

不锈钢 金相制备

应用 说明

耐腐蚀钢含有至少 11% 的铬, 统称为“不锈钢”。这类高合金钢可分为四类: 铁素体、马氏体、奥氏体和奥氏体-铁素体 (双相) 不锈钢。这些分类描述了合金在室温下的微观结构, 这在很大程度上受合金成分的影响。

不锈钢的主要特点是其耐腐蚀性。这种特性可以通过添加特殊的合金元素得到增强, 这对其他特性具有进一步的有利影响, 例如韧性和抗氧化性。

例如, 铌和钛能够增强耐晶间腐蚀性, 因为它们会吸收碳以形成碳化物; 氮能够增加强度, 硫能够增强可切削性, 因为它会形成少量硫化锰, 从而产生较短的切屑。不锈钢因其耐腐蚀性和出色的表面光洁度而在飞机、



用于飞机工业的高性能不锈钢零部件

化工、医疗和食品行业、专业厨房、建筑甚至珠宝方面发挥着重要作用。

不锈钢的金相是生产过程中整体质量控制的重要组成部分。金相测试主要包括晶粒尺寸的测定、 δ 铁素体和 σ 相的识别以及碳化物的评估和分布。此外, 金相还用于研究腐蚀/氧化机理的失效分析。

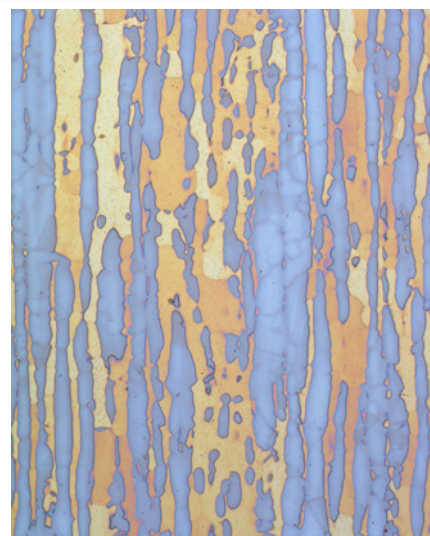


图 1: 经 40% 氢氧化钠水溶液
150x
进行电解蚀刻的双相钢,
显示有蓝色奥氏体和黄色铁素体

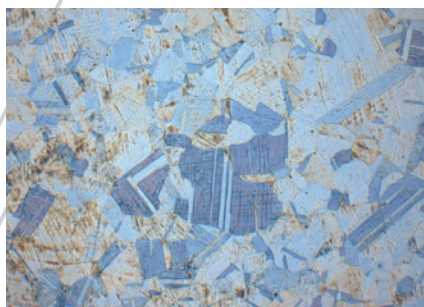
金相制备过程中的难点

研磨和抛光: 铁素体和奥氏体不锈钢的变形和划痕。碳化物和夹杂物的保留。



经过 3μm 抛光的不锈钢表面,
25x
显示有研磨导致的变形

DIC



抛光不足的不锈钢,
100x
经过彩色蚀刻 (Beraha II), 显示有变形

解决方案:

使用金刚石进行彻底抛光, 并用硅胶或氧化铝进行最终抛光。



不锈钢的生产 和应用

高合金钢的生产是一个复杂的熔化和再熔化过程。铁和经过良好分选的废钢混合物首先在电弧炉中熔化，然后铸造成钢锭或连续铸造成钢坯或坯锭。对于很多应用，这些初级产品可以进一步加工成条形、棒形或板形。对于质量要求较高的钢，初级产品可作为原料进行二次冶炼。这种二次冶炼可通过真空感应熔化+真空电弧再熔化或电渣再熔化进行二重、甚至三重再熔化，这一过程也可在压力和保护气体环境下进行。

这种二次冶炼过程的主要目的是减少杂质，如氧化物、硫化物和硅酸盐，以便通过连续的再熔化提高洁净度，生产出具有优异机械和物理性能的均匀钢锭。

应用

不锈钢的耐蚀性是建立在铬与铁的合金基础上的，并且依赖于被动表面氧化层的形成，而被动表面氧化层在受到机械损伤时可以自行修复。

可能发生的腐蚀有各种不同的类型，如点腐蚀、应力腐蚀、晶间腐蚀或振动腐蚀。通过添加铬以外的合金元素，可以提高对于任意特定腐蚀形式的耐腐蚀能力，例如，添加钼可以提高抗点腐蚀能力。四种不锈钢的主要合金、性能和应用示例简介如下：

