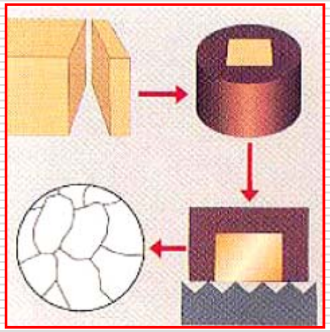
MSE LAB

金相样品制备质量与评价评判



刘国权 Guoquan LIU

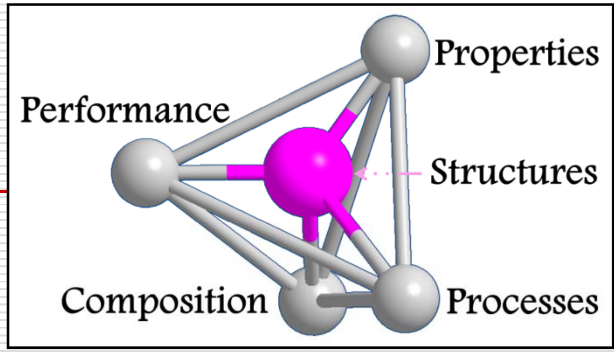
北京科技大学 终身教授

中国科协 首席科学传播专家

g.liu@ustb.edu.cn

第六届全国高校材料学科实验教学研讨会暨金相实验教学专题研讨会 武汉 2017.3.24

提　纲

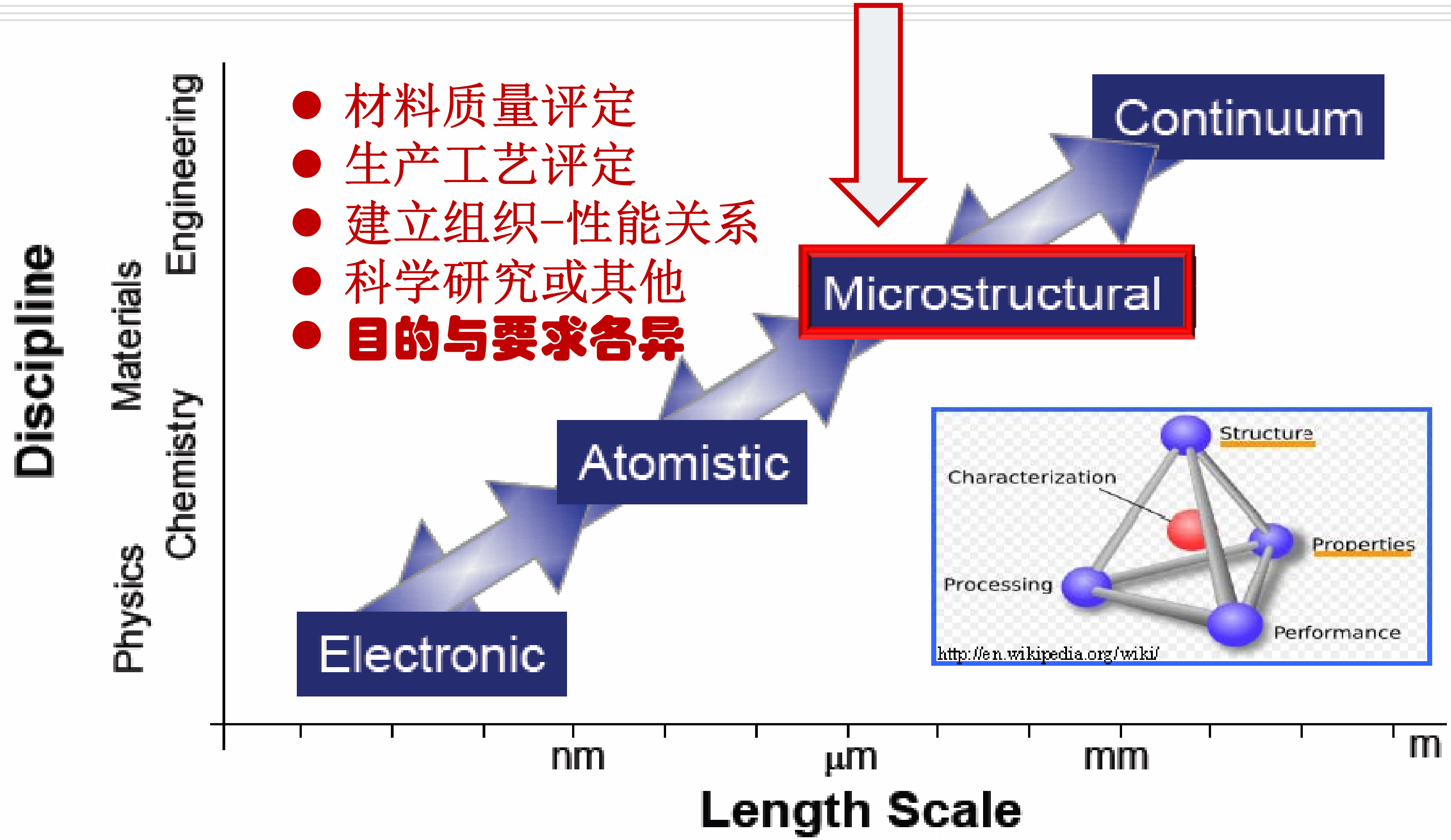


1. 金相样品制备的目的
2. 金相样品制备质量要求
3. 样品制备程序与金相样品质量
4. 金相样品质量的评价与评判
5. 样品常见缺陷与往届全国大赛样品点评
6. 总结与寄语

致谢： ① 除本人自有资料外，本报告中照片资料由北京科技大学、全国大学生金相技能大赛或参赛学校老师提供，少量由互联网下载。
② 感谢国家自然科学基金项目（No. 51371030）和北京科技大学研究型教学课程建设项目（KC2014YJX09）的支持。

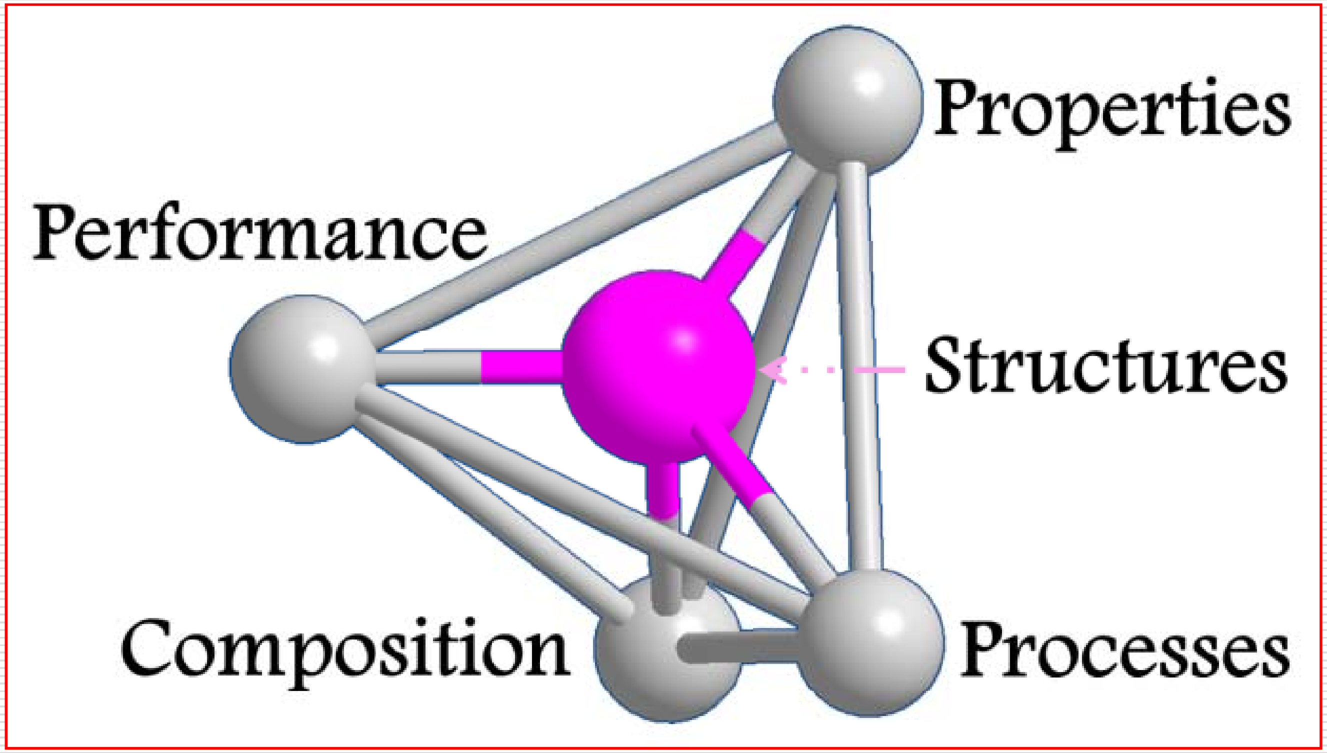
1、金相样品制备的目的

- 材料质量评定
- 生产工艺评定
- 建立组织-性能关系
- 科学研究或其他
- **目的与要求各异**

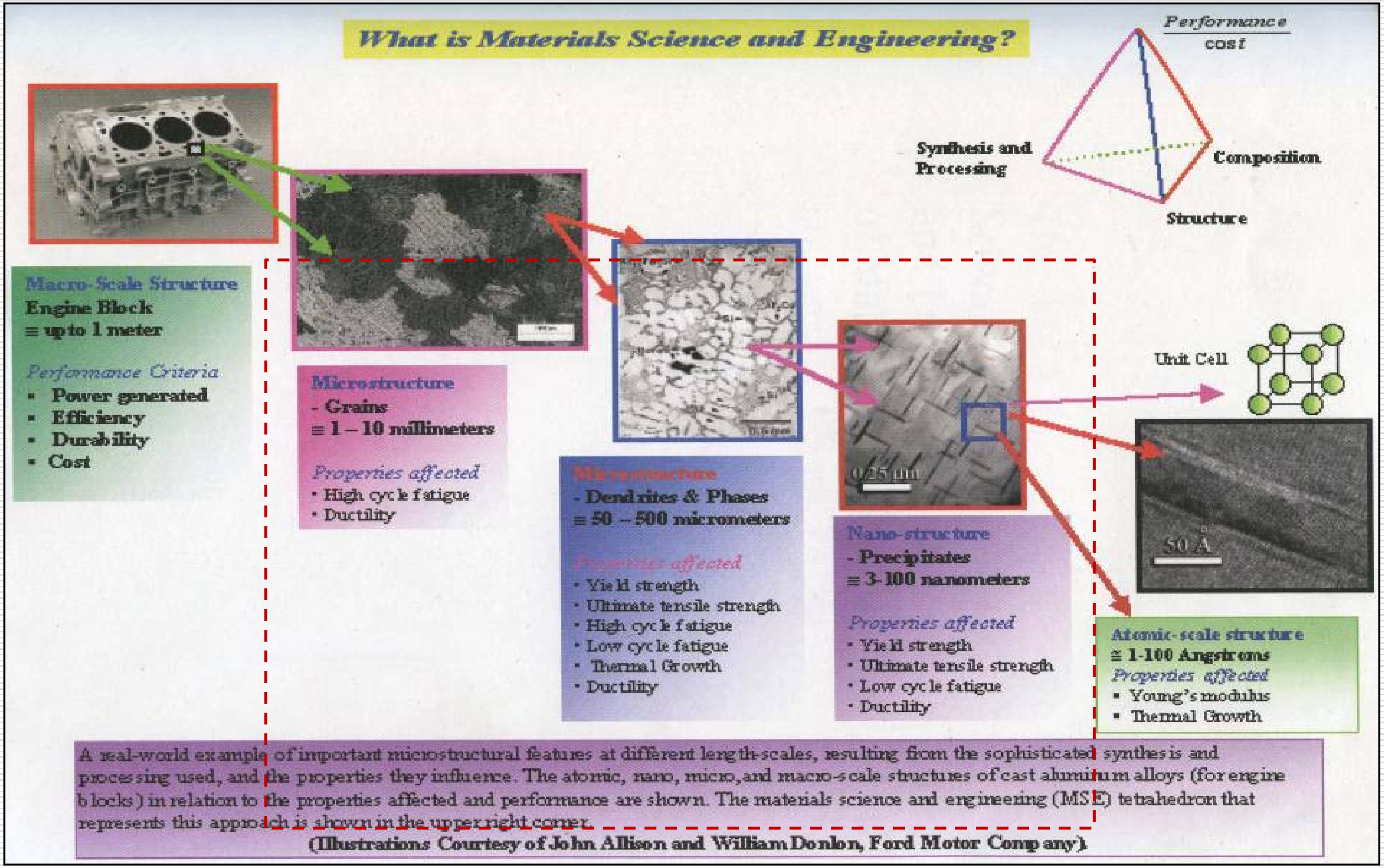


金相技术可以用于揭示显微组织中各**相及组织缺陷**的种类、性质、数量、大小、形态、分布与组合，必要时用于定量表征。

显微组织是MSE的核心要素



金相技术是揭示材料显微组织的重要手段



要求能够揭示微观（宏观）组织中相及组织缺陷的种类、性质、数量、大小、形态、分布与组合方式，必要时用于定量表征

2、样品制备质量要求

一、参加全国大学生金相技能大赛，或其他大赛

- 当然必须遵循大赛规则要求！

二、工业生产应用和科学研究等目的

- 材料质量评定
- 生产工艺评定
- 建立组织–性能关系
- 科学研究或其他

Qualitative OBSERVATION of Microstructure;

