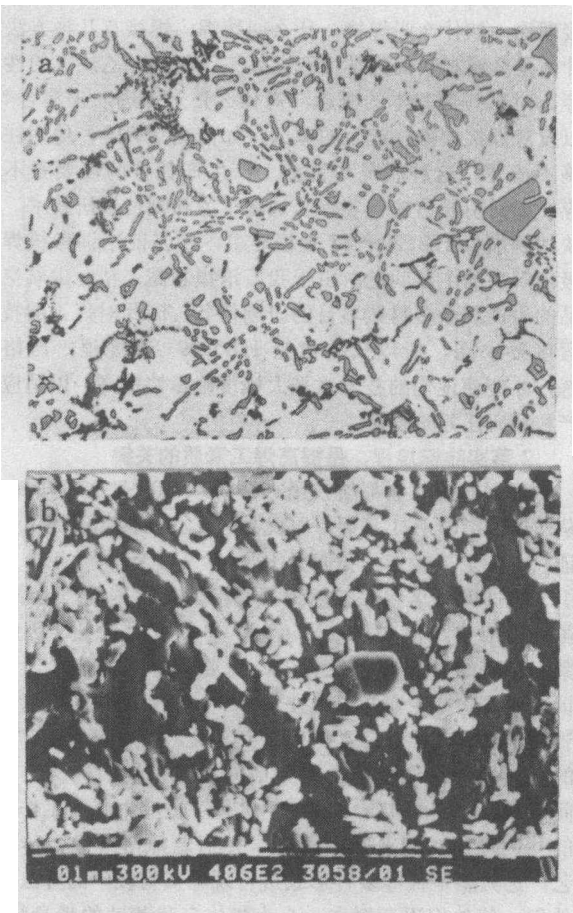


图5 一种耐热铸造铝合金的光学金相组织照片(a)和SEM图像(b)

四、结论和推论

- 1.SEM金相分析法由于其具有能在较宽的范围内(40倍~20000倍)连续调节放大倍率,而深腐蚀制样法较薄膜透射电镜制样制备法,甚至比一般光学金相制样制备法都更简单,因而具有很大的发展前景。
- 2.由于SEM设备上普遍配置有波谱仪或能谱仪,可以很方便地在深腐蚀的SEM用试样上同时进行合金相的成分分析和形态分析;类似在TEM上同时进行合金相的结构分析和形态分析一样,这种方法将对材料的研究产生深远的影响。

(参考文献略)