

## 显微镜在金相学中的应用

使用蔡司 Axio Observer 和蔡司 Axio Imager

# 显微镜在金相学中的应用

## 使用蔡司 Axio Observer 和蔡司 Axio Imager

作者： Gaby Ketzer-Raichle、Timo Bernthaler 博士、  
Gerhard Schneider 教授博士  
德国阿伦大学材料研究所

Susanne Klerner 博士  
德国 Carl Zeiss Microscopy GmbH

Andy Holwell  
蔡司显微镜事业部，金属解决方案团队

日期： 2018 年 9 月

### 介绍

阿伦大学材料研究所 (IMFAA) 从事材料学方法的应用与深入开发，涉及的领域涵盖功能性复合材料、磁性材料和电池材料。在日常的研究工作中，IMFAA 致力于传统金属和陶瓷材料以及能源技术和复合材料中所使用的先进功能性材料的合成与分析。其主要任务包括样品改性和改性需求、影响研究问题的多种因素，以及寻求能够满足灵活性要求的显微解决方案。

了解结构，如晶体结构和微观形态，以及元素组份和分布是确保各种规格组件设计安全性的关键所在——范围从机械工程和航天航空工程到发电站工程和电气工程。观察到的很大程度上决定材料特性的结构变得越来越小，因而愈发难以鉴别。所以，显微镜检验必不可缺，但同时又对其提出了挑战 (图 1)。在许多情况下，需要将光学显微镜和电子显微镜两者结合起来清晰地辨别结构。但是，金相显微镜仍然是此类分析应用的首选。金相样品制备后，使用传统光学显微镜观察微观结构。对样品进行切片、水磨并使用钻石或氧化物悬浮液完成抛光，直至它们不再有划痕或出现变形，然后 (可选) 进行化学蚀刻使细致的微观结构特征清晰可辨。这些结构是由传统的蚀刻和印模方法制备出来的。

对大多数材料而言，必须在完成最终的化学或电解腐蚀后才能观察到所需结构。而部分材料还适用于结构照明显微成像，例如使用偏光作为观察方法 (“光学腐蚀”)。

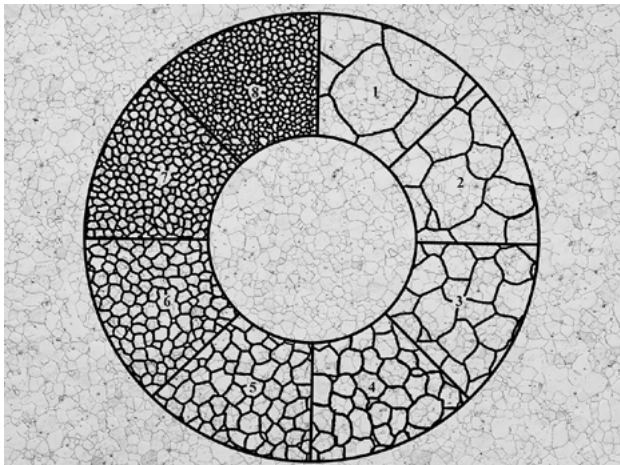


图 1 有色金属铸件不规则大尺寸样品的显微结构分析。倒置显微镜可以让用户在执行此类分析时更方便、更快捷。样品无需切片和镶嵌；通过直接放置于载物台上即可对待测表面进行观察，从而实现对大而重样品的直接检验。