Quantitative CHARACTERIZATION of Microstructure

小结： 需求牵引！ · 目的不同，要求各异！ · 应赛无罪，但勿误导！

共性要求： 能够揭示相、组织组成物、样品本身缺陷的种类、性质、数量、大小、形态、分布，必要时用于定量表征。

不同材料和工艺有不同的金相检验标准


ICS 77.080.10
J 31

GB

中华人民共和国国家标准

GB/T 9441—2009
代替 GB/T 9441—1988

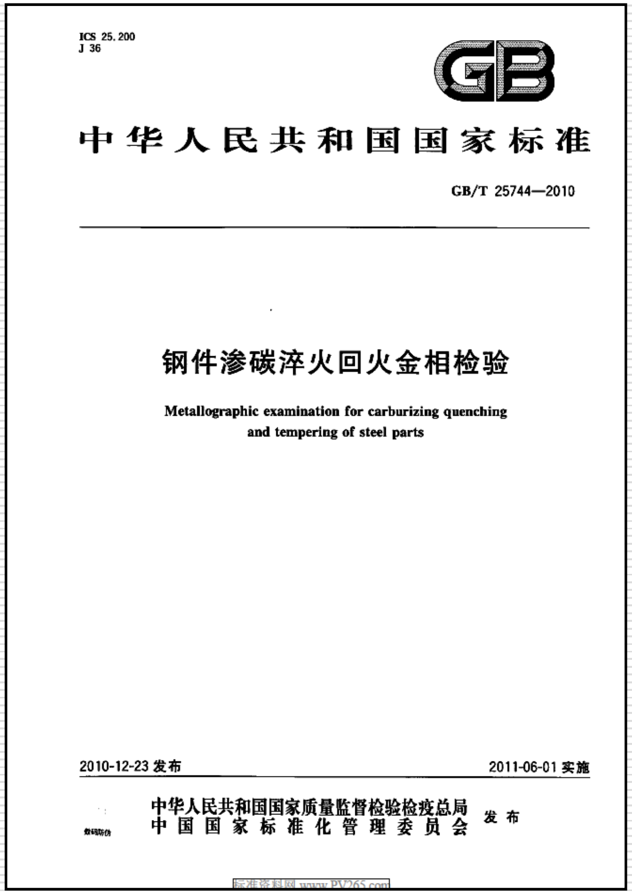
球墨铸铁金相检验

Metallographic test for spheroidal graphite cast iron

(ISO 945-1:2008,Microstructure of cast irons—
Part 1:Graphite classification by visual analysis,MOD)

2009-10-30 发布 2010-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布


ICS 25.200
J 36

GB

中华人民共和国国家标准

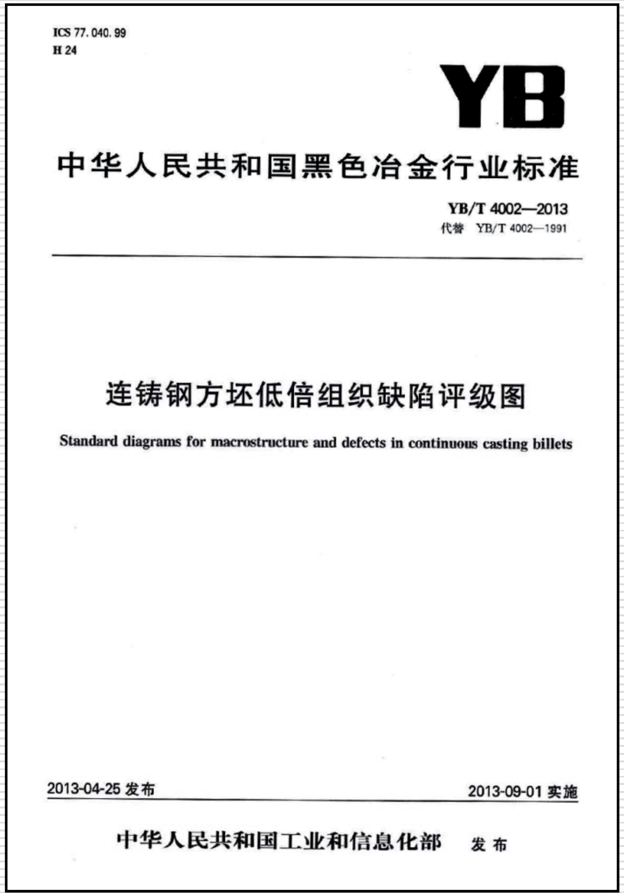
GB/T 25744—2010

钢件渗碳淬火回火金相检验

Metallographic examination for carburizing quenching
and tempering of steel parts

2010-12-23 发布 2011-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布


ICS 77.040.99
H 24

YB

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 4002—2013
代替 YB/T 4002—1991

连铸钢方坯低倍组织缺陷评级图

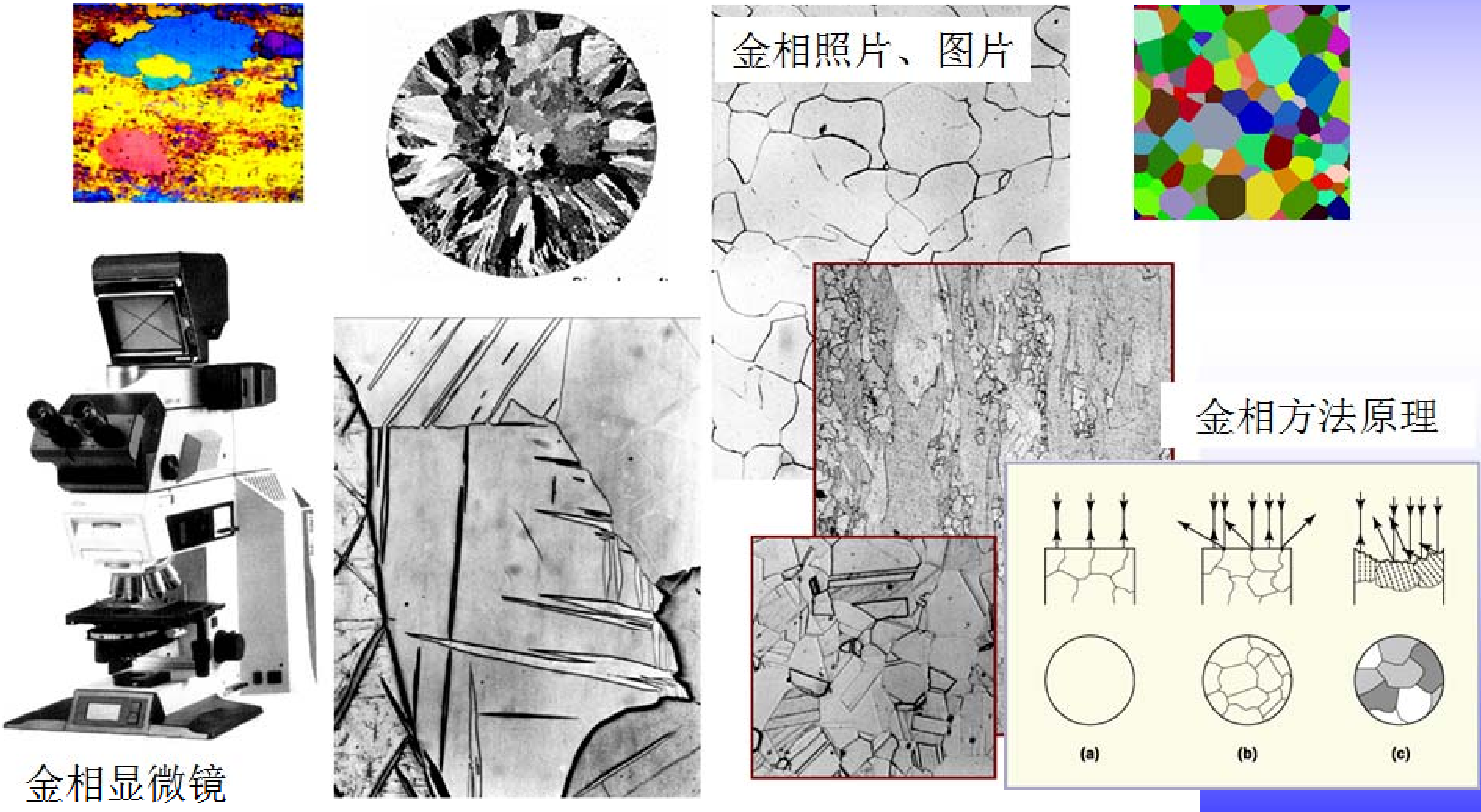
Standard diagrams for macrostructure and defects in continuous casting billets

2013-04-25 发布 2013-09-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

体视学是材料组织定量观测不可缺少的方法学

材料研究与发展高度依赖于其显微组织的定量观测



钢铁材料金相组织（金相检验需要金属材料学基础知识）

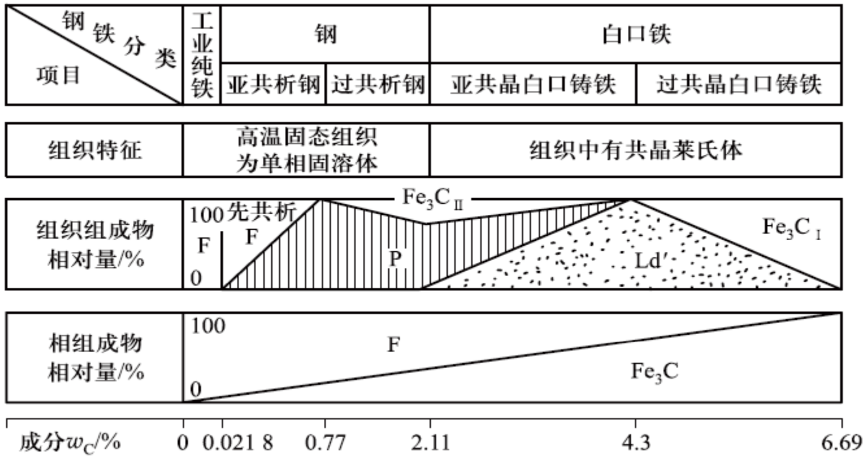
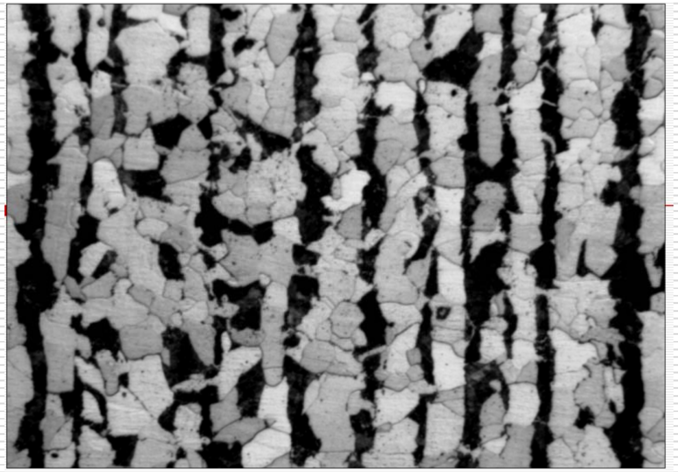
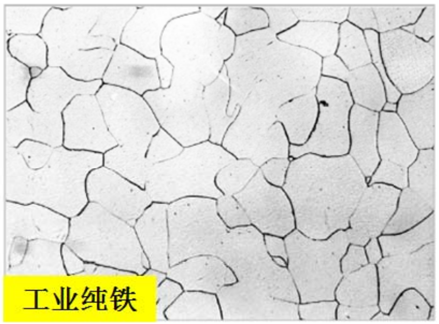


