DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2019.02.009

退火态 T12 钢金相试样免抛光快速显示组织的试验研究

覃　红,李占坚
(广西机电职业技术学院,广西 南宁 530007)

摘　要:介绍了退火态 T12 钢金相试样免抛光腐蚀显示组织的方法。针对退火态 T12 钢特点,通过改进化学腐蚀剂配方,加大硝酸的用量比例,并配用双氧水与酒精进行清洗,经过免抛光的化学腐蚀显示,结果表明,此方法可以获得良好的金相组织观察表面,免除制样的抛光步骤,缩短了金相制样时间,与常规方法相比,具有快速、高效的优点,极大地提高了 T12 钢金相检验的效率。

关键词:T12 钢;金相制样;磨光;免抛光;腐蚀显示;快速高效

中图分类号:TG115.21　　**文献标识码**:A　　**文章编号**:1000-8365(2019)02-0173-04

Experimental on the Fast Display of Microstructure of Annealed T12 Steel Metallographic Sample without Polishing

QIN Hong, LI Zhanjian
(Guangxi Technical College of Machinery and Electricity, Nanning 530007, China)

Abstract: A method for revealing polishing-free microstructure of annealed T12 steel metallurgical sample is introduced. According to the characteristics of annealed T12 steel, by improving the formula of chemical etchant, increasing the amount of nitric acid, and using hydrogen peroxide and alcohol to clean, the chemical corrosion is shown without polishing. This method can obtain good metallographic structure, avoid polishing process, shorten the time of metallographic sample preparation. Compared with the conventional method, this method has the advantages of rapidity and efficiency, and greatly improves the efficiency of metallographic examination of T12 steel.

Key words: T12 steel; Metallographic sample; Polishing; Polishing-free; Corrosion display; Fast and efficient

退火态 T12 钢金相制样通常经过取样→粗磨→240、300、400、500、600 号金相砂纸细磨→抛光→清洗→干燥→化学腐蚀显示等多个步骤方可完成[1-4],其中的抛光步骤目的是消除细磨时留下的浅细磨痕,获得无痕镜面,可用机械抛光等方法完成,其操作工艺要求严格,稍有不当则无法达到理想状态。退火态 T12 钢较容易进行腐蚀显示,一般要腐蚀到一定的深度才能显示金相组织全貌,过浅过深的腐蚀都达不到要求。这种适当的腐蚀深度与细磨时留下的浅细磨痕深度相比,当腐蚀深度等于磨痕深度时,理论上我们就可以免去抛光步骤,直接显示金相组织全貌,提高对退火态 T12 钢进行金相检验的效率。基于上述研究思路,笔者经过大量的反复试验,在试样粗磨、细磨后免去抛光的制备步骤,直接进行化学腐蚀显示,配制出专用的腐蚀剂并总结了免抛光的腐蚀方法,取得了良好效果。实践证明,退火态 T12 钢的免抛光的腐蚀显示方法是可行的,具有现实的应用意义。

1　常规制备与显示

1.1　主要流程

一般情况下 T12 钢退火组织可以通过以下操作步骤完成金相试样的制备与显微组织显示:取样→粗磨→细磨→抛光→腐蚀→显微镜观察。其中细磨是在 0#~06# 金相砂纸上磨制完成,此时留下极为细而浅的磨痕如图 1 所示。

抛光可用机械抛光、化学抛光、电解抛光等方法完成。机械抛光是靠切削材料表面,去掉被抛光后的凸部而得到平滑面的抛光方法。化学抛光是将化学抛光液涂抹于金属表面,通过有规则溶解达到光亮平滑,利用零件表面微观的不一致性,表面微观凸起

收稿日期:2018-09-05

作者简介:覃　红(1972-),广西柳州人,工程师.主要从事金属材料热处理、机械制造工艺及设备研究、教学工作.E-mail:44519748@qq.com

通讯作者:李占坚(1970-),广西上林人,高级实验师.主要从事金属热处理、金相分析研究及教学工作.电话:0771-3249475,E-mail:973313209@qq.com.

