

彩色金相技术的浅析与应用

李永德, 张培, 毛振宁, 刘明艳, 曹彩玉

(河北工程大学材料科学与工程学院, 河北邯郸 056038)

摘要: 利用“黑白衬度”金相和彩色金相技术研究五种铁碳合金(热轧态 37Mn5、中温回火 65Mn、铸态 QT400-18L、热轧态 P92 超超临界钢和退火态 20 钢)和一种钛合金(热锻后淬火)的金相组织。研究表明,“黑白衬度”金相仅能用来观察传统碳钢和低合金钢的金相组织,试剂一(40 mL 水+1 mL 稀硝酸+0.5 g 钼酸钠)、试剂二(盐酸(35%)+蒸馏水=1:5 体积比(共 100 mL)+0.5~1 g 的焦亚硫酸钾)和热染法三种彩色金相方法能够清晰地观察球墨铸铁材料 QT400-18L 的铁素体基体晶界,且三种方法在操作性方面均较容易实现。热染法也可用来观察工业上批量化生产的碳钢和低合金钢的金相组织。

关键词: 彩色金相; 铁碳合金; 铁素体; 珠光体; 钛合金

中图法分类号: TG142.1

文献标识码: A

Brief analysis and application of color metallographic technology

LI Yongde, ZHANG Pei, MAO Zhenning, LIU Mingyan, CAO Caiyu

(College of Materials Science and Engineering, Hebei University of Engineering, Hebei Handan, 056038)

Abstract: The microscopic structures of five iron-carbon alloys (including hot rolled 37Mn5, medium-temperature tempered 65Mn, as-cast QT400-18L, hot rolled P92 and annealed 20 steel) and one titanium alloy (quenched after hot forging) were investigated by using the color metallographic technology and "black and white contrast" metallography. It was shown that the "black and white contrast" metallography could only be used to observe the microstructure of conventional carbon steel and low alloy steel. Three color metallographic methods which were easily operated can be used to observe the ferrite grains in QT400-18L. Heat dyeing can be used to observe the metallurgical structures of carbon steel and low alloy steel in industrial mass production.

Key words: color metallography; iron-carbon alloy; ferrite; pearlite; titanium alloy

传统光学金相^[1-5],是通过化学试剂的刻蚀作用,使金属表面产生凸凹不平,从而产生反光能力的差别,即通过所谓“黑白衬度”来显示微观组织的形貌特征^[6-10]。对于钢铁材料而言,传统金相方法最常用的刻蚀剂为 3%~5% 的硝酸酒精溶液,但是钢铁材料里的铁素体相和渗碳体相在用硝酸酒精刻蚀后均呈现白亮色,不能辨别。彩色金相^[11]是利用化学法(电化学刻蚀沉积法、恒电位刻蚀沉积法、热氧化法等)或物理法(真空镀膜法、离子溅射法等),在试样表面形成一层具有特殊性质的薄膜,利用光的薄膜干涉效应,使金属及合金的显微组织呈现不

同的颜色,从而通过所谓的“颜色衬度”去辨别显微组织^[6]。本工作选取了五种常见的铁碳合金材料和一种钛合金材料作为研究对象,分别采用传统的金相技术和彩色金相技术对样品进行刻蚀并观察金相组织,并对两种金相技术进行了对比研究。

1 实验材料及方法

实验材料为五种铁碳合金材料和一种钛合金材料,分别为:热轧态 37Mn5 钢(典型的中碳锰钢,用于石油套管)、中温回火 65Mn 钢(弹簧钢材料)、

铸态 QT400-18L (风电用球墨铸铁材料)、热轧态 P92 (火电用超超临界钢)、退火态 20 钢 (亚共析低碳钢) 以及钛合金 (热锻后淬火)。

刻蚀方法主要采用了传统的黑白衬度金相和彩色金相两类方法。“黑白衬度”金相采用的腐蚀剂为 5% 的 HNO_3 酒精试剂, 主要用来观察铁碳合金材料; 彩色金相采用了热染法和化学染色法, 这两种方法都是化学法中常用的方法。本实验中热染法是将试样按照相应标准磨、抛后, 放到开放式的箱式炉中进行加热 (温度为 500°C), 化学染色法采用染色剂为: 试剂一: 40 mL 水 + 1 mL 稀硝酸 + 0.5 g 钼酸钠, 试剂二: 盐酸 (35%) + 蒸馏水 1: 5 体积比 100 mL + 0.5 ~ 1 g 的焦亚硫酸钾。金相试样的磨制、抛光、刻蚀过程参见国标 GB/T 13298-1991。