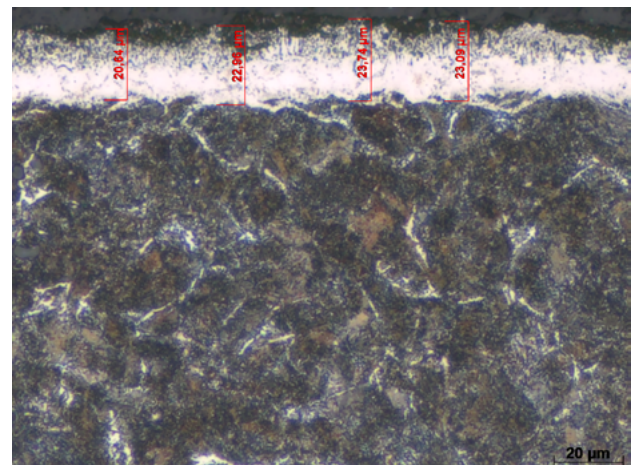
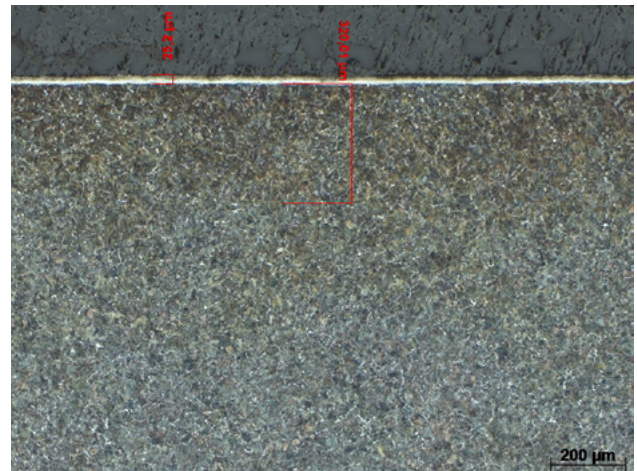
在下面的章节中将介绍典型金相学应用的示例。

### 钢中晶粒度评定 - 钢基于 ASTM E112

晶粒尺寸和分布对材料特性起着重要影响，并成为这类材料在冶金学分析应用中的关键参数。通过比较重叠标准图像可以非常方便快速地测定晶粒度；如图 2 所示。此外，运用合适的软件 (蔡司 ZEN core) 还能够快速且可重复地测量抛光和腐蚀显微切片的晶粒度。



**图 2** 高纯度非合金低碳钢。上：铁素体晶粒的显微结构。下：ASTM E112 标准谱图叠加在组织照片上进行比较评级。腐蚀：1% HNO<sub>3</sub>。100× 放大倍率。（物镜：EC Epiplan-NEOFLUAR 10x/0.25 DIC；明场）



**图 3** TENIFER® 氮化层；化合物层（25 μm）和扩散层（320 μm）。基体：热处理组织，主要包含回火马氏体，以及少量氮化物颗粒。腐蚀：3% HNO<sub>3</sub>。上：50× 放大倍率；下：500× 放大倍率。（上：物镜：EC Epiplan-NEOFLUAR 5x/0.14；下：物镜：EC Epiplan-NEOFLUAR 50x/0.55 HD DIC；明场）

### TENIFER® 氮化层层厚测定

采用 TENIFER® 法的氮碳共渗工艺可用于提高材料的表面硬度、耐磨性、抗疲劳强度和耐腐蚀性。这种方法特别适合于常见的渗氮钢。层厚和渗氮层硬化深度受到材料组份的显著影响；两者均是评估技术生产工艺的测量变量。图 3 为典型的氮化层。在不同放大倍率下测得的化合物层和扩散层厚度。

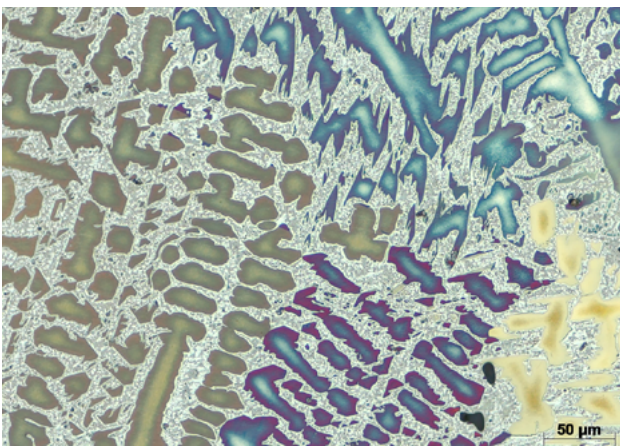
### 评估铜锡合金中有色金属的结构

揭示凝固结构以测定整个组件的均匀性或测量晶粒度，以便判断钟形金属铸件的质量。例如，声音特性会受到合金、结构和孔隙度的影响。在含锡量较低的轴承青铜中，共析物量比是影响轴承合金耐磨性的重要因素。图 4 为染色腐蚀后的结构。视放大倍率的不同，可以区分和测量某些特征。