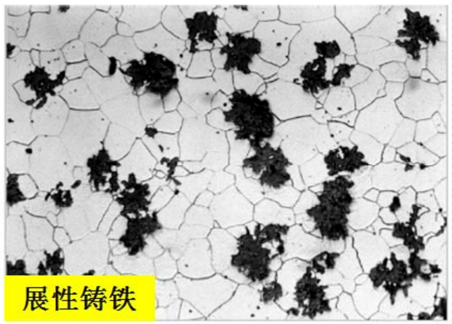
图 10-13　铁碳二元合金中的室温平衡相与组织组成物的相对量随合金碳含量的变化规律



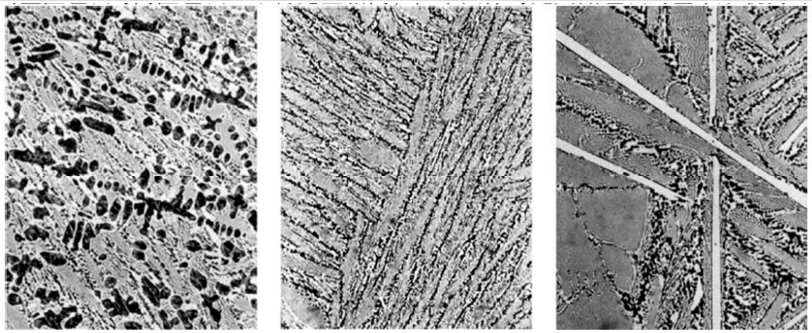
material　　　　steel O345（16Mn）



(a) 工业纯铁(退火态单相铁素体晶粒组织)



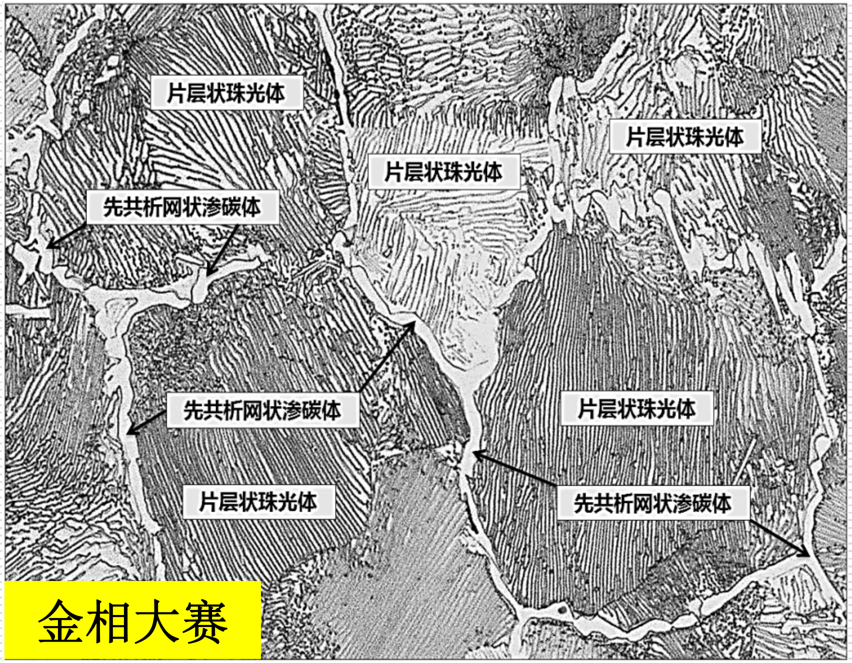
(b) 展性铸铁(铁素体+石墨两相组织)



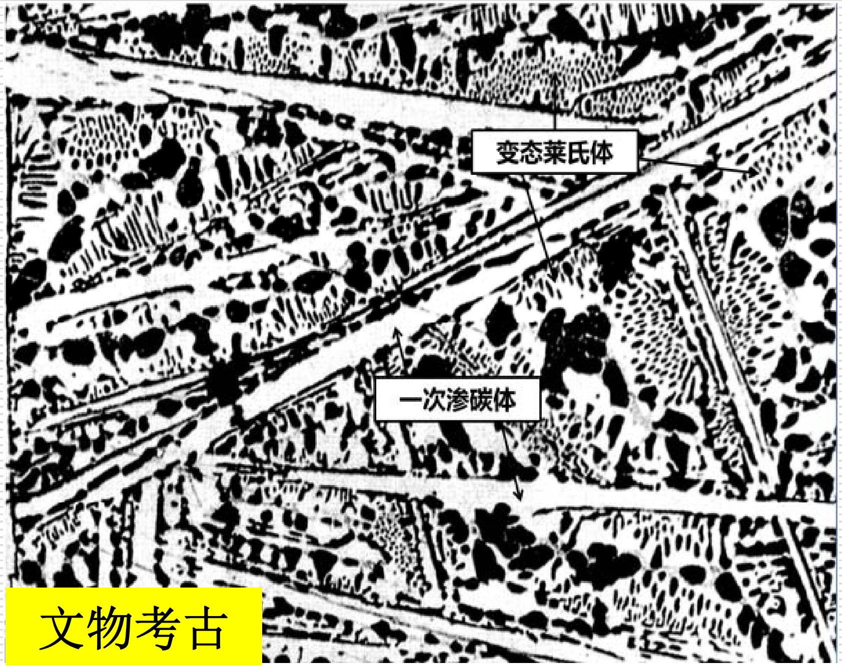
(a) 亚共晶　　(b) 共晶　　(c) 过共晶

图 10-12　Fe-C 合金的室温金相组织(原放大倍数:100×)

过共析钢与过共晶白口铸铁的金相组织



某过共析非合金钢退火组织（选自第四届全国大学生金相技能大赛金相照片库，2015

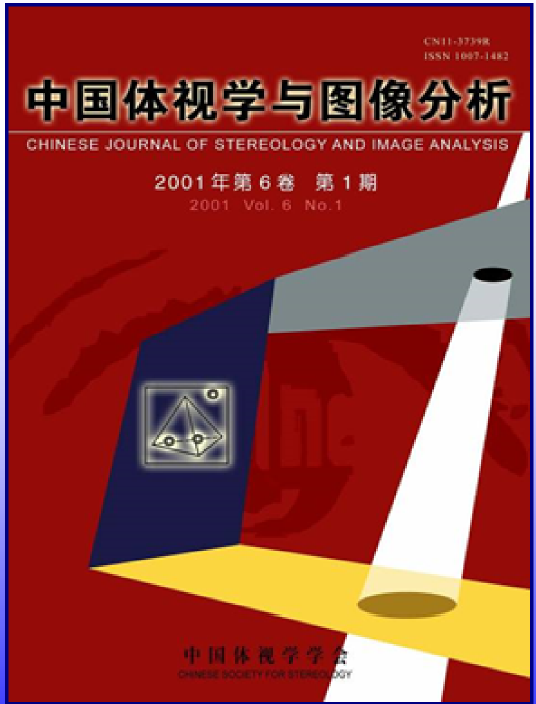


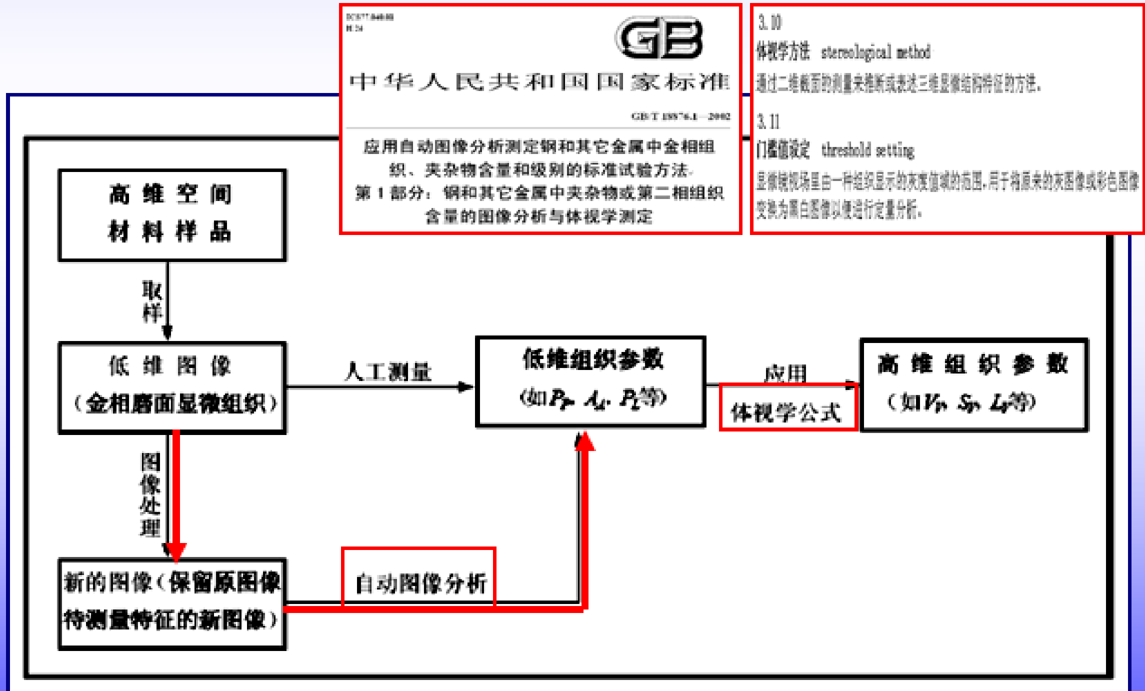
山西天马-曲村出土的 8 世纪B.C. 过共晶白口铸铁件残片的显微组织（北京科技大学供稿）

金相样品制备，要求能够为揭示显微组织中相和组织组成物的种类、性质、数量、大小、形态、分布，必要时用于定量表征创造基本条件！注意材料不同、目的不同，对样品的要求不同。注意区分样品组织本身的缺陷和样品制备导致的缺陷！

材料体视学应用的基本流程（自动方法）

借助于<u>自动图像分析</u>技术可以更加方便地获得二维图像的定量表征信息，<u>体视学</u>则可以利用自动图像分析所得二维截面信息进而得到三维结构定量描述信息。