2 实验结果

2.1 “黑白衬度”金相

用 5% 的硝酸酒精溶液对 6 种材料均进行了刻蚀, 并观察了金相组织, 见图 1。

由图可见, “黑白金相”对典型的铁碳合金 (37Mn5、20 钢和 65Mn) 具有较好的刻蚀效果, 图 1(a) 和 1(e) 中白亮色为铁素体相, 暗色为珠光体组织, 并且可以观察到在 1(a) 中, 铁素体和珠光体呈带状分布, 而 1(e) 中铁素体呈连续网状分布; 图 1(b) 为典型的回火托氏体组织。由于 P92 钢具有较好的耐蚀性, 硝酸酒精溶液对 P92 的刻蚀效果较差, 只能观察到热轧后的加工流线形态, 内部的显微组织不能显示 (图 1(c))。图 1(d) 中黑色为石墨相, 白亮色为铁素体基体, 可见, 整个铁素体基体呈现白亮色一片, 铁素体晶粒之间的晶界没有刻蚀出来。硝酸酒精溶液对钛合金的刻蚀效果最差, 不能观察到任何组织形态 (图 1(f))。

2.2 试剂一 (40 mL 水 + 1 mL 稀硝酸 + 0.5 g 钼酸钠)

用试剂一对六种材料进行了刻蚀, 刻蚀后的典型的金相微观组织如图 2 所示。图 2(a) 为 37Mn5 钢刻蚀后的金相组织, 由图可见, 珠光体组织被着色成了蓝黑色和棕色 (图中深色), 铁素体仍然呈白亮色 (图中浅色)。珠光体被染成蓝黑色和棕色是由于阴极相被还原成了不同价位的钼酸根所致^[10]。20 钢着色后的效果与 37Mn5 相同, 珠光体组织同样被染成蓝黑色 (图中深色), 见图 2(c)。65Mn 刻

蚀后的效果与 37Mn5 和 20 钢类似。图 2(b) 为球墨铸铁 QT400-18L 刻蚀后的金相组织, 与“黑白衬度”金相形成明显差别的就是, 采用试剂一刻蚀后清晰地观察到了基体上不同取向铁素体晶粒之间的晶界, 可见试剂一对铁素体晶界的刻蚀具有较高的敏感性。P92 和钛合金采用试剂一刻蚀, 与用硝酸酒精溶液刻蚀基本没有差别, 刻蚀效果较差。

2.3 试剂二 (盐酸 (35%) 蒸馏水 = 1: 5 体积比 (共 100 mL) + 0.5 ~ 1 g 的焦亚硫酸钾)

试剂二刻蚀后典型的金相组织形貌见图 3。图 3(a) 中, 珠光体组织被着色成棕黄色 (图中深色), 20 钢中的珠光体被着色成蓝绿色 (图中深色, 图 3(b)), 分析认为造成着色差异的原因是, 刻蚀后在珠光体或碳化物上形成的硫化物膜厚度不同所致^[9]。在刻蚀时, 试样中的某些相或区域与刻蚀液发生化学或电化学反应, 反应产物在试样表面形成一层薄膜, 通过光学干涉效应, 试样表面呈现不同的