铸态晶粒组织 50x



混晶和共析组织 200x



共析组织 500x

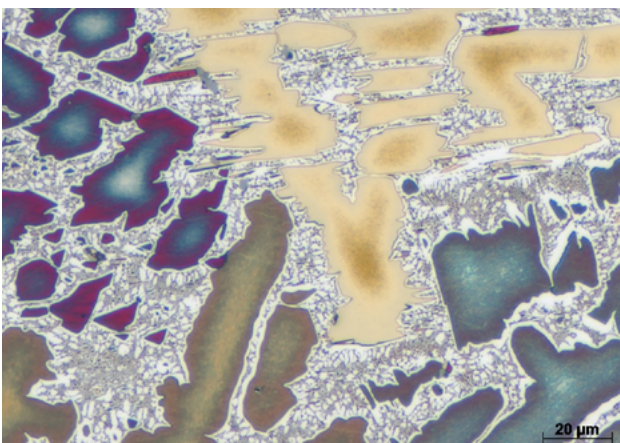


图 4 钟青铜；呈现不同晶体取向的枝蔓状  $\alpha$  混晶；  
在其余区域中的  $\alpha+\delta$  共析体。  
蚀刻：Klemm III。50x/200x/500x 放大倍率。  
(物镜：EC Epiplan-NEOFLUAR 5x/0.13 DIC, EC Epiplan-NEOFLUAR  
20x/0.50 HD DIC, EC Epiplan-NEOFLUAR 50x/0.80 HD DIC, 明场)

### 特种黄铜合金中结构开发的测试和定量分析

揭示特殊黄铜合金结构的分析方法主要用于质量控制。在加工阶段，采用硅化物沉淀的重叠纹理影响  $\alpha$  混合晶相的轧制结构至关重要。硅化物的析出大小、数量和分布主要影响材料的滑动摩擦系数和耐磨性。图 5 为这种多相结构。

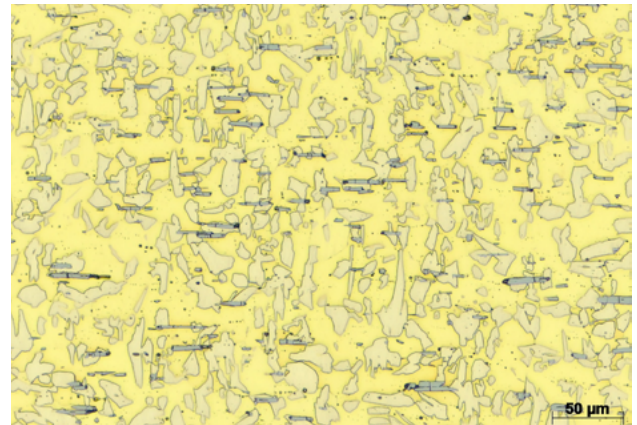
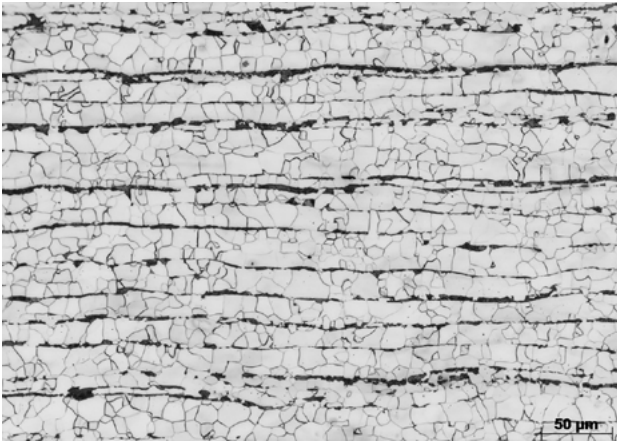


图 5 特种黄铜：包含具有一定取向的  $\alpha$  相，以及作为基体的  $\beta$  相。  
沿轧制方向可见硅化物的析出结构。  
用 10% 的硝酸铁进行腐蚀和抛光。200x 放大倍率。  
(物镜：EC Epiplan-NEOFLUAR 20x/0.50 HD DIC；明场)

