

偏光干涉在钛合金金相分析中的应用

北京航空材料研究所 王小娥 袁高鸣 苏祝君

一、前言

随着材料科学的发展,对金相分析技术提出了更高要求。彩色金相技术在 1954 年以前就曾有人研究, L.Habraken 等人,用加热氧化法对金属进行着色,得到了彩色薄膜。1964 年又有人研究了化学彩色腐蚀法,以 E.Beraha 为代表研究出许多彩色试剂,在鉴别黑色金属及部分有色金属时应用较为广泛。1973~1978 年, H.J.Schiller 及 G.Herbsleb 等人使用恒电位腐蚀进行着色, W.Pepperheff 等人,将试样放在真空镀膜机中镀上一层薄膜以获得彩色。此后不久,又采用了偏光干涉法,调整起偏镜或检偏镜角度,以获得鲜艳的色彩。从此,彩色金相技术在国内外得到日益广泛的采用,以此来拓宽光学显微镜使用范围,使传统的金相焕发出青春活力。

彩色金相技术,是通过物理或化学方法,在合金样品表面上形成一层干涉膜,利用光的薄膜干涉效应,使不同的相呈现不同的干涉色,通过彩色衬度对组织进行显示。由于人眼对色彩的差异反映敏感,可以分辨数以千计的彩色色调,而对灰色色调只能分辨几种,因此彩色金相在鉴别显微组织中起着重要作用。

作者结合从事的钛精铸件性能与组织分析工作,对热染法、化学浸蚀法及衬膜偏振光干涉法等各种着色方法进行了探索,经分析对比,衬膜偏光法适应性强,技术效果好,经济效益也明显。为适应彩色摄影的需要,相继对 МИМ-8 及 Neophot-I 等 50 年代产的显微镜进行彩色摄影的探索试验,经过改装后的 Neophot-I 金相显微镜不仅能拍摄黑白片,而且还能拍摄彩照;不仅能用单页胶片,还能用 135、120 胶卷,扩大了设备应用范围。

本文着重介绍彩色金相技术中的衬膜偏振光干涉原理及应用效果。用这种方法获得了有关铸造及变形钛合金的高低倍组织及氢化钛、硅酸盐等夹杂物的各种彩色照片。此法优点是:1.操作简单,重现性好;2.易于辨别组织细节,可提高鉴别率;3.能观察钛中某些夹杂物的形貌及光学特性;4.能观察晶粒位向;5.可充分发挥显微镜附件的潜力,扩大应用范围,大大增加了从试样上获得彩色金相的信息量,值得推广应用。

二、方法与原理

将经过磨制、抛光、化学腐蚀(或着色)的样品,放在配有偏光装置的显微镜上进行观察。本工作获得了较好的干涉色,这与双反射有关。钛合金化学浸蚀复膜后,表面上形成光学各向异性的薄膜。衬膜样品在偏光作用下,由于膜的光学各向异性及金属组织所对应的膜表面形貌,使反射偏光

变成椭圆偏光,其椭圆程度决定于晶粒位向、膜的厚度、膜的光学性质以及入射光的波长。同时,由于膜的表面形貌各部位的微小差别都会引起光程差的改变,从而增加了干涉效果。

在正交或接近正交的光路中,在起偏镜与检偏镜中间加入色敏片,可以提高色的衬度。色敏片是单轴双折射晶体,在光路中,其晶面与入射偏光垂直。白色直线偏光透过色敏片后,使各种波长的光均分成了两个相互垂直的分振动—o 光和 e 光,并且有一定的光程差。透过检偏镜后,二者的振动面转到同一方向或为相干偏光。膜的表面形貌所引起的光程差与 o、e 的光程差相叠加,进一步增强干涉彩色效果。组织中各相的相对色彩,将随两偏振片偏振轴的夹角,及其与波片光轴的夹角而改变。

三、应用实例

1. 清晰显示 ZT4 合金 β 晶粒内不同位向的 α 集束特征

ZT4 铸造钛合金组织中,因含有较多的具有密排六方晶格的 α 相,这种相在不同的晶体学方向具有不同的光学特性,即各向异性,在偏光下反映极为灵敏。图 1 为 ZT4 合金铸态组织。图 1(见封三)表明,用偏振光干涉法获得的彩照可清晰地显示出原始 β 晶粒的轮廓和 α 集束的差别。同时也印证了 E.Beraha 博士在彩色专著中所述的“金相试样表面所生成的某种成分的干涉膜与晶粒的晶体学位向有关”这一论断。当旋转载物台时,可见 α 集束的色彩发生变化。