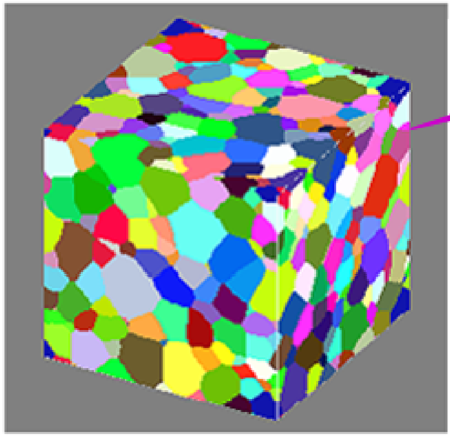




图像分析技术与体视学有机结合获得足够准确的有关三维显微组织几何形态定量信息的工作流程示意图（引自：刘国权等，<u>中国体视学与图像分析</u>。1998，3(3)：129；有修改）

人工计数方法 – 平均晶粒尺寸测定

三维空间的晶粒平均截线长度或“晶粒平均直径”的体视学测定



1001 grains

高维空间材料样品

取样

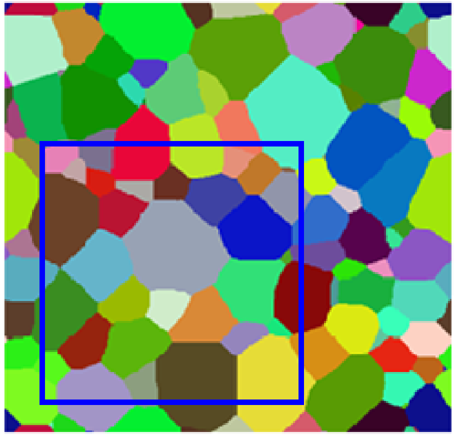
低维图像（金相磨面显微组织）

人工测量

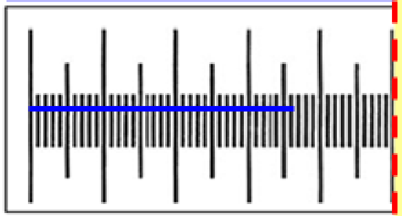
低维组织参数（如P_P、A_A、P_L等）

采用已知长度的测试用直线(此处借用蓝边正方形的任意一条边)，与二维截面上的晶界线随机交截，若计得交点个数为x，则可得三维组织的二维截面上的组织参数P_L的数值$=x/0.36$。取多个截面和视场进行重复交截计数，即可得其平均值$\langle P_L\rangle$。

截取二维截面



用测微尺标定测试用直线长度(本例为0.36mm)



显微镜用测微尺。
分为 100 等分，每

用体视学公式计算三维空间晶粒平均截线的长度

晶粒平均截线长度公式: $\langle L_3\rangle=1/\langle P_L\rangle$

(注意量纲)

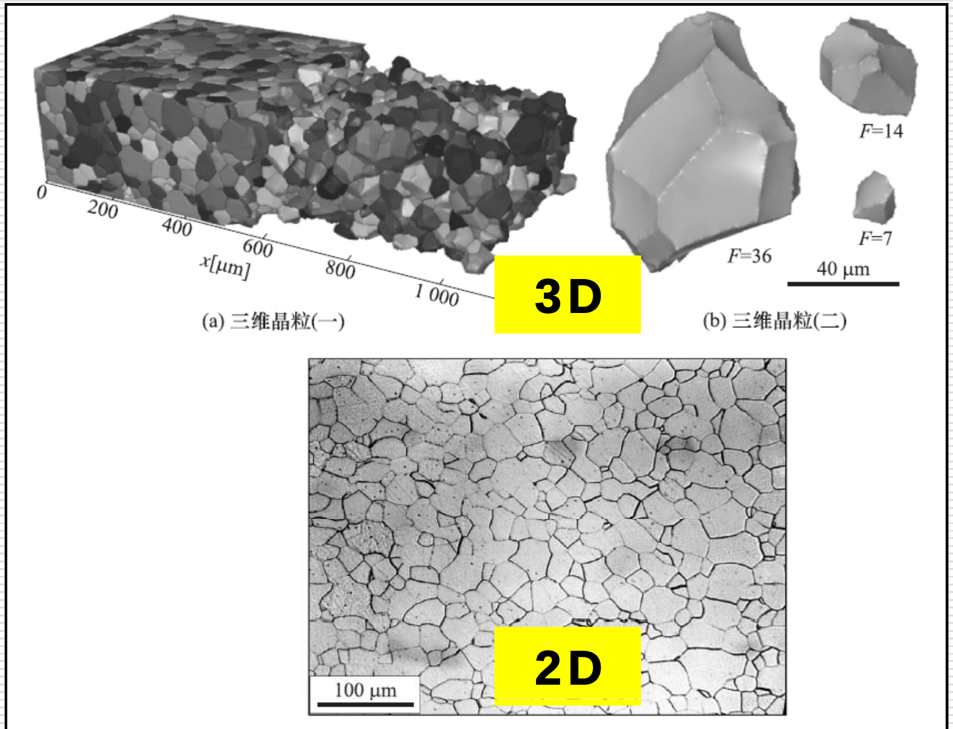
低维组织参数（如P_P、A_A、P_L等）

体视学公式

高维组织参数（如V_V、S_V、L_V等）

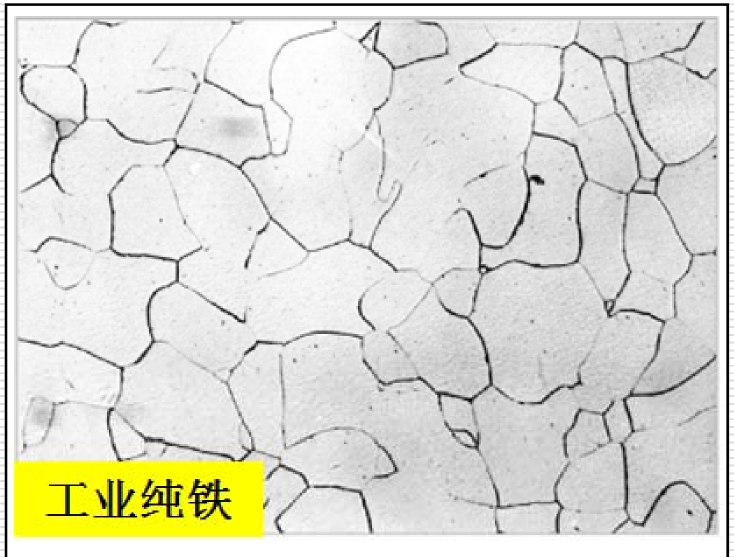
3D晶粒组织与2D截面组织 (例：单相多晶体晶粒)

晶粒尺寸测定方法不同，对金相样品要求不同。人工测定要求低



(a) 三维晶粒(一) (b) 三维晶粒(二)

(c) 多晶体的二维截面



(a) 工业纯铁(退火态单相铁素体晶粒组织)

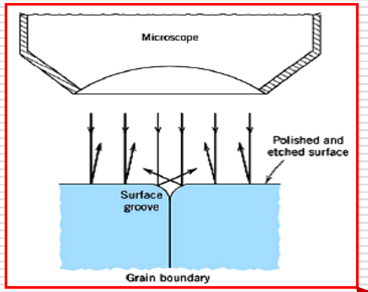
尽量采用低成本的**2D**金相技术 **+** 体视学！必要时可三维重建或三维成像！

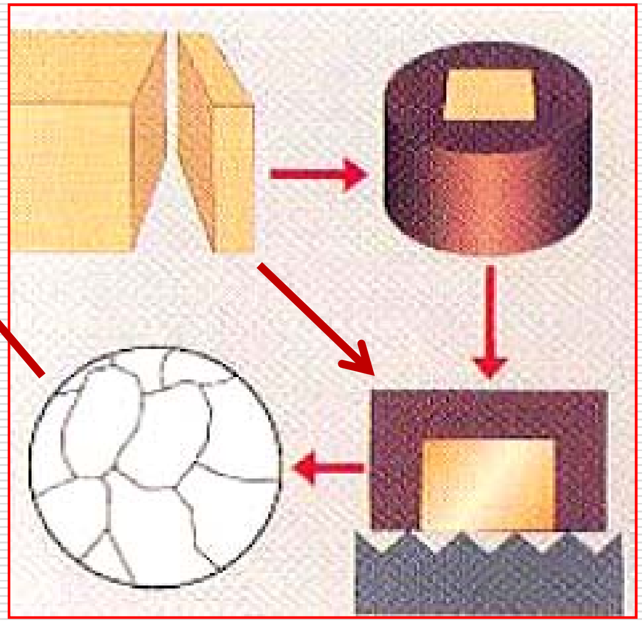
3、样品制备程序与金相样品质量

Sampling + Sample Preparation + Microscopy

取样 → 镶嵌 → 磨制 → 抛光 → 浸蚀

取样 sampling
镶嵌 mounting
磨制 grinding
抛光 polishing
浸蚀 etching





Metallography offers one of the most useful means for the examination of metals. It is the study of polished sections of metallic materials using a special microscope that reflects light passing through the objective lens onto the specimen surface. The reflected light passes back through the objective to the eyepiece, which enables the surface structure of the section to be studied.

Sample Preparation

Metallography is the art of preparation of specimens that can be examined by an optical microscope. Examining a metal sample in the microscope without prior preparation will not reveal informative image of the microstructure because roughness and scratches at the surface will reflect the incident light randomly.

浸蚀

取样 镶嵌 磨制 抛光 浸蚀

Preparation of metallographic samples

Stage 1—Sectioning

The removal of a representative sample from the parent piece.

Stage 2—Coarse Grinding

Producing an initial flat surface.

Stage 3—Mounting

Embedding the sample in a hot thermosetting powder or cold castable mounting material for ease in manipulation and other factors such as fragility, edge preservation, etc. This stage is sometimes omitted for certain methods of preparation or in instances where it would serve no purpose.

Stage 4—Fine Grinding/Pre-Polishing

Removing the zone of deformation caused by Sectioning and Coarse Grinding. The depths of deformation during this stage need to be limited by proper abrasive size sequencing.

Stage 5—Rough Polishing

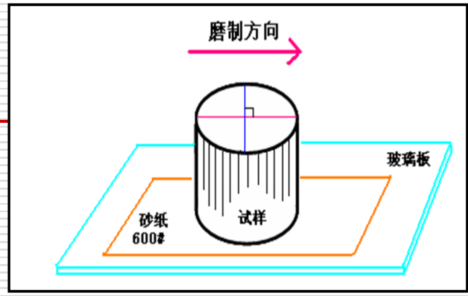
Further limitation of the deformation zone produced by Fine Grinding.

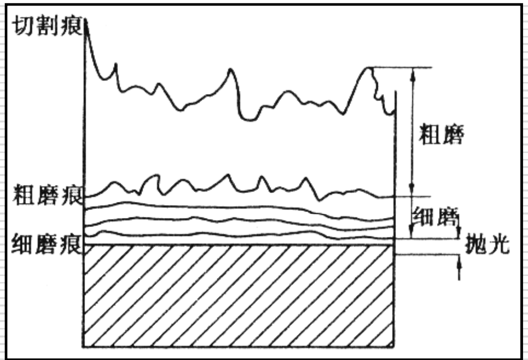
Stage 6—Final Polishing

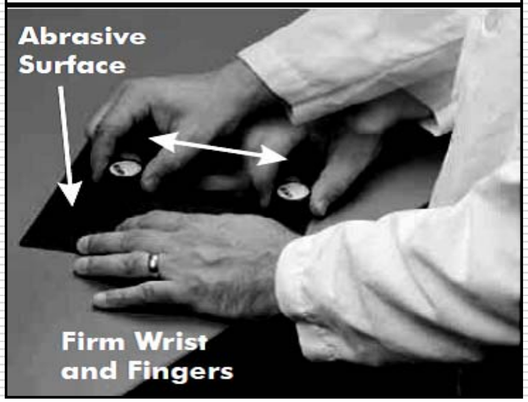
Removal of deformation zone produced during Rough Polishing. Any zone produced at this stage should be minimal and generally will be removed during etching.

Stage 7—Etching.