铁素体不锈钢是不可以进行热处理的合金，碳含量低，铬含量为 11-17%。

性能：有磁性，耐大气腐蚀，强度和韧性中等。

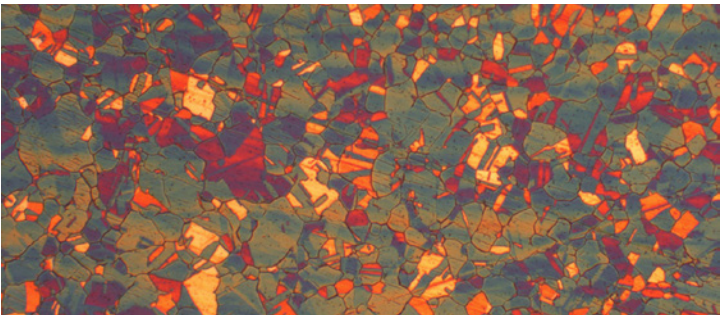
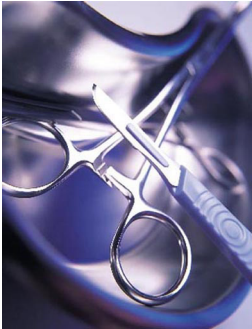
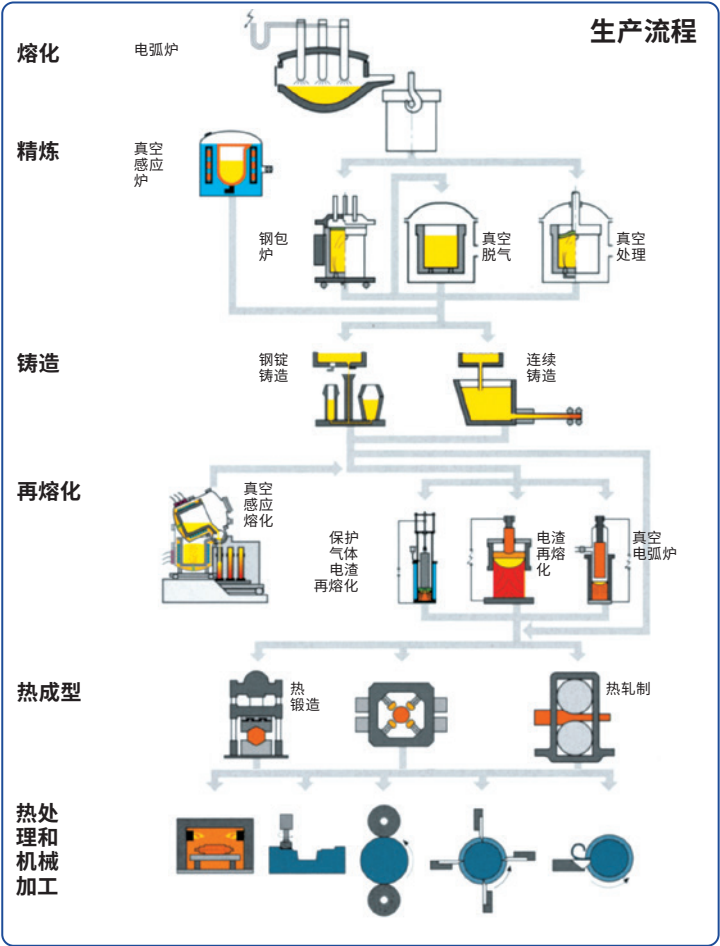


图 2：
奥氏体钢，
经彩色蚀刻
(Beraha II)。

100x



应用：电磁阀、剃须刀片、汽车装饰。

马氏体不锈钢是可以进行热处理的合金，碳含量中等，铬含量为 12-18%，镍含量为 2-4%。

性能：耐腐蚀性高，耐高温，耐蠕变。应用：医疗应用中的手术刀、刀、钩和镊子，飞机的驱动系统和高性能零部件。

奥氏体不锈钢不可以进行热处理，含 0.03-0.05% 的碳，主要合金元素有铬 (17-24%)、镍 (8-25%) 和钼 (2-4%)；加入钛和铌形成碳化物。性能：韧性高，耐腐蚀性高，耐含氧酸、碱，冷成型性能非常好，易于处理和机械加工。