2. 显示 ZT3 铸造高温钛合金组织特征

ZT3 铸造钛合金是我国自行研制出来的 500℃ 下长期使用的合金。该合金是一种含 β 稳定元素 Mo 较高的 Ti-Al-Mo 系合金,同时合金中还添加了快共析元素 Si 和 Ce,它属于 $\alpha+\beta$ 型合金。由于组织中 Si、Ce 弥散化合物析出,使合金具有足够的高温性能,其组织特征是在 β 相基体上 α 片状呈网篮排列,并存在原始 β 晶界,从图 2(见封三)可看出,试样同一部位用明场(a)与彩色偏光干涉法拍摄的组织照片(b)和封面照片比较,后者能清晰见到 β 晶粒内 α 相编织排列特征。

3. 显示变形钛合金魏氏组织

图 3(见封三)为 TC11 钛合金锻粗变形后的魏氏组织。当用明场观察时,分辨不清这种状态下合金的组织细节。而用彩色偏振光干涉法观察时,组织中针状 α 及 β 晶界清晰可见,鲜艳别致的图象展现出一幅颇似峪谷春晓的美景。

4. 显示 TC4 合金板材焊缝异常组织

用偏振光干涉法拍摄了一套(22张)有关TC4合金板材(厚1.5mm)在手工氩弧焊过程中因保护不良产生液态氧化和固态氧化的焊缝组织照片。图片能清晰地观察到晶界氧化及个别晶粒内,因熔池氧化沾污而形成的夹杂物形貌。图4(见封三)为TC4焊合金板材氩弧焊产生液态氧化时,焊缝处晶界氧化及晶内夹杂物特征图片。

5.显示钛中硅酸盐夹杂物本来的光学特性和面目

一般在明场照明时,光线透过夹杂物并在其与金属的界面处反射出来的光,被金属的基体处的反射光混淆,一同进入物镜,因而不能显现出夹杂物的透明度和固有色彩。而用偏振光观测时,因金属基体处的反射光仍为直线偏光,故全部被正交的偏振镜所阻挡,呈黑暗消光状态。而夹杂物的反射光,则变为椭圆偏振光,能透过检偏镜,使夹杂物以本来面目清晰地呈现于视野中。

在铸造ZT4合金作低倍分析时,观察到其中存在着球状夹杂物。为确定其性质,用偏振光干涉法进行了试验。发现它具有硅酸盐夹杂物的特征,可观察到暗十字架的绿色环见图5(封三)。

四、操作要点

彩色金相利用颜色衬度来识别组织,不仅需要照片艳丽多彩,更重要的还要能显示出一些黑白金相难以区分的组织细节,从而提供更丰富的信息,提高鉴别能力,使光学金相得到新的发展。

彩色金相技术的核心问题是颜色衬度,关于如何更好地获得与控制颜色衬度,根据多年试验研究,认为必须从以下几方面予以控制和选择。

1. 在彩色金相摄影中,亮度、饱和度和色调是影响质量主要因素。其中色调是彩色衬度的最基本条件,而色温又是影响色调的重要因素,因此必须注意选择光源色温与彩色胶片色温的一致性。一般色温高的蓝色成分多,色温低的红色成分多,若用钨丝灯作光源,可加一种80A光平衡滤光片以提高色温。若用氙灯作光源,因其色温高约6000K,并有蓝色色调,可不加光平衡滤光片。用柯达日光型胶片进行拍摄均能获得较好的效果。

2. 为获得足够的颜色饱和度,金属试样必须进行预腐蚀,用化学方法形成的非均匀膜具有一定的吸光效果,可降低金属表面的反光能力,预腐蚀还能消除磨光表面的变形层,使组织能真实地显现出来,化学法所形成的非均匀膜,其厚度、成分及结构的不均匀以及其它引起表面化学性能差异的因素,都能从颜色衬度上反映出来,从而能得到较好的颜色饱和度。

化学预腐蚀的关键在于正确选择试剂,对钛合金选用含氟化氢铵及氢氯酸硝酸液的试剂均能获得较好的效果。

3. 欲得到优质的彩色照片,还必须注意样品表面的制备质量。如样品表面制备不好将产生变形层。此层的存在可能掩盖金属的真实色彩组织,因为变形层中,金属的光学性质会发生变化,而且其厚度超过光线渗透的深度,使光线散射,从而形成失真的彩色显微组织。所以用电解抛光制备试样质量比较好。另外,试样抛光后必须立即清洗吹干,若水