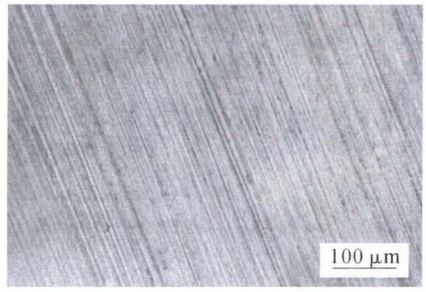


图 1 退火 T12 钢细磨后的磨痕
Fig.1 The wear scar of annealed T12 steel after fine grinding

部位优先溶解，溶解速率大于凹下部位的溶解速率，结果使钢铁零件表面的各种划痕被消除，从而获得平滑光亮的表面。电解抛光基本原理与化学抛光相同，即靠选择性的溶解材料表面微小凸出部分，使表面光滑[5,6]。图 2 所示为抛光后的表面效果为无痕的镜面，在显微镜下看到的是空白的反光图像。

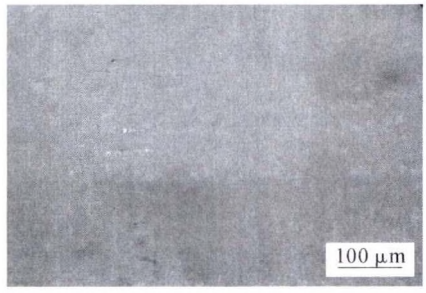


图 2 退火 T12 钢抛光后的无痕表面
Fig.2 Annealed T12 steel polished surface

腐蚀的操作一般可以选择 3%~5%的硝酸酒精溶液进行，通常用自来水冲洗试样→吹干→酒精液擦洗→吹干→腐蚀 20~30 s→水冲洗→吹干→酒精液擦洗→吹干→金相显微镜观察。腐蚀后的效果图如图 3 所示，即珠光体+二次网状渗碳体。

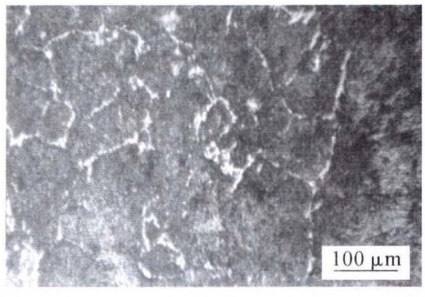


图 3 退火 T12 钢经 4%的硝酸酒精溶液腐蚀后的组织
Fig.3 Annealed T12 steel after corrosion by 4% nitric acid alcohol solution

1.2 存在问题

在上述的制备过程中，常用的 3 种抛光方法各有优劣之处，均存在不同程度的问题，其中机械抛光虽然具有对各种金属材料适应性强的优点而成为使用最普遍的一种方法，但它的抛光效率低且对操作人员的技术素质要求较高，对不同的材料有不同的操作规范，如操作欠佳则会造成一些抛光缺陷而影响制样效率及质量。化学抛光方便快捷，但操作时对抛光液的浓度和抛光的时间控制尤为重要，抛光不足和抛光过时都会影响观察。电解抛光由于要使用接通电源和专用设备，使用电解抛光机和电解抛光液，使得操作过程较上述两种抛光方式复杂，电解抛光存在组织边缘首先磨耗、不能满足组织边缘高清晰度的要求；只能磨平粗糙处，而不能磨平大面积的不平整处，抛光面上附着一层覆盖层而影响组织显示的清晰度[5,6]。针对抛光存在的诸多问题，最根本的解决办法应该是“釜底抽薪”式的免除抛光操作，对退火态的 T12 钢进行免抛光的快速制备显示。

2 免抛光的显示试验

T12 钢粗磨、细磨结束后在试样表面留下极细而浅的磨痕，退火态的 T12 钢在没有经过抛光情况下直接进行腐蚀显示，既要把细而浅的磨痕浸蚀去掉，又要恰如其份地显示出其内部的显微组织形貌，因此要找到适当的腐蚀配方和清洗手段才能实现。经对比试验，改进常用腐蚀液配比，采用 10%硝酸酒精溶液进行浸蚀，并经 3%浓度双氧水清洗和纯酒精清洗擦拭可达到显示的要求。

2.1 试剂配制与准备

(1)按 10%的比例配制硝酸酒精溶液：如在 100 mL 量杯中倒入 10 mL 的浓硝酸，余量的 90 mL 倒入纯酒精，混合形成 10%的硝酸酒精腐蚀溶液以备用。

(2)3%双氧水可用 30%浓度的双氧水直接兑蒸馏水配制，也可以直接从市面上直接购置 3%医用双氧水以备用。

2.2 腐蚀显示时间

(1)采用上述 10%硝酸酒精溶液腐蚀细磨后的退火态 T12 钢 30 s，试样上的腐蚀剂未干时随即采用 3%双氧水清洗 20 s 和纯酒精清洗 10 s，最后用干棉球擦拭吸干残液，在金相显微镜下试样上仍有较明显的磨痕，但其内部金相组织已初步被显示如图 4 所示。