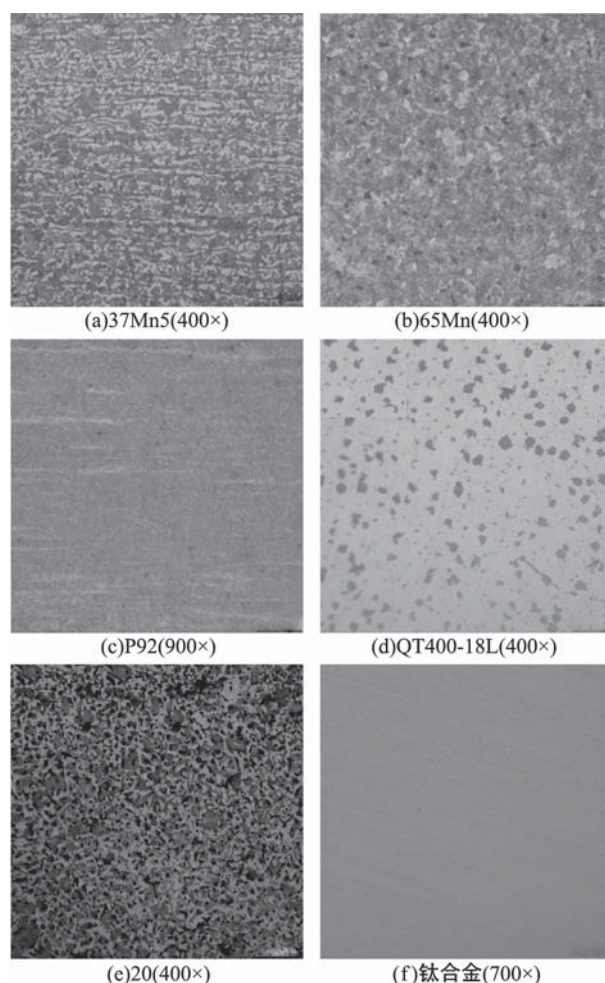


图 1 “黑白衬度”金相;
Fig.1 Metallography for black and white contrast

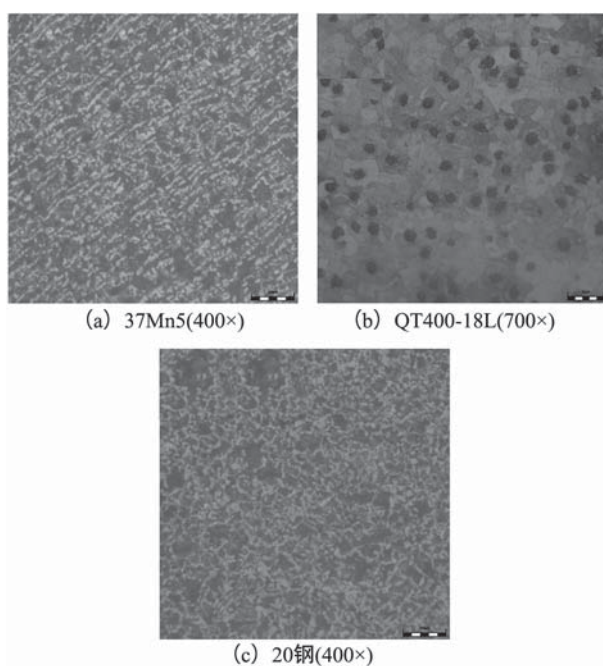


图2 采用试剂一刻蚀后的金相组织;
Fig.2 Metallography etched by No. 1 etching agent

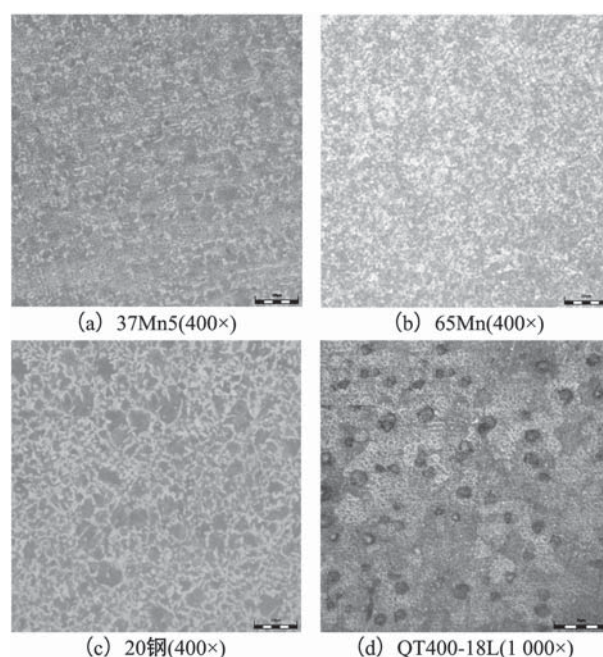


图3 采用试剂二刻蚀后的金相组织
Fig.3 Metallography etched by No. 2 etching agent

颜色,而试样表面的颜色则是该处薄膜厚度的函数^[9]。图3(d)为QT400-18L着色后的显微组织形貌,与图2(b)类似,采用试剂二刻蚀后,铁素体基体上的晶界被清晰的刻蚀出来,同样地,试剂二对铁素体晶界具有较高的敏感性。P92和钛合金的刻蚀效果仍然较差,不能观察材料内部的微观组织。

2.4 热染法

热染法是将磨制、抛光后的样品放进开放式的箱式电阻炉内加热(加热温度为500℃),然后观察金相组织。由于不同材料的抗氧化性不同,所以氧化加热的时间也不尽相同。37Mn5、65Mn和20钢属于典型的低中碳合金钢,耐蚀性较差,高温加热的时间较短,本次试验这三种材料加热的时间为30 s,37Mn5和20钢经热染色法处理后的金相组织见图4(a)和图4(b),可见,铁素体相和珠光体组织已清晰地显示出来。QT400-18L加热保温的时间为5 min,图4(c)所示为QT400-18L的金相组织,由图可以清晰地观察到铁素体基体上不同取向的晶粒。图4(d)和4(e)为钛合金经热染法处理后的金相组织,由于钛合金较好的耐高温氧化性,所以加热的时间较长(25 min)。由图可见,经高温氧化后,钛合金显微组织(马氏体板条)被清晰地刻蚀出来,在较高的倍数下(图4(e))可以清晰地观察到不同取向的马氏体板条束。由于采用硝酸酒精试