迹覆盖在抛光表面也会形成水膜,将使通过水膜的光线产生折射,也会造成色彩失真。

五、结 论

1. 彩色偏光干涉,是由于在试样表面上衬以光学各向异性薄膜的表面形貌所产生的双反射引起的。在光程中加入色敏片可以进一步提高彩色衬度。

2. 用偏光干涉法可以得到ZT4、ZT3、TC4、TC11等不同牌号的钛合金,在不同状态下的彩色组织照片。不仅能清晰地显示各原始 β 晶粒的轮廓和取向差别,而且明显的色差还能清晰显示亚晶组织细节。

3. 正交偏光下,能观察钛中硅酸盐夹杂物的固有色彩、透明度和光学特性。

4. 彩色金相相对复杂合金相的鉴别具有明显的优越性,根据彩色金相提供的颜色信息,配合电子探针成分分析,是鉴定复杂合金相的有效方法。

参考文献(略)

NEOPHOT 大型金相显微镜 新摄影装置研制成功

配上新型摄影装置 增加二种摄影功能
节省1/2摄影费用 不影响原设备精度

由航空航天工业部621所等有关单位最新研制成功的XS9020-1, XS9035-1新摄影装置是可装配在Neophot-I、II型金相显微镜上专用的附加摄影装置。XS9020-1可在原显微镜上用120胶卷摄影,画面片幅为60mm×70mm; XS9035-1可在原显微镜上用135胶卷摄影,画面片幅为24mm×36mm(机身为“美能达”X-700)。Neophot-I、II型金相显微镜如果装备上XS9020-1和XS9035-1连同原单页底片(90mm×120mm)装置,它就可具有3种不同的摄影功能。目前这种装置在国内尚属少见。

XS9020-1和XS9035-1经反复实拍及有关单位鉴试证明:该装置效果良好。用这两种附加摄影装置拍摄的金相照片(黑白、彩色)图像清晰、色彩饱和;在原显微镜上装配使用,并不影响原显微镜的精度和正常的操作;用120胶卷代替3寸底片,可节省1/2以上的摄影费用。由于该项改进技术具有实用性和较高的经济价值,并在国内外尚属先例,故已申报专利。为使该新技术尽快推广应用,有关人员正积极准备定型投产和组织技术培训工作。有关XS9020-1和XS9035-1摄影装置的技术咨询和定货等问题,欢迎来电联系。航空航天工业部所属单位可优先、优惠供应。