(2)腐蚀时间延长至 60 s，其它操作步骤同上，其表面磨痕进一步被去除而减少，金相组织进一步被显示，如图 5 所示。

(3)腐蚀时间进一步延长至 120 s，其它操作步骤同上，其表面磨痕已基本被消除，金相组织被显示更为清晰，基本没有磨痕干扰，如图 6 所示。

(4)腐蚀时间延长至 150 s，其它操作步骤同上，

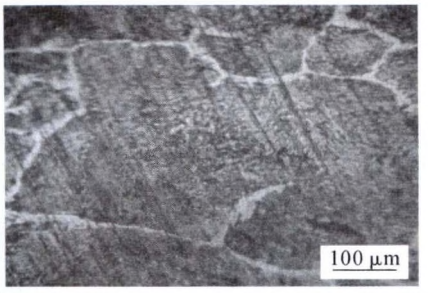


图 4 退火态 T12 钢细磨后经 10%硝酸酒精溶液腐蚀 30 s 和 3%双氧水清洗 20 s、纯酒精清洗 10 s

Fig.4 Annealed T12 steel after fine grinding, 10% nitric acid solution corrosion for 30 s and 3% hydrogen peroxide for 20 s, pure alcohol for 10 s

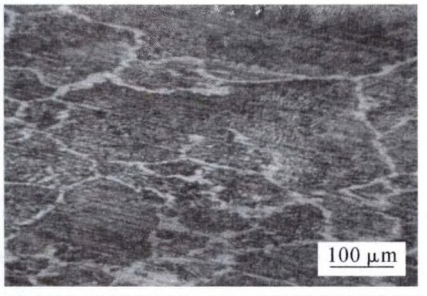


图 5 退火态 T12 钢细磨后经 10%硝酸酒精溶液腐蚀 60 s 和 3%双氧水清洗 20 s、纯酒精清洗 10 s

Fig.5 Annealed T12 steel after fine grinding, 10% nitric acid solution corrosion for 60 s and 3% hydrogen peroxide cleaning for 20 s, pure alcohol cleaning for 10 s

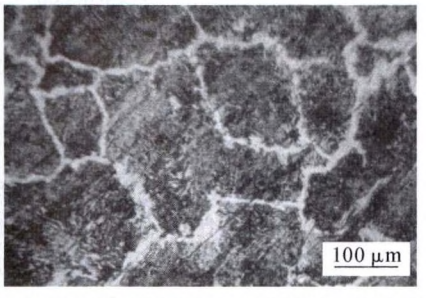


图 6 退火态 T12 钢细磨后经 10%硝酸酒精溶液腐蚀 120 s 和 3%双氧水清洗 20 s、纯酒精清洗 10 s

Fig.6 Annealed T12 steel after fine grinding, 10% nitric acid solution corrosion for 120 s and 3% hydrogen peroxide cleaning for 20 s, pure alcohol cleaning for 10 s

其表面磨痕已完全被消除，无磨痕干扰，金相组织完全被清晰显示，如图 7 所示，其效果与常规经抛光和腐蚀的效果(图 3 所示)相当。

(5)腐蚀时间延长至 200 s，其它操作步骤同上，试样表面出现过度腐蚀，金相组织模糊不清，难以分辨，影响检验观察，如图 8 所示。

3　试验结果分析与对比

上述试验证明，退火态 T12 钢可以通过免抛光的方法，在细磨后进行腐蚀和清洗可获得显示其内部金相组织的效果。腐蚀和清洗的时间要严格控制，腐蚀时间过短会有细磨痕残留在试样表面干扰我们的观察，反之，时间过长会产生过度腐蚀，出现

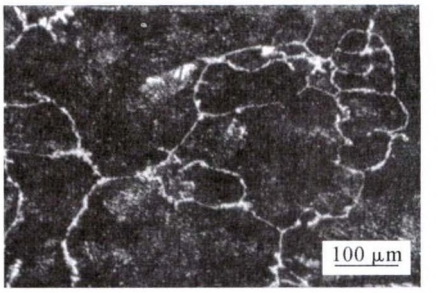


图 7 退火态 T12 钢细磨后经 10%硝酸酒精溶液腐蚀 150 s 和 3%双氧水清洗 20 s、纯酒精清洗 10 s

Fig.7 Annealed T12 steel after fine grinding, 10% nitric acid alcohol solution corrosion for 150 s and 3% hydrogen peroxide cleaning for 20 s, pure alcohol cleaning for 10 s