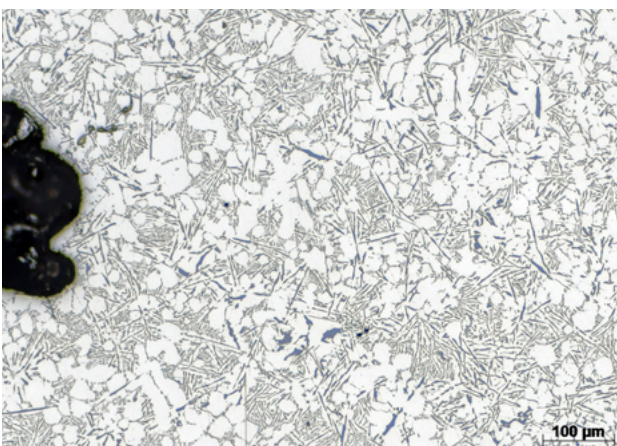
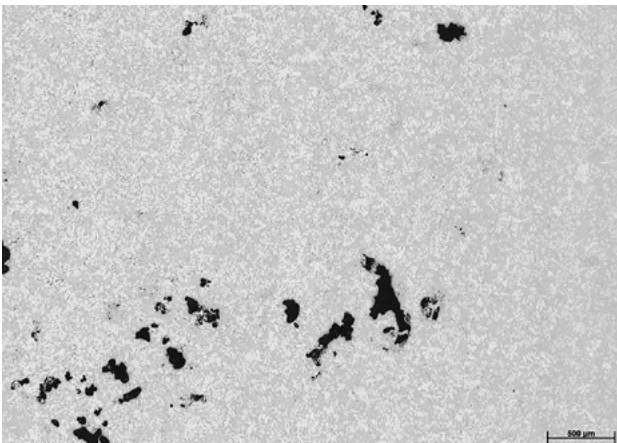
### 结构钢梁的质量保证

通过揭示标准结构和检查带状结构的形成过程，可以得出有关材料特性的结论。检查带状结构构造能够获得可加工性、可焊接性和层状断裂趋势以及其他特征。生产承重结构时，防止脆性断裂和避免出现裂纹在钢焊接工艺中极为必要。无需繁琐的金相制备流程，直接在组件上对数个点完成电解抛光和腐蚀。然后，使用蔡司 Axio Observer 对其进行分析。图 6 为此类钢梁的结构。



**图 6** 结构钢的纵切面。沿轧制方向形成由铁素体（亮）和珠光体（暗）组成的条带形结构。腐蚀：使用 A2 进行电解腐蚀。200× 放大倍率。（物镜：EC Epiplan-NEOFLUAR 20×/0.50 HD DIC；明场）

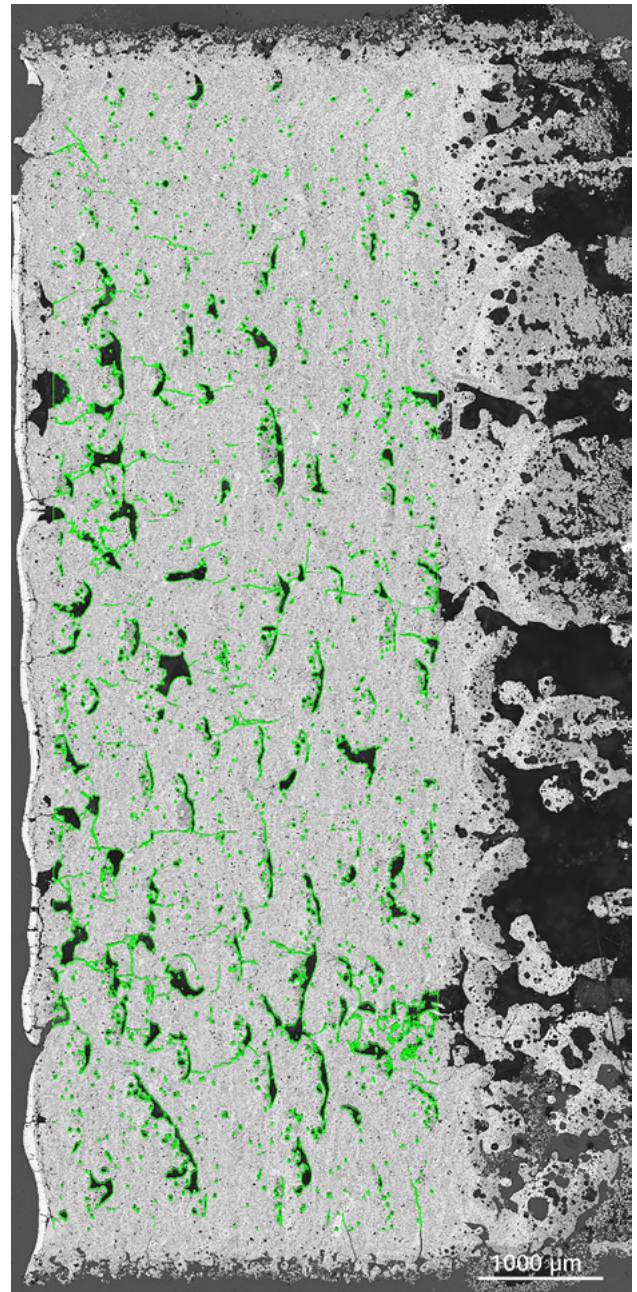
### 铸铝件的质量控制



**图 7** 铝硅铸造合金；具有枝晶间缩孔和微孔的亚共晶合金。共晶体形成过程中出现的不同尺寸的孔洞。未腐蚀。拼接图像。  
上：100× 放大倍率，采用 拼接图像拍摄；下：100× 放大倍率。  
（物镜：EC Epiplan-NEOFLUAR 20×/0.50 HD DIC；明场）

因铸铝中的孔隙清晰可辨，从而可测量其数量、大小和分布。对样品进行大面积高分辨扫描能够观察到组件不同区域内的冷却速度变化。

### 3D 打印材料的孔隙率测量



**图 8** 由金属制成的激光熔覆工件。孔隙率和工艺参数有密切关系，分析这一参数有助于了解以及优化工艺参数。未进行腐蚀。100× 放大倍率。拼接图像。（物镜：EC Epiplan-NEOFLUAR 20×/0.50 HD DIC；明场） 拼接图像（8×6）

3D 打印材料各组件的孔隙率取决于原料粉末的成分和激光设置。通过分析孔隙率（图 8：绿色标记部分）可得出和生产工艺参数相关的一些结论。

#### 使用机器学习测定双相不锈钢的相含量

奥氏体不锈钢硬度高、相对容易焊接但易受应力腐蚀而产生裂缝；而铁素体不锈钢耐应力腐蚀开裂，但比较脆难于焊接。双相不锈钢中的奥氏体相和铁素体相各约占一半，从而产生了协同增效作用和新特性。在要求可焊接性、耐腐蚀和高机械强度的应用中需要用到双相不锈钢。

奥氏体与铁素体相含量的比率不仅受成分的影响，而且还取决于受热历程，特别是在焊缝中或靠近焊缝的位置。测定该比率是验证性能和了解局部特性的关键。经过适当的腐蚀，奥氏体和铁素体会呈现出不同的外观。通过机器学习（使用蔡司 ZEN Intellesis）和多相分析的组合应用，可以自动区分出奥氏体相和铁素体相。如图 9 中所示，给出了相对体积分率的准确平均值。

#### 可审计性和可追溯性

金相学好比金相学家的眼睛。微观结构结合化学和机械试验，为金属产品的验收测试奠定基础。金属制造商通过一系列标准化测试方法对自身的产品进行评级和认证。晶粒度和非金属夹杂物是成品钢质量评估乃至定价的最关键参数。因此，客户和第三方独立审计旨在验证金属质量体系是否符合产品缺陷或工艺失效时对制造商造成的财务风险，特别是在监管要求高的行业，如航天航空或医疗器械制造。

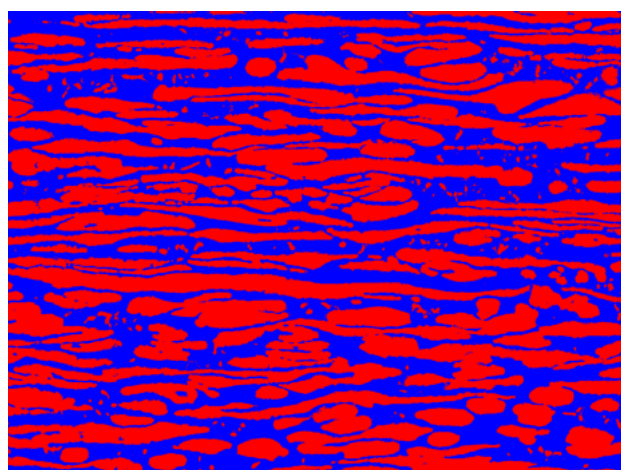