用途：螺钉、螺栓和植入体，低温应用，化工、医药和食品行业的容器及管道，厨具。

奥氏体-铁素体钢(双相)的碳含量较低，与奥氏体钢相比，铬含量通常较高 (21-24%)，镍含量较低 (4-6%)，钼含量为 2-3%。

性能：在腐蚀介质中耐疲劳，抗应力腐蚀性能好。

应用：化工设备、环保和海洋行业、建筑。



不锈钢的制备难点

铁素体不锈钢很柔软，而奥氏体不锈钢易延展。二者都容易发生机械变形。最终抛光通常会使得这些不锈钢具备高反射性，但是，如果没有进行彻底的预抛光，它们在蚀刻后可能会再次出现变形(图 3)。

马氏体钢因其硬度而相对容易抛光。通常，应注意保留碳化物。

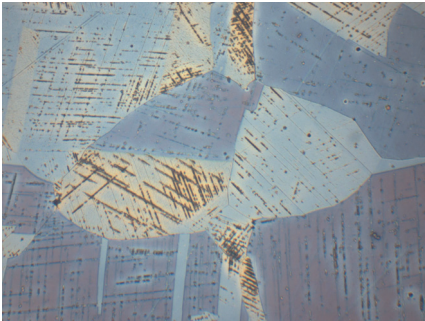


图 3：抛光不足的奥氏体钢，500x 蚀刻 (Beraha II) 后显示有变形

不锈钢的制备建议

对于较软的柔韧不锈钢，强烈建议避免使用非常粗的研磨箔/纸和高压，因为这样可能会导致较深的变形。一般情况下，应使用与样品面积和表面粗糙度一致的最精细的磨料进行粗磨。使用带金刚石的刚性研磨盘 (MD-Largo) 进行精磨，或使用带金刚石的 MD-Plan 抛光布作为用于某些不锈钢的替代选择。精磨后，使用带金刚石的中等硬度抛光布进行彻底抛光，然后使用硅胶 (OP-S) 或氧化铝 (OP-A) 进行最终抛光以去除细微的划痕。此步骤应非常彻底，可能需要几分钟的时间。良好的最终抛光能够增加改善对比度的几率 (请参阅“蚀刻”)。

如果在第一个研磨步骤中产生的任何变形未通过精磨去除，将留下痕迹，且不能通过最终抛光去除。表 1 显示了镶嵌在直径为 300 mm 的半自动 Tegramin 上的尺寸为 30 mm 的不锈钢样品的制备方法。表 2 显示了使用直径为 350 mm 的 Struers MAPS 或 AbraPlan/AbraPol 冷镶嵌或未镶嵌的 6 个不锈钢样品 (65x30 mm) 的制备方法。

电解抛光

进行研究或快速的一般结构检查时，电解抛光和蚀刻因不会导致任何机械变形，可作为不锈钢机械抛光的替代方式。

电解抛光对于微观结构检查有很好的效果 (图 4)，但它不适合用于鉴别碳化物。它们会被洗掉或看起来变大了。

在电解抛光前，必须在碳化硅箔/砂纸上将样品研磨至 1000#。初始表面越细，电解抛光效果越好 (请参阅下面的制备方法)。

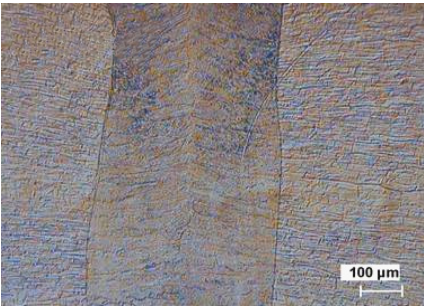


图 4：不锈钢焊缝，经电解抛光和蚀刻，DIC

电解液：	A3
面积：	1 cm ²
电压：	35 V
流量：	13
时间：	25 秒
使用不锈钢蚀刻盘进行外部蚀刻：	
10% 草酸水溶液	
电压：	15 V
时间：	60 秒