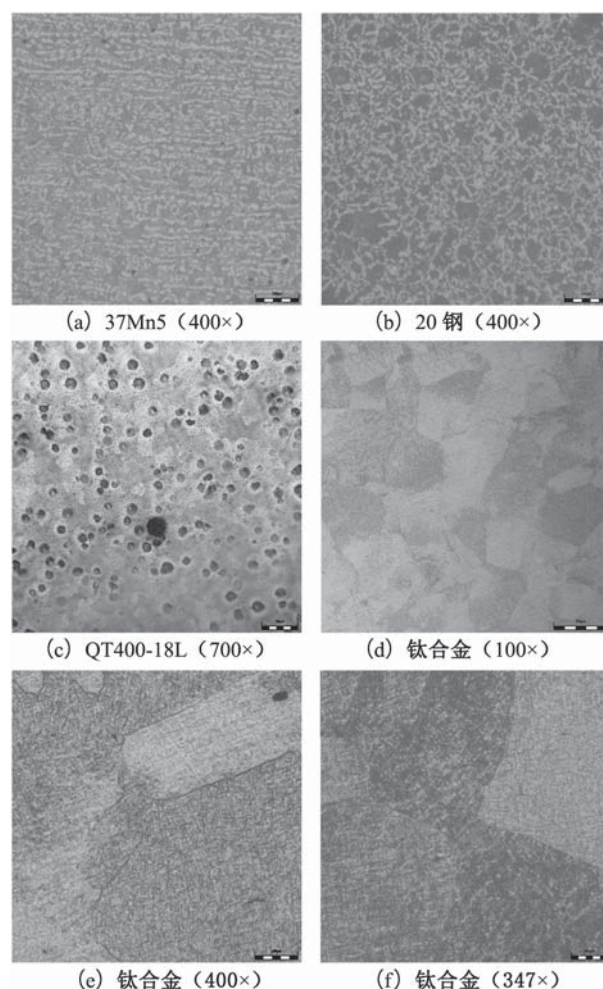


图4 热染法观察到的金相组织;
Fig.4 Metallography observed by No. 2 etching agent

剂、试剂一和试剂二均不能刻蚀出钛合金的金相组织,所以热染法不失为钛合金观察金相组织的一种可行的方法(尽管时间较长)。图4(f)为采用Kroll试剂($5\%HF+15\%HNO_3+85\%H_2O$)刻蚀后的金相组织(Kroll试剂为钛合金常用的刻蚀剂),在采用Kroll试剂刻蚀的过程中,需要反复多次刻蚀,每一次需用无水乙醇将前一次的腐蚀产物擦拭干净,直到能够清晰的观察到金相组织。Kroll试剂刻蚀后与热染法处理后具有相同的效果。经热染法处理30 min 仍然没有观察到P92的金相组织。

3 分析与讨论

通过将“黑白衬度”金相与三种彩色金相方法进行对比,发现对于典型的低中碳钢和低中碳合金钢(37Mn5、65Mn和20钢),采用“黑白衬度”金相就能较好地观察到相界限和组织界限,适用于普通的金相组织观察与分析。“黑白衬度”金相不能有效地观察球墨铸铁QT400-18L的铁素体基体晶粒,对于钛合金和P92超超临界钢更是无能为力。试剂一、试剂二和热染法三种方法则能清晰地观察QT400-18L的铁素体基体晶粒,且三种方法在操作性上均较容易实现。对于钛合金(耐蚀性较强),除了用Kroll试剂外,本文提供了一种可供借鉴的金相观察方法—热染法。采用热染法观察低中碳钢和低中碳合金的金相组织,所需的时间均较短(30 s),所以对于大批量的产品检验热染法也不失为一种简便的金相观察方法。P92钢具有非常好的耐蚀性,采用上述几种方法均不能有效地观察到其金相组织,用热染法继续延长保温时间应该能刻蚀出金相组织,但是在应用便利性方面就明显降低了,因此,本文最长的保温时间为30 min。

4 结论

1) “黑白衬度”金相不能有效地观察QT400-

18L的铁素体基体晶粒,试剂一(40 mL水+1 mL稀硝酸+0.5 g钼酸钠)、试剂二(盐酸(35%)+蒸馏水=1:5体积比(共100 mL)+0.5~1 g的焦亚硫酸钾)和热染法三种方法则能用来观察分析QT400-18L的铁素体基体晶界,且三种方法在操作性均较容易实现。

2) 热染法可作为观察批量生产的低中碳钢和低中碳合金的金相组织的一种简便可行的方法。

参考文献:

- [1] 姚鸿年. 金相研究方法[M]. 北京: 北京机械工业出版社, 1963.
- [2] 郑桂茹. “彩色金相”在普通金相实验室中的推广应用[J]. 山东科学, 1991, 4(1): 32-35.
- [3] 王东林. 彩色金相[J]. 材料开发与应用, 1988 (2): 24-28.
- [4] 李德高, 陈立佳, 王赫莹. 彩色金相技术研究的发展现状[J]. 沈阳工业大学学报, 1997, 19(2): 61-66.
- [5] 王 蕾. 彩色金相技术在鉴别显微组织中的应用[J]. 理化检验: 物理分册, 1999, 35(11): 503-505.
- [6] 张 珣. 彩色金相在电力系统的应用[J]. 安徽电力职工大学学报, 2002, 7(1): 96-99.
- [7] 万荣春, 王学武, 王 军. 彩色金相在双相钢显微组织分析中的应用[J]. 金属热处理, 2014, 39(6): 144-146.
- [8] 宗 斌, 王二平, 魏建忠, 等. 着色法区分铁素体球墨铸铁中的渗碳体和铁素体[J]. 金属热处理, 2010, 35(2): 96-98.
- [9] 徐卫平, 赵 红. 铸铁偏析的彩色金相学研究[J]. 理化检验: 物理分册, 2004, 40(10): 508-510.
- [10] 郝 远, 赵子文, 马 颖, 等. 铸造合金彩色金相技术[J]. 理化检验: 物理分册, 1996, 32(3): 63-64.
- [11] BERAHA E, SHPIGLER B. Color metallography[M]. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1977.