制样缺陷与假象何时产生？







4、金相样品样品质量评价与评判

Criteria of well-prepared samples

取样 ➡ 镶嵌 ➡ 磨制 ➡ 抛光 ➡ 浸蚀

There are a number of criteria that samples should meet:

1. The object should be photographed or drawn before the sample is taken. This is especially important if the dimensions of the object are fundamentally altered by the material removed.
2. The microstructure of the samples should not be altered in the process of removal.
3. The sample should be representative of the object as a whole or of a selected feature or area of the object.
4. The orientation of the sample in relationship to the entire object should be carefully recorded and if it is not obvious where the sample was taken from, the position on the object concerned should be marked on a photograph or drawing of the object.

常见制样缺陷：划痕，拖尾，污渍，异物，假象，剥落，过蚀，欠蚀，氧化，塑性流变等

常见取样缺陷：缺乏代表性，引入了假象，未记录取样位置与方式等；

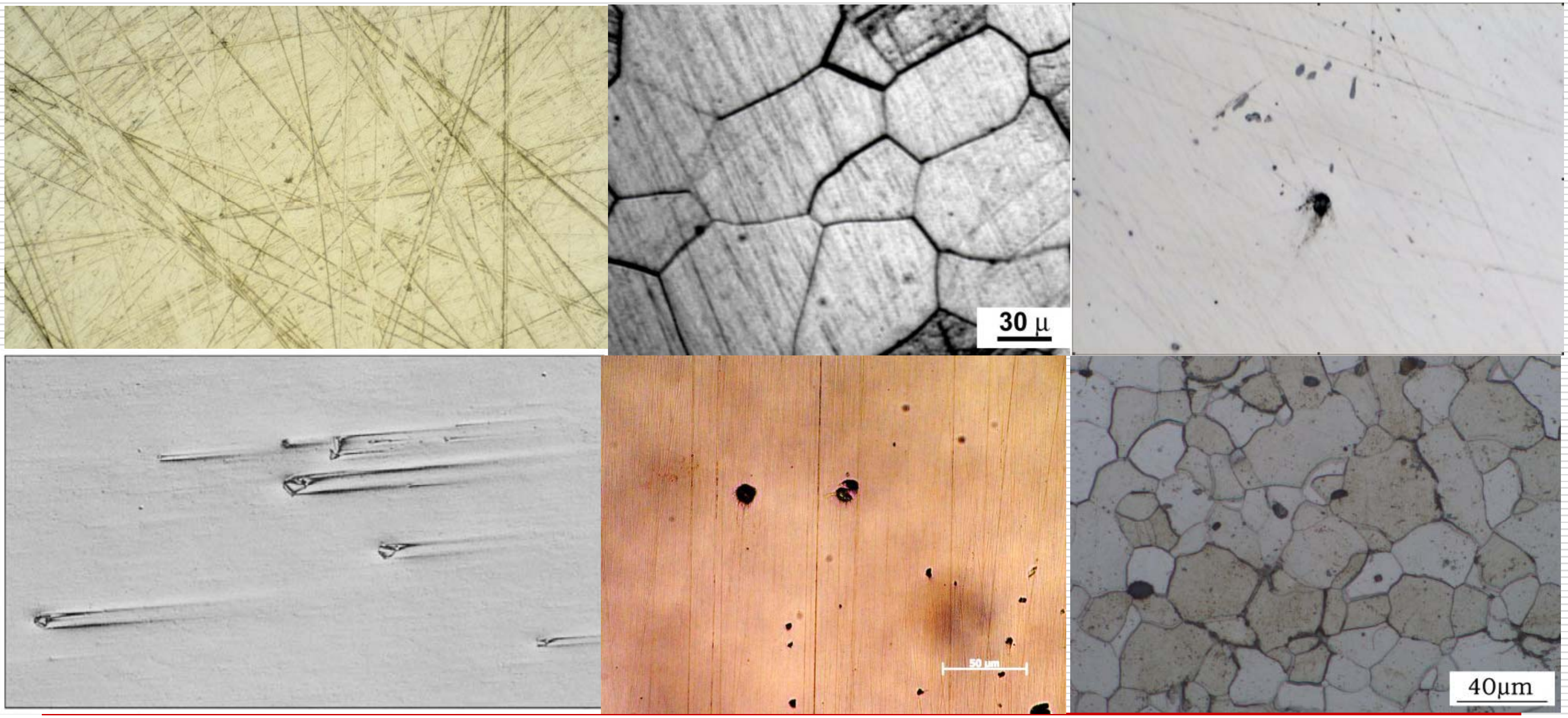
The key to obtaining an accurate interpretation of a microstructure is a properly prepared specimen which is truly representative of the material being examined.

The definition of a properly prepared metallographic surface states that the section must meet the following criteria.

- *Be flat and free from scratches, stains, and other imperfections which tend to mar the surface.*
- *Contain all non-metallic inclusions intact.*
- *Show no chipping or galling of hard and brittle intermetallic compounds.*
- *Be free from all traces of disturbed metal.*