XS9020-1和XS9035-1全套摄影装置价格5000元左右。

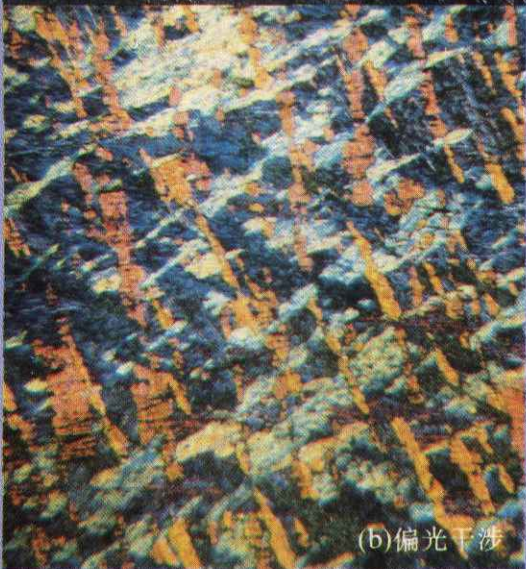
来信请寄:北京81信箱62分箱

联系人:袁高鸣

电 话:2560261-241或522



(a)明场



(b)偏光干涉

图2 ZT3 铸造高温钛合金组织

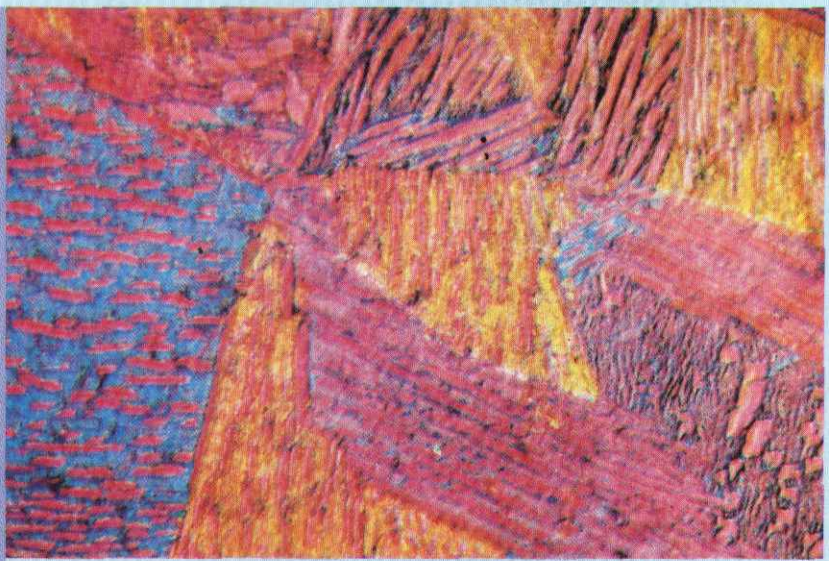


图1 ZT4 铸造钛合金组织

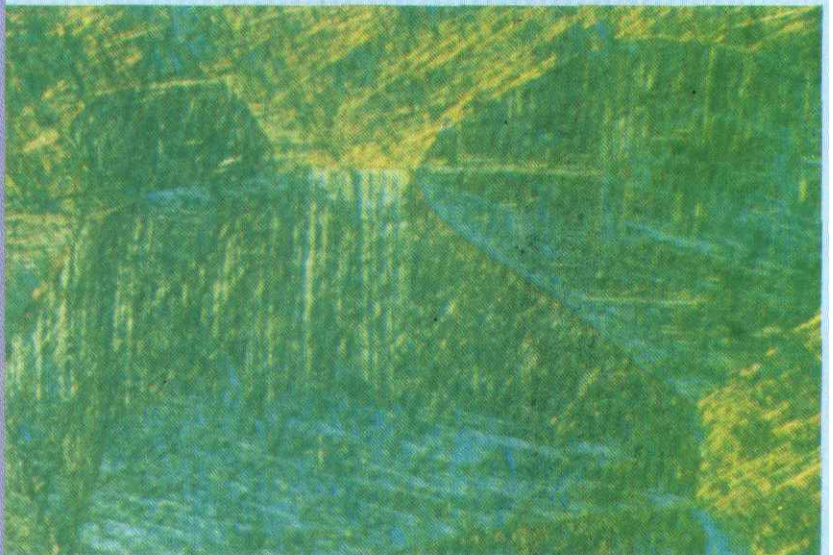


图3 TC11 钛合金变形组织

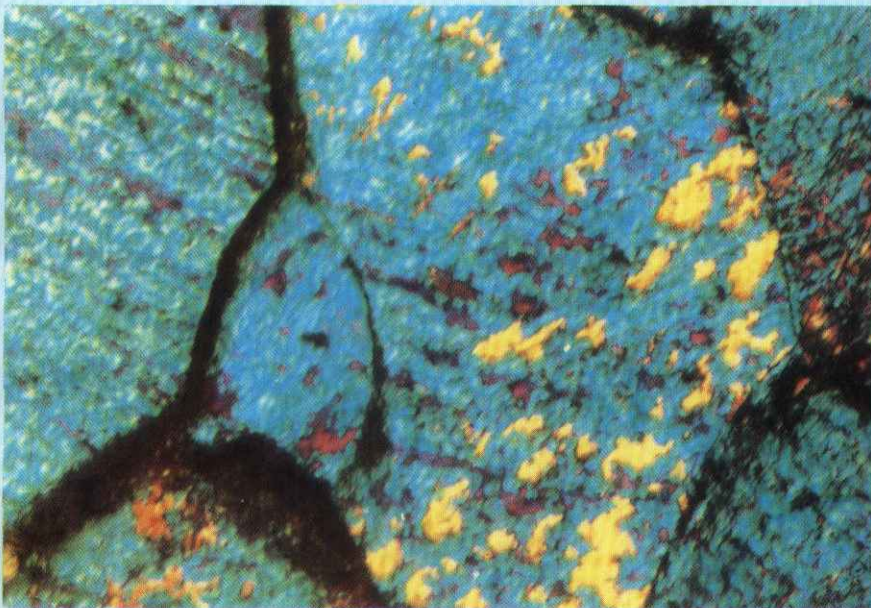


图4 TC4 钛合金氩弧焊液态氧化状态



图5 硅酸块杂物形貌