不锈钢电解抛光和蚀刻制备方法。在 SiC 箔/砂纸 320#、500# 和 1000# 上研磨。

研磨

步骤		PG	FG
	表面	MD-Alto	MD-Largo
	磨料	类型	Al ₂ O ₃
		尺寸	#180/220
	悬浮液/润滑剂	水	DiaPro Allegro/Largo 9
	转速	300	150
	力 [N]/试样	25	40
	时间 (分钟)	根据需要	5

抛光

步骤		DP	OP
	表面	MD-Dac	MD-Chem
	磨料	类型	金刚石
		尺寸	3 µm
	悬浮液/润滑剂	DiaPro Dac 3	OP-S 不干型 悬浮液 OP-A
	转速	150	150
	力 [N]/试样	20	15
	时间 (分钟)	4	2-3

表 1：镶嵌在直径为 300 mm 的半自动 Tegramin 上的直径为 30 mm 的不锈钢样品的制备方法。

作为 DiaPro 的替代选择，多晶金刚石悬浮液 P 可与绿色/蓝色润滑剂一起使用。

蚀刻

蚀刻不锈钢需要一些经验和耐心。有关蚀刻剂的文献资料有很多，建议尝试各种不同的蚀刻剂，以确定适合实验室经常制备的特定材料的单独储备液。

由于不锈钢具有很高的耐腐蚀性，所以需要很强的酸才能揭示其结构。处理这些蚀刻剂时必须采用标准的安全预防措施。在很多实验室，文献中提到的蚀刻剂会根据要蚀刻的材料，甚至出于个人喜好而进行修改。为了获得良好的蚀刻效果，应进行充分的最终氧化物抛光。下面是一些在日常常规应用中已证明成功的蚀刻剂。

研磨

 步骤		PG 	FG 
	表面		Stone 3A36 MD-Largo
	磨料	类型 Al_2O_3	金刚石
		尺寸 #150	9 μm
	悬浮液/ 润滑剂		水 DiaPro Allegro/Largo 9
	转速		1450 150
	力 [N]/ 试样		50 50
	时间 (分钟)		根据需要 9

抛光

步骤		DP 1	DP 2	OP	
	表面	MD-Mol APS	MD-Nap	MD-Chem	
	磨料	类型	金刚石	金刚石	硅/铝
	尺寸	3 μm	1 μm	0.04 μm / -	
	悬浮液/ 润滑剂	DiaPro Mol B 3	DiaPro Nap B 1	OP-S 不干型悬浮液 OP-A	
	转速	150	150	150	
	力 [N]/ 试样	50	25	25	
	时间 (分钟)	6	4	2-3	

表 2: 使用直径为 350 mm 的 Struers [MAPS](#) 或 [AbraPlan/AbraPol](#) 冷镶嵌或未镶嵌的不锈钢样品 (65x30 mm) 的制备方法。

作为 DiaPro 的替代选择, 多晶[金刚石悬浮液 P](#) 可与[绿色/蓝色润滑剂](#)一起使用。

化学蚀刻

注意: 在处理化学试剂时, 请务必遵守建议的安全防护措施。

对于马氏体钢

- 925 ml 乙醇
- 25 g 苦味酸
- 50 ml 盐酸

对于奥氏体钢

1) 棉签蚀刻 (Swab etch):

- 500 ml 蒸馏水
- 300 ml 盐酸
- 200 ml 硝酸
- 50 ml 饱和三氯化铁溶液
- 2.5 g 二氯化铜

2) 100 ml 水

- 300 ml 盐酸
- 15 ml 过氧化氢 (30%)

3) V2A 蚀刻剂:

- 100 ml 水
- 100 ml 盐酸
- 10 ml 硝酸
- 在室温或高达 50°C 的温度下进行蚀刻

彩色蚀刻剂 Beraha II:

- 储备液
- 800 ml 蒸馏水
- 400 ml 盐酸
- 48 g 氟化氢铵
- 在 100 ml 这种储备液中, 加入 1-2 g 焦亚硫酸钾用于蚀刻。