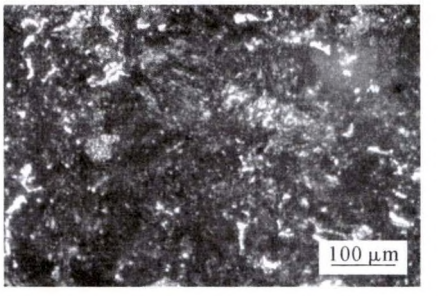


图 8 退火态 T12 钢细磨后经 10%硝酸酒精溶液腐蚀 180 s 和 3%双氧水清洗 20 s、纯酒精清洗 10 s

Fig.8 Annealed T12 steel after fine grinding, 10% nitric acid alcohol solution corrosion for 180 s and 3% hydrogen peroxide cleaning for 20 s, pure alcohol cleaning for 10 s

腐蚀坑和麻点，严重者则无法使用，需重新磨制。试验中，采用 10%浓度硝酸酒精 150 s 的拭擦腐蚀效果较为良好，对于操作人员要求不高，易于控制和操作。拭擦 10%浓度硝酸酒精腐蚀刚刚结束时，试样表面覆盖较厚的一层黑色的生成物，这层生成物正是消除细磨痕而产生的，这时不用擦干试样，马上使用 3%双氧水进行清洗。清洗时，试样表面会产生较多的气泡，这是腐蚀液其中的硝酸与双氧水发生化学反应，$HNO_3+H_2O_2 \rightarrow H_2O+NO_2\uparrow$，另外多余的双氧水本身进行分解反应，$2H_2O_2 \rightarrow 2H_2O+O_2\uparrow$，经过双氧水的清洗，黑色生成物被清除，试样表面会露出银灰色，随后经过纯酒精的清洗与擦干(吹干)即可在金相显微镜下观察到其清晰的组织形貌。

与常规的抛光后腐蚀显示方法相比，上述方法通过提高腐蚀剂浓度比例，同时用双氧水配合进行清洗，可以省去抛光的操作步骤，免去抛光所带来的一系列问题，如需增加抛光设备装置或购置化学抛光试剂等，在制备试样的成本和效率上获得良好成效，降低了成本，提高了效率，对于退火 T12 钢的内部组织分析有明显的效果。在其它钢种的试样制备和腐蚀工艺研究上值得借鉴和探索。

(下转第 178 页)

低,而添加稀土元素 Y 却会增强铜锆基非晶合金的耐腐蚀性。因此合理选择和搭配稀土元素,才能更好地提高铜锆基非晶合金的性能。

参考文献:

[1] 阎志杰. 大块非晶合金[M].北京:兵器工业出版社,2005.
[2] 胡壮麒, 宋启洪, 张海峰. 亚稳金属材料[M]. 北京:科学出版社, 2006.
[3] 汪卫华. 金属玻璃研究简史[J]. 物理, 2011,40 (11) :701-709.
[4] 胡壮麒,张海峰.块状非晶合金及其复合材料研究进展[J]. 金属学报, 2010,46 (11) :1391-1421.
[5] 孙亚娟, 翟延慧. Zr Cu Ni Al 块体非晶合金的低温压缩变形行为[J]. 金属热处理, 2016,41 (10) :25-28.
[6] 李淑琴, 李文, 付华萌. 温度和应变速率对 Mg61Cu20.3Ag8.7Er10 非晶合金力学行为的影响 [J]. 金属热处理, 2012, 37 (3) :24-27.
[7] 王庆,夏雷,肖学山,李维火, 等. 大块非晶合金的研究进展[J]. 自然杂志,2001 (3):145-148.
[8] Johnson W L. Fundamental aspects of bulk metallic glass formation in multicomponent alloys [J]. Material Science Forum. 1996,225-227:35-50.
[9] Inoue A. High-strength bulk amorphous-alloys with low critical cooling rates[J]. Maten Trans, JIM, 1995, 36:866-875.
[10] Peker A, Johonson W L. A highly processable metallic-glass $Zr_{41.2}Ti_{13.8}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ [J]. Applied Physics Letters, 1993, 63: 2342-2344.
[11] Zhang B, Zhao D Q, Pan M X, et al. Amorphous Metallic Plastic. Physical Review[J], 2005, 94(20):1-4.
[12] X Xu, L Y Chen, G Q Zhang. Formation of bulk metallic glasses in $Cu_{45}Zr_{48-x}Al_7Re_x$ (Re=La,Ce,Nd,Gd and 0<x<5 at.%). Intermetallics[J], 2007, 15:1066-1070.
[13] 周志兵. 添加铍对 ZrCuAl 合金非晶形成能力及力学性能的影响[D]. 秦皇岛:燕山大学, 2012:45-52
[14] 李洁,张哲夫. 稀土功能材料现状与分析[J]. 稀有金属与硬质合金. 2002,30 (1):42-45.
[15] 李国栋. 1998～1999 年金属磁性功能材料新进展 [J]. 金属功能材料. 2000, 7 (3):1-4.
[16] 石春山. 稀土功能材料[J]. 化学通报. 1989 (11):24-27, F003.
[17] 关蒙恩. 稀土元素在金属材料中的一些物理化学作用 [J]. 黑龙江科技信息, 2015 (33):71.
[18] 陈义明,甘章华,王锦林. 稀土元素在非晶合金中的应用[J]. 材料导报,2010,24 (Z2):495-498.
[19] Paul Bouyer. 锆基大块非晶合金的氧化行为[D]. 哈尔滨:哈尔滨工业大学,2016.
[20] 范新会,艾兴余,李炳, 等. 添加微量稀土钇对铜基合金非晶形成能力的影响[J]. 西安工业大学学报,2013,33 (4):324-328.
[21] 乐文凯,袁子洲,李断弦, 等. Y 对 Zr 基非晶合金在 3.5%NaCl 溶液中腐蚀行为的影响[J]. 热加工工艺,2017,46 (4):117-119.
[22] 山圣峰,田晓生,于涛, 等. Y 添加 $Ti_{40}Zr_{25}Cu_9Ni_8Be_{18}$ 非晶合金的纳米晶化及力学性能[J]. 材料工程,2018,46 (7):88-93.
[23] 孙博. CuZr 基块体非晶复合材料的制备及其组织结构与性能的研究[D]. 南昌:南昌大学,2015.
[24] 徐旋旋. Cu-Zr-Al 基非晶合金的超塑性及晶化动力学研究[D]. 西安:西安工业大学,2018.
[25] 司颐,唐首春,索忠源, 等. 稀土元素对 Cu 基非晶合金形成能力和力学性能的影响[J]. 辽宁工学院学报,2007 (2):101-104,110.
[26] 孙亚娟,魏先顺,黄永江, 等. 稀土 Gd 掺杂对锆基块体非晶合金玻璃形成能力及力学性能的影响 [J]. 金属学报,2009,45(2): 243-248.
[27] 梁顺星,宗海涛,宋爱君, 等. 稀土元素 Gd 对 Zr 基块体非晶合金形成能力的影响 [J]. 特种铸造及有色合金,2008,28(Z1): 277-279.
[28] 张永章. 稀土元素对 CuZrAl 系块体非晶合金形成能力的影响及力学性能研究[D]. 广州:广东工业大学,2006.
[29] 王建东,马志军,李全平, 等. 氧含量对锆基非晶塑性性能的影响[J]. 科技视界,2018 (13):111-113.
[30] 吴迪,张辉,张国英,等. 添加 Nb,Ta,V,Y,Sc 对 Cu 基大块非晶形成能力及耐蚀性的影响[J]. 沈阳师范大学学报(自然科学版), 2009,27(1):41-45.
[31] 贺林,孙军,李洋. Sc 对 Zr 基块体非晶合金晶化动力学的影响[J]. 中国有色金属学报,2006,16 (1):35-40.
[32] 李洋,贺林,孙军, 等. Sc 提高锆基块体非晶合金玻璃形成能力的机理[J]. 稀有金属材料与工程,2006,35 (11):1740-1743.

(上接第 175 页)

4 结论

(1)采用 10%硝酸酒精溶液对细磨后的退火 T12 钢金相试样进行 150 s 的腐蚀,再配以 3%双氧水和纯酒精的清洗,可以直接显示其内部的金相组织。

(2)上述方法可以免去抛光步骤对退火 T12 钢试样进行制备和显示,降低成本,提高效率,具有现实的应用意义,可在其它钢种上进行借鉴和试验研究,值得推广应用。

参考文献:

[1] 马孝娟, 钢铁材料金相样品研磨过程中的缺陷分析与控制[J]. 新疆钢铁,2014,131(3):20-23.
[2] 燕样样,李红莉. 金相试样制备技术与技巧[J]. 理化检验-物理分册,2013,49(3):162-165.
[3] 李满. 金相试样的制备[J]. 天津市经理学院学报. 2014,6(3):94.
[4] 汪守朴. 金相分析基础[M]. 北京:机械工业出版社,2000.
[5] 李明,魏子海,张楷,等. 现场金相无损检测技术[J]. 工业 A, 2016(22):263-264.
[6] 刘新佳,肖继德,许鹤群. 金相试样电解机械复合抛光工艺[J]. 新技术新工艺,1997(4):43-44.