5. 样品常见缺陷与往届全国大赛金相样品点评

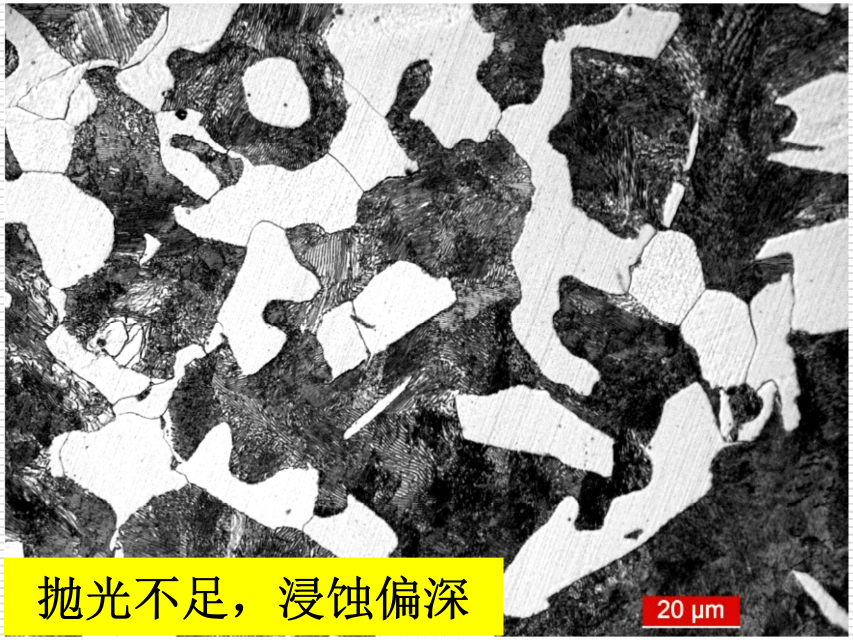
常见取样缺陷　取样 → 镶嵌 → 磨制 → 抛光 → 浸蚀　常见制样缺陷



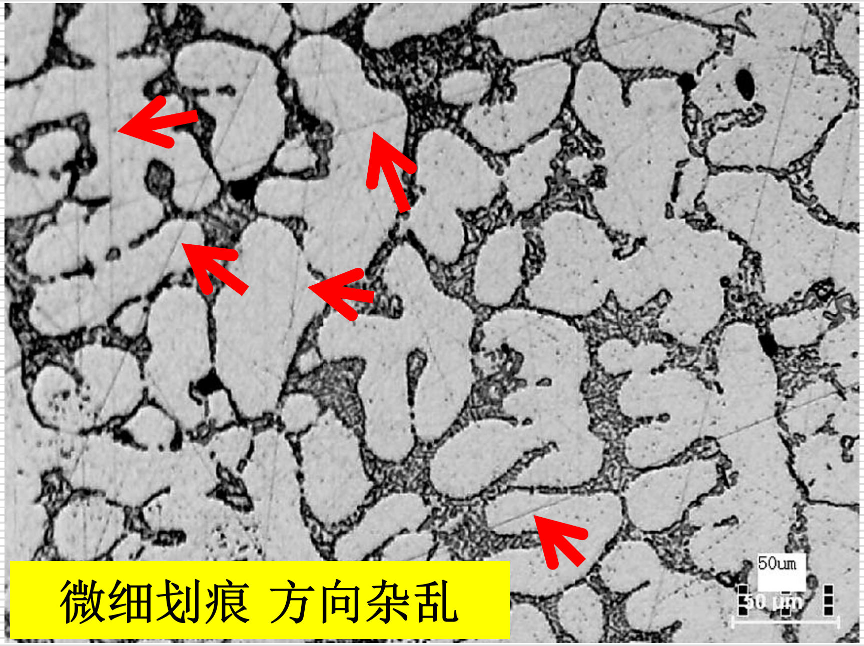
金相制样缺陷点评

取样 ➡ 镶嵌 ➡ 磨制 ➡ 抛光 ➡ 浸蚀

划痕 拖尾 污渍 异物 假象 脱落
过蚀 浸蚀不足塑性流变 氧化 等



抛光不足，浸蚀偏深

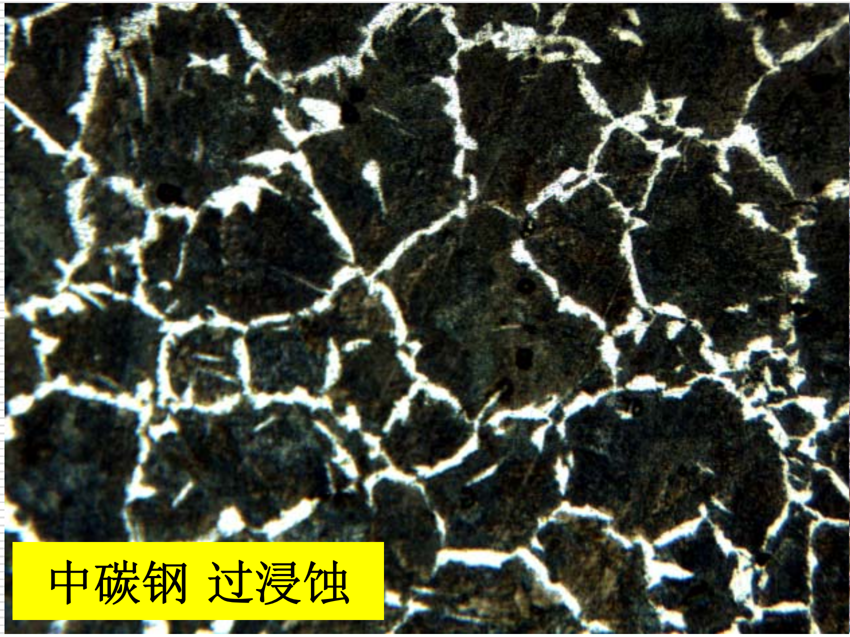


微细划痕 方向杂乱

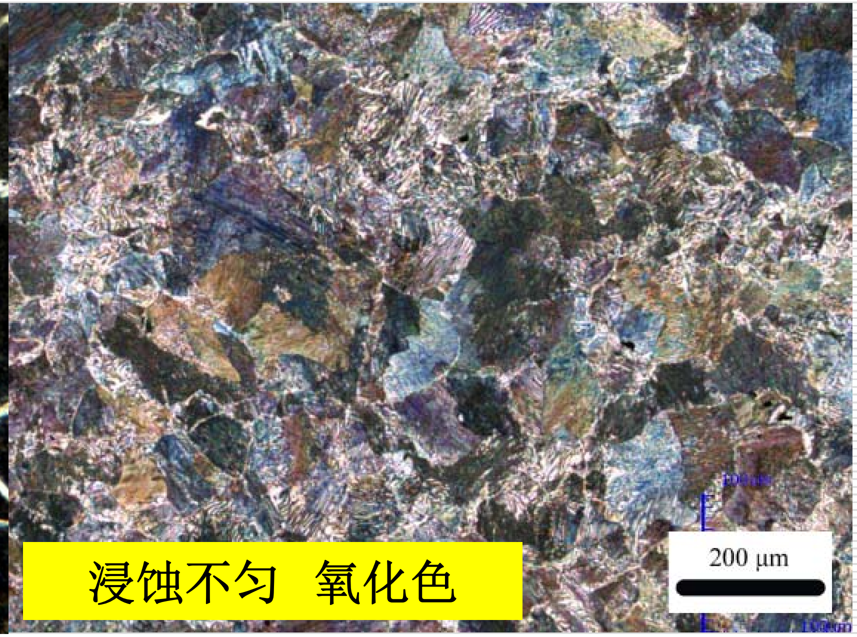
金相制样缺陷点评

取样 → 镶嵌 → 磨制 → 抛光 → 浸蚀

划痕 拖尾 污渍 异物 假象 剥落
过蚀 浸蚀不足 塑性流变 氧化等



中碳钢 过浸蚀



浸蚀不匀　氧化色

四、评分标准

复赛、半决赛及决赛采用统一的评分标准：

2016年第5届大赛组委会提供

序号	评分项目	要求	类别	得分
1	金相图像质 量(70 分)	组织正确与组织清晰度(40 分)	几乎看不清组织	0～5 分
			可以辨别组织、组织较正确	6～20 分
			组织比较清晰、组织正确	21～35 分
			组织很清晰、组织正确	36～40 分
		划痕(20 分)	划痕粗大且很多	0～5 分
			划痕数量中等	6～13 分
			划痕很少或没有	14～20 分
		假象(10 分)	假象严重程度(没有假象得满分 10 分)	0～10 分
2	样品表面质 量(15 分)	宏观划痕及样品清洁程度(8 分)	污迹、坑点、宏观划痕多	0～3 分
			污迹、坑点、宏观划痕中等	4～6 分
			污迹、坑点、宏观划痕少或没有	7～8 分
		观察面平整度(5 分)	有明显坡面	0～2 分
			坡面小基本平整	3～4 分
			很平整	5 分
		样品磨面倒角	目测，视倒角质量给分	0～2 分

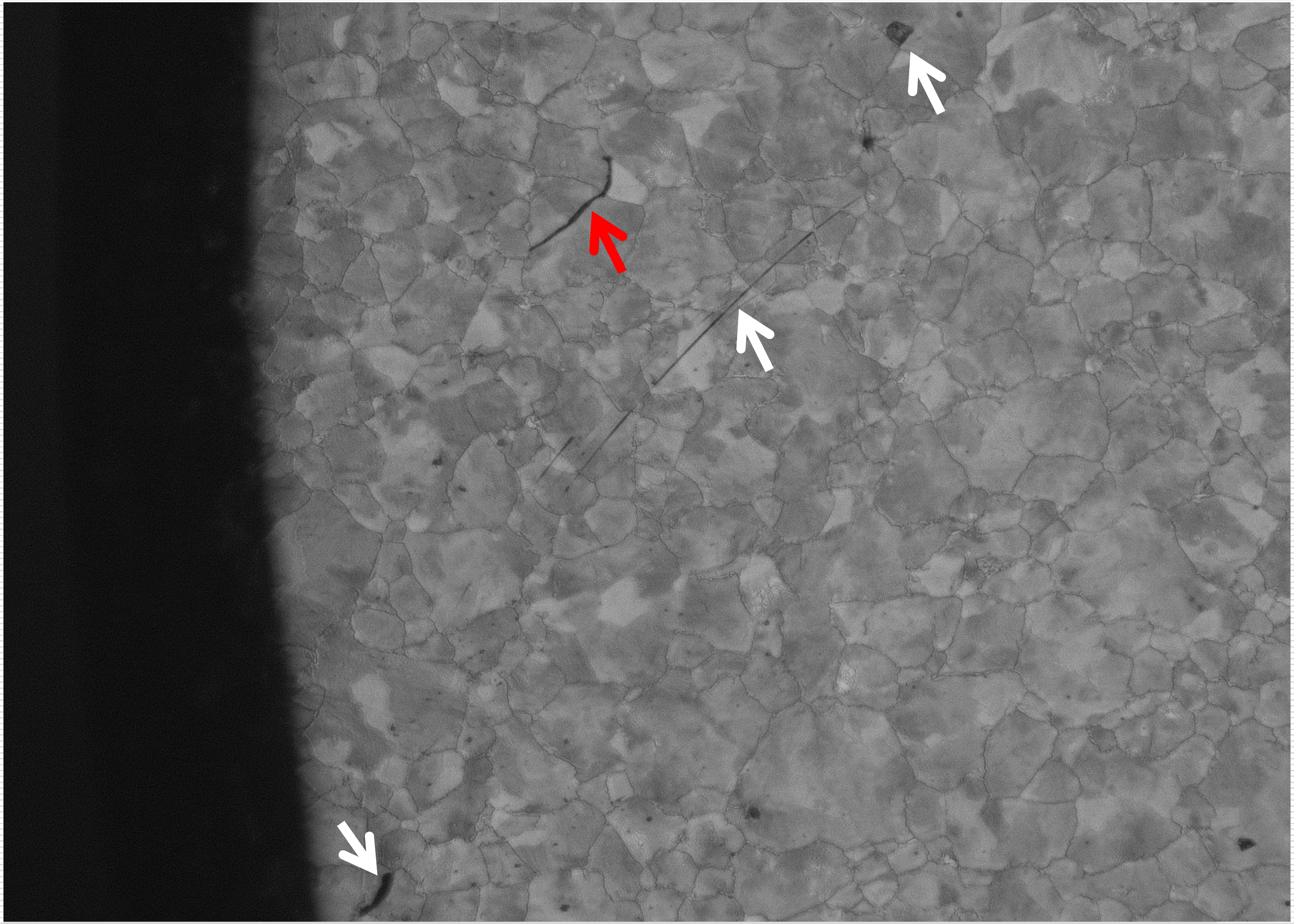
评分标准（续）

2016年第5届大赛组委会提供

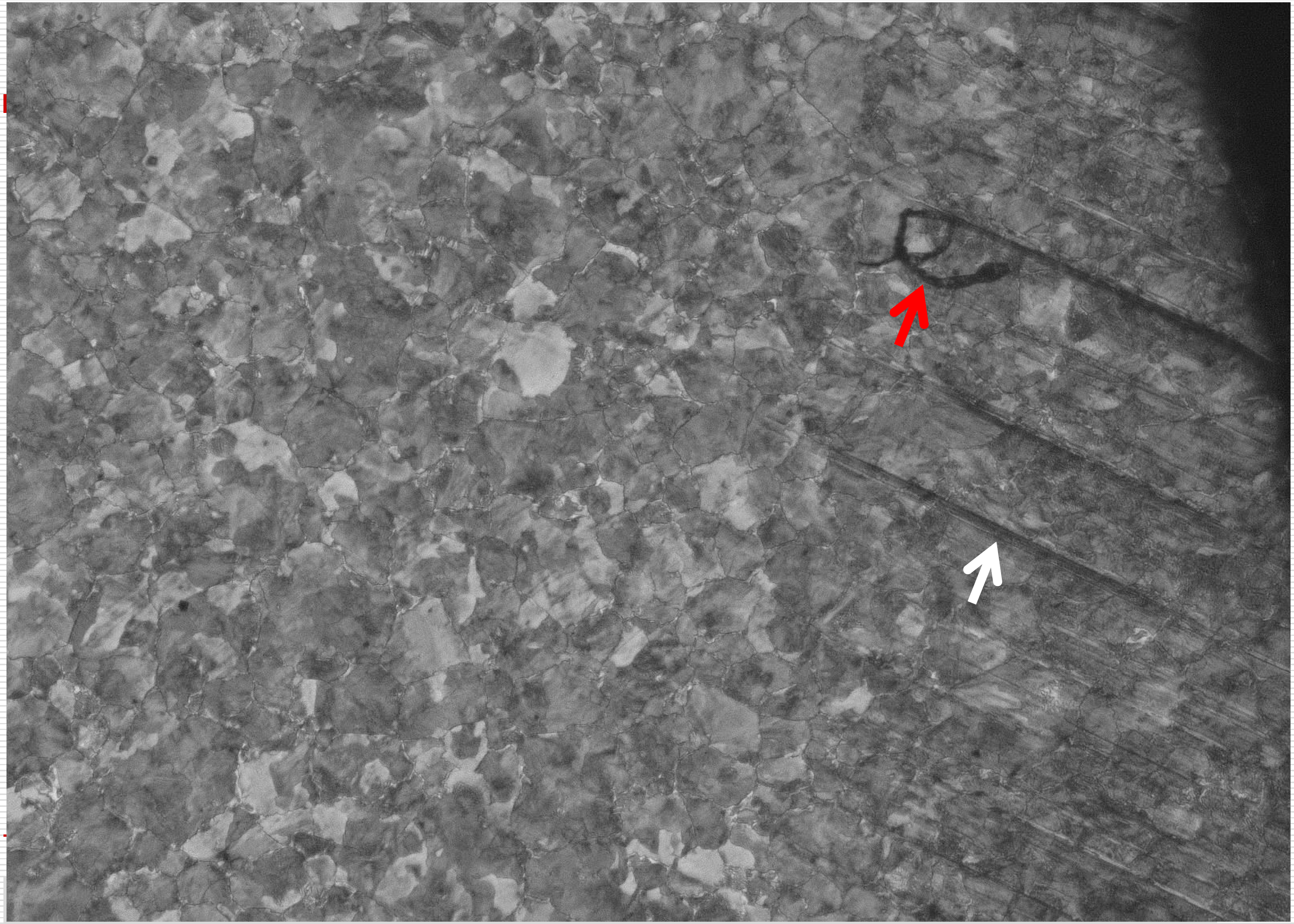
		(2 分)	[标准倒角为 (0.5 ~ 1) mm × 45°]	
3	操作规范* (15 分)	引导学生良好实验习惯	磨制操作	0 ~ 5 分
			抛光及腐蚀操作	0 ~ 5 分
			显微镜操作	0 ~ 5 分
4	其他规定	● 选手在刻有编号的端面上进行磨制导致样品编号无法识别的，成绩计为零分。 ● 在工作人员宣布比赛结束一分钟后仍未上交样品的，样品不再送交评委评分，选手成绩记为零分。 ● 比赛过程中样品丢失申领新样品，每一次总分扣除 10 分。		