电解蚀刻

对于奥氏体-铁素体钢 (双相):

- 40% 氢氧化钠水溶液

所有不锈钢:

- 10% 草酸水溶液



结构解释

铁素体不锈钢对热处理没有反应。但是, 冷加工可能会影响它们的性能。它们在室温下具有磁性。退火状态下的微观结构由铁素体晶粒组成, 晶粒上镶嵌了微细碳化物。用于机械加工的铁素体钢含有大量的硫化锰, 便于进行自由切削 (图 5)。

马氏体不锈钢对热处理有反应。马氏体钢通过快速冷却成型, 然后通过回火处理优化其性能。

合金具有磁性。根据热处理的不同, 微观结构的范围是从纯马氏体结构到微回火马氏体。不同的合金和各种尺寸的半成品要求复杂的热处理温度和时间。

δ 铁素体 (图 6) 通常是不必要的相, 因为铬含量高的钢在 700 到 950°C 的温度下长时间退火后, 可将 δ 铁素体变为硬而脆的铁铬金属间 σ 相。

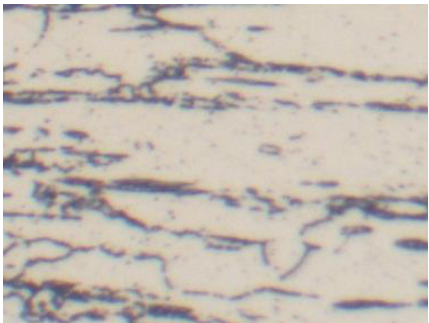


图 5: 铁素体不锈钢, 含硫化锰和 200x 小碳化物串, 经 10% 草酸电解蚀刻



图 6: 回火马氏体不锈钢, 75x 含 δ 铁素体, 经苦味酸蚀刻

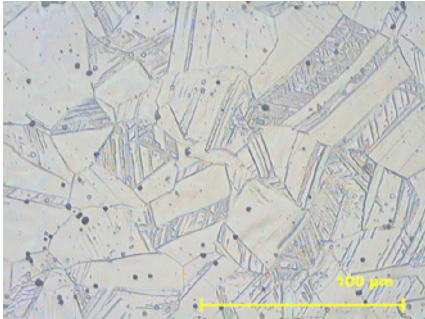


图 7: 冷加工奥氏体钢, 显示有孪晶, 经 V2A 蚀刻剂蚀刻。

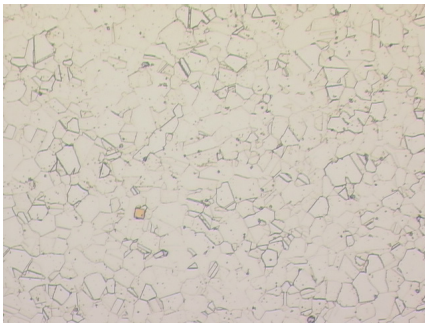


图 8: 含碳化物和一些
200x
钛碳氮化物的奥氏体钢

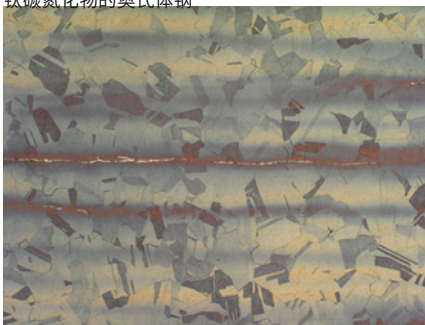


图 9: 含 δ 铁素体串的奥氏体钢,
125x
显示有偏析。
蓝色区域: 合金元素的消耗。

加热至 1050°C 后进行淬火, 可去除 σ 相, 否则会脆化。

奥氏体不锈钢对热处理

没有反应, 相反, 快速冷却会产生最柔软的状态。在此状态下, 它们没有磁性, 它们的属性受冷加工的影响。这些钢的微观结构由奥氏体晶粒组成, 可能呈现孪晶状态 (图 7)。将这些钢暴露在高温下 (范围为 600-700°C), 可在奥氏体晶粒内形成复合碳化物。这将导致奥氏体固溶体中的铬贫化, 从而增加对晶间腐蚀或氧化的敏感性。

通过将碳减少到 0.015% 以下并添加少量的钛或铌, 可降低晶间腐蚀的风险, 因为这些元素会优先于铬形成碳化物 (图 8)。

由于马氏体钢的临界热处理条件或奥氏体钢的冷加工, 可能会出现 δ 铁素体 (图 9)。

奥氏体-铁素体不锈钢 (双相) 由铁素体和奥氏体组成。在 40% 苛性钠溶液中进行电解蚀刻后能够展示结构, 并可估算每相的正确比例 (请参阅图 1 和下面的图 10)。这些钢易延展, 专门用于食品、造纸和石油行业。

总结

不锈钢是耐腐蚀的钢, 其铬和镍含量很高。铁素体不锈钢很柔软, 奥氏体不锈钢易延展, 它们在金相制备期间容易产生机械变形和划痕。此外, 碳化物无法一直保留。

为成功进行机械抛光,
建议:

- 避免将粗磨料用于粗磨。
- 使用金刚石进行的精磨和抛光应彻底, 确保去除粗磨产生的所有变形。
- 应使用硅胶或氧化铝进行最终氧化物抛光, 以实现无变形的表面。

在自动制备设备上完成四步程序后, 可得到令人满意的可再现结果。不锈钢难以进行化学蚀刻, 推荐的蚀刻剂具有很强的腐蚀性, 需要小心处理。

另外, 建议采用电解抛光和蚀刻, 这样可以实现无变形的表面, 但不会保留碳化物。



图 10: 锻造双相钢, 显示有蓝色铁素体、白色奥氏体和 σ 相细针, 经 40% 氢氧化钠水溶液蚀刻。

150x

Struers ApS

Pederstrupvej 84
DK-2750 Ballerup,
Denmark
电话 +45 44 600 800
传真: +45 44 600 801
struers@struers.dk
www.struers.com

**应用
说明**

不锈钢金相制备

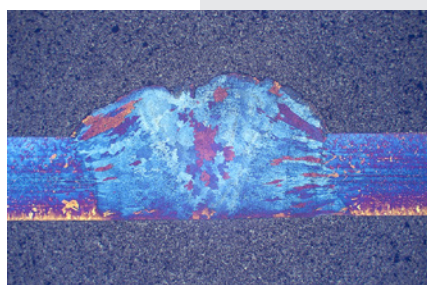
Elisabeth Weidmann, Struers A/S, Copenhagen
Anne Guesnier, Struers A/S, Copenhagen
Bill Taylor, Struers, Ltd., Glasgow, UK.

鸣谢

我们要感谢奥地利卡普芬贝格的 Böhler Edelstahl GmbH 公司, 他们慷慨地提供了大量信息和样品材料, 并允许复制第 1 页上的零部件照片以及第 2 页上的生产流程图。特别感谢 J. Hofstätter 的合作, 以及 A. Dreindl 贡献的显微镜图片图1、2、6、9 和 10。我们感谢德国维利希 Struers GmbH 公司 H. Schnarr 博士提供的显微镜图片图4 和 7。

参考文献

Schumann, VEB Deutscher Verlag für
Grundstoffindustrie, Leipzig 1968
Werkstoffkunde und Werkstoffprüfung, W.
Domke,
Verlag W. Giradet, Essen, 1977
Metals Handbook, Desk Edition, ASM, Metals
Park,
Ohio, 44073, 1985
Color Metallography, E. Beraha, B. Shpigler,
ASM, Metals Park, Ohio, 44073, 1977
Handbuch der metallographischen
Ätzverfahren, M.Beckert, H. Klemm, VEB
Deutscher Verlag für Grunstoffindustrie, Leipzig,
1976
Metallography, Principles and Practice, George
F. VanderVoort, McGraw-Hill Book Company,
1984
Merkblatt 821, Edelstahl Rostfrei-Eigenschaften
Informationsstelle Edelstahl Rostfrei,
Düsseldorf, BRD
Metallographic instructions for color etching
by immersion, E. Weck, E. Leistner, Deutscher
Verlag für Schweisstechnik (DVS), Düsseldorf,
1983



不锈钢焊缝,
经 Beraha II 蚀刻。

20x