* “操作规范”部分的评分细则另行发布。

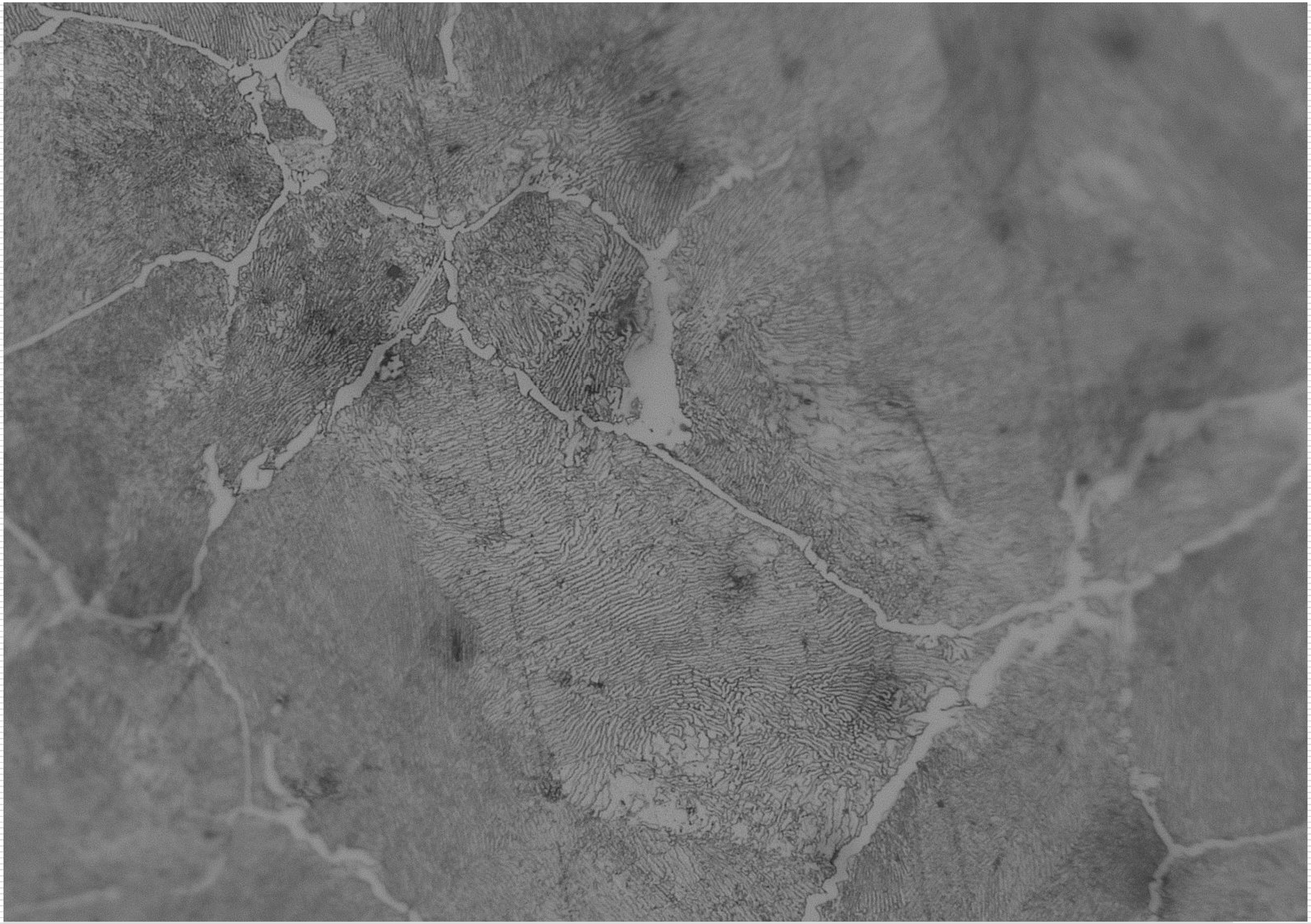
5、往届全国大赛金相样品点评



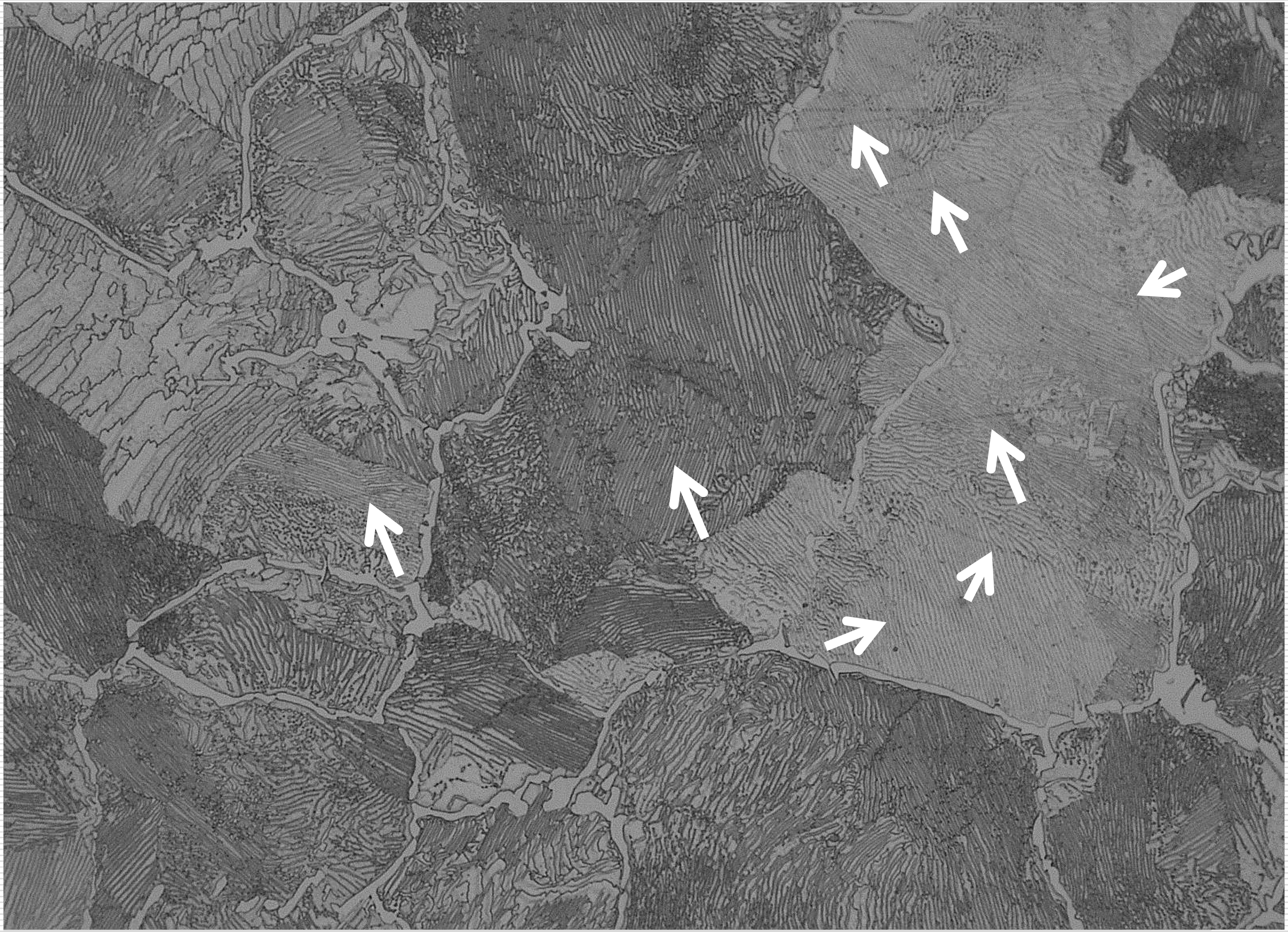
5、往届全国大赛金相样品点评



5、往届全国大赛金相样品点评

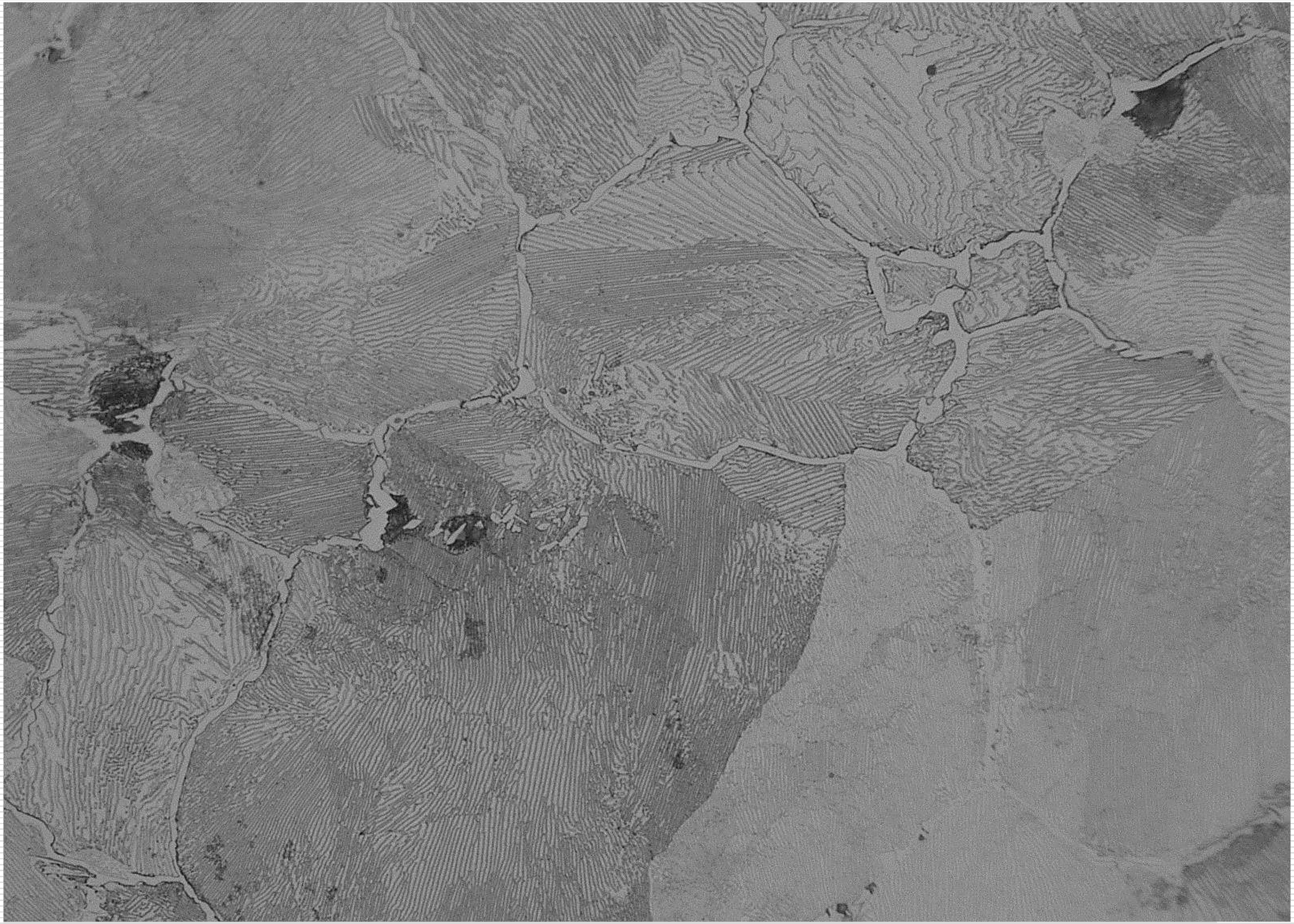


5、往届全国大赛金相样品点评



5、往届全国大赛金相样品点评

5、往届全国大赛金相样品点评

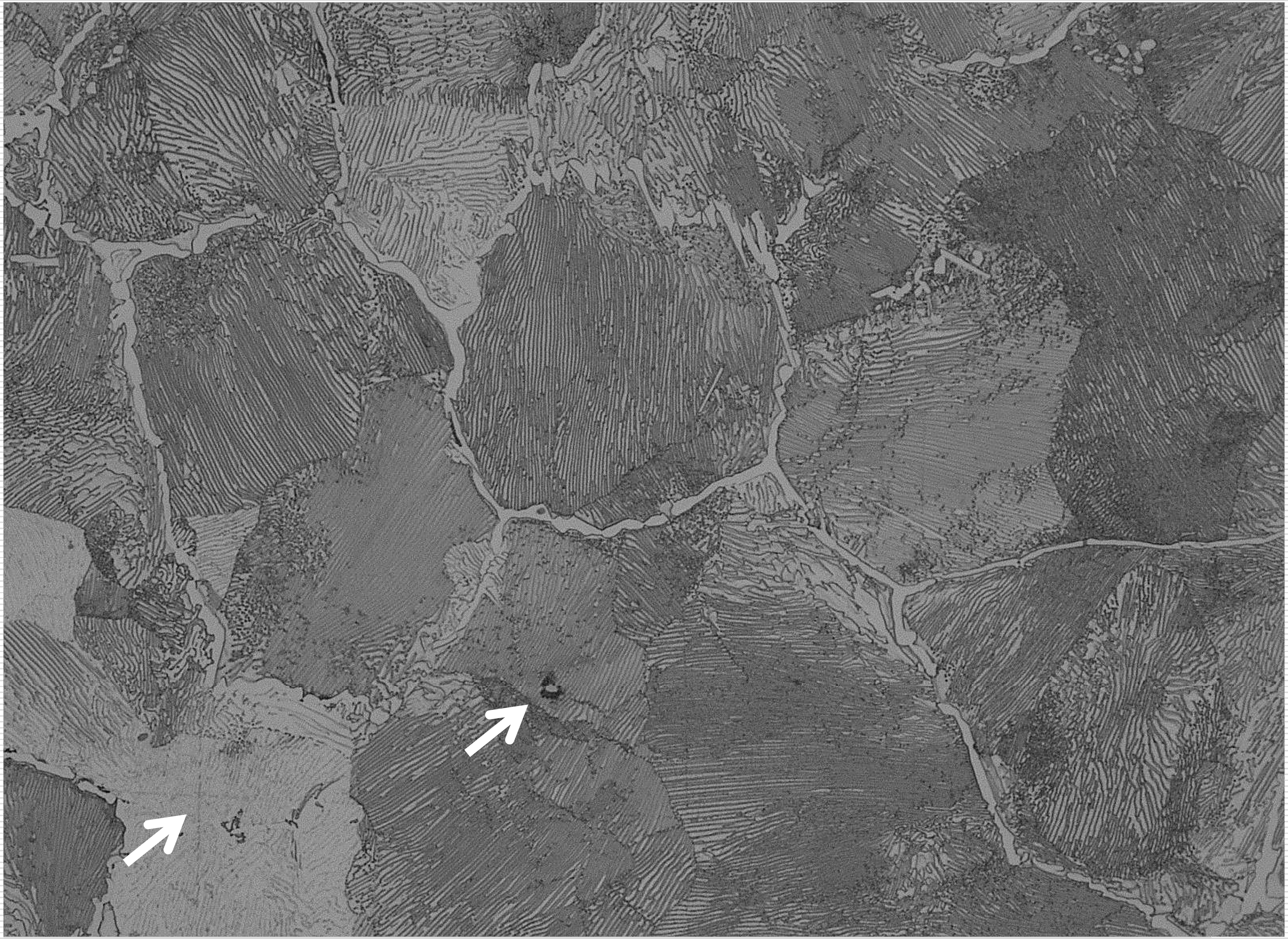


5、往届全国大赛金相样品点评

5、往届全国大赛金相样品点评

5、往届全国大赛金相样品点评

5、往届全国大赛金相样品点评



为什么制样时球铁中石墨易脱落，而灰铸铁中石墨不易脱落？

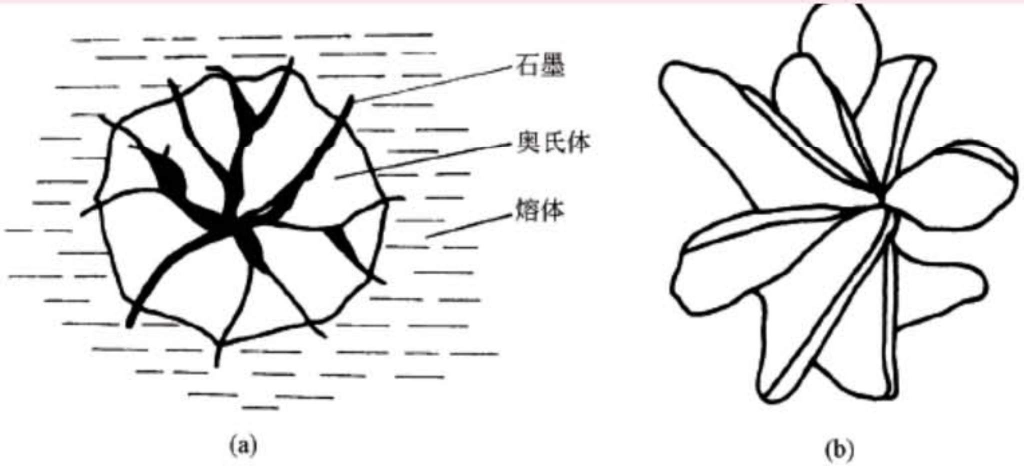
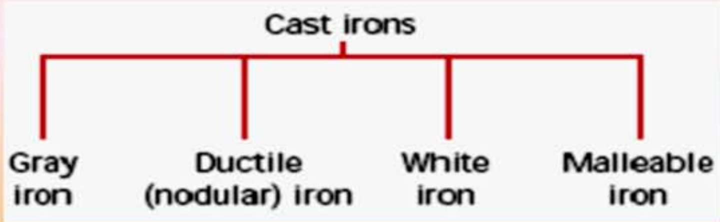


图 8-2　铸铁共晶团及片状石墨示意图
(a) 石墨片与奥氏体共晶团；(b) 石墨片的三维形貌



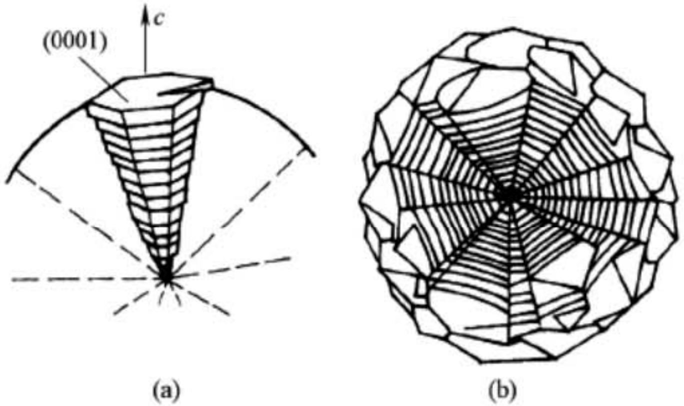


图 8-3　球状石墨螺旋生长示意图

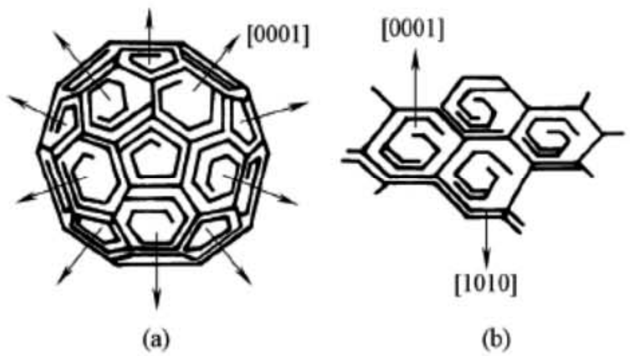
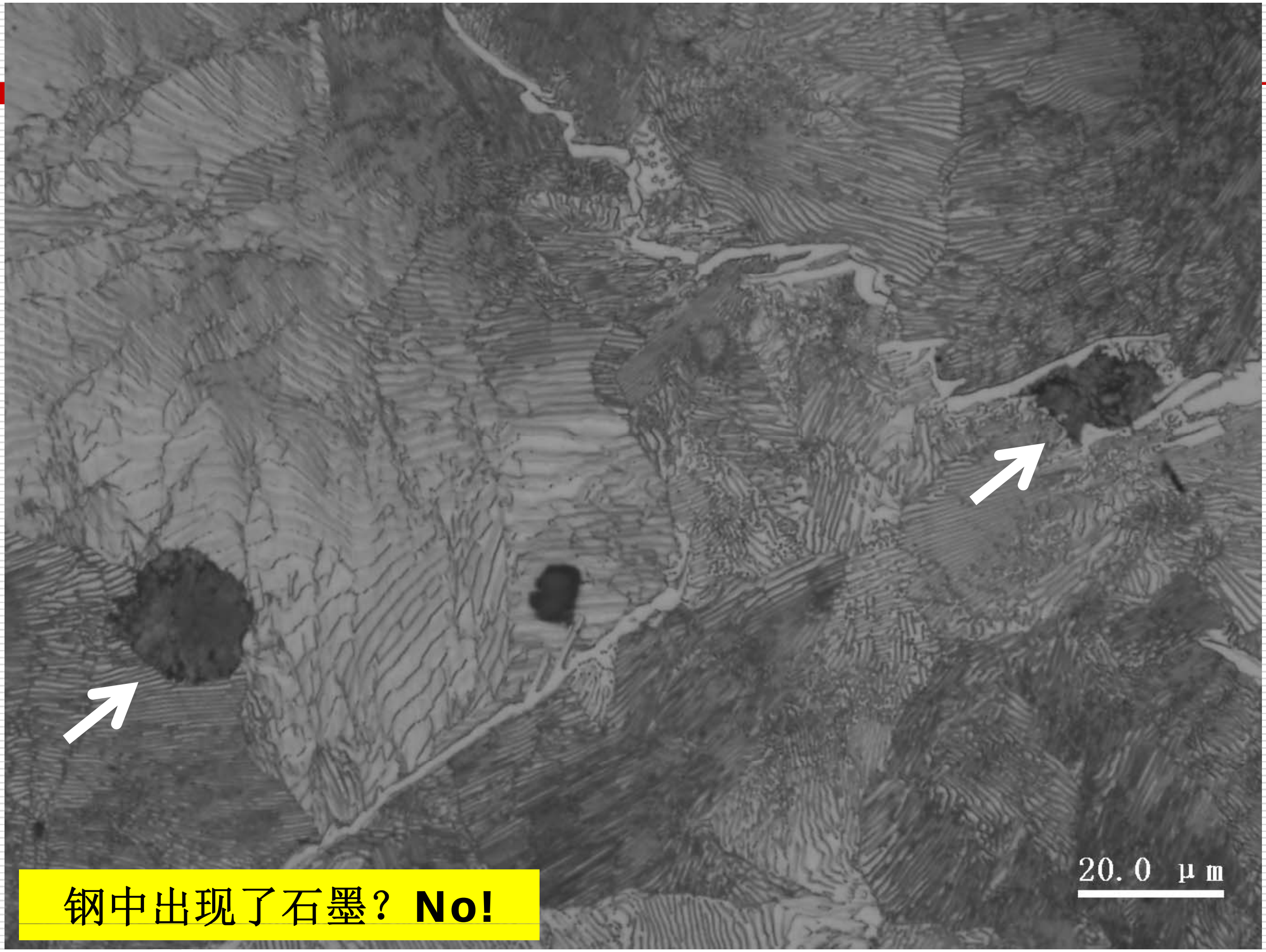


图 8-4　球状石墨多晶体生长示意图

5、往届全国大赛金相样品点评



钢中出现了石墨？No!

6. 总结与寄语

1. 没有金相学就没有金属学；不懂材料学难以驾驭金相学！

2. 金相样品制备主要目的：

为正确全面地显示材料组织和材料缺陷等创造样品条件

1. 金相样品制备的常见缺陷：划痕 拖尾 污渍 异物 假象 剥落 划伤 过浸蚀 浸蚀不足 氧化 塑性流变 不平、镶嵌缺陷等

4. 金相样品的基本要求：取样有代表性，符合相关标准要求，有记录；

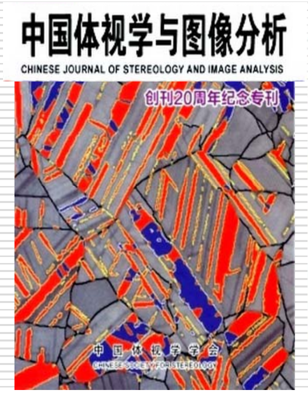
可满足清晰聚焦或特定聚焦观测要求；

能正确显示组织与材料缺陷

无假象，制样缺陷尽可能少

定量金相用样有特定要求

其他特殊要求（如失效分析）



刘国权主编. 材料科学与工程基础. 高等教育出版社, 2015

谢谢！敬请指正！

提醒：金相样品制备的实验室安全！！

Safety

1、关于浸蚀剂使用安全： Optical metallography involves the use of etchants (standard solutions containing a variety of chemicals such as strong acids and solvents) which can be very corrosive and poisonous. You must handle the chemicals with extreme care. **You must not have direct skin or eye contact with the etchants. Etchants must be used in well ventilated area. Do not try to smell the etchants.**

2、关于样品切割、镶嵌与磨抛光操作安全

本人亲历：**1976**年在热处理车间制备金相样品打砂轮时，一位同学因砂轮碎裂击中肾而重伤住院 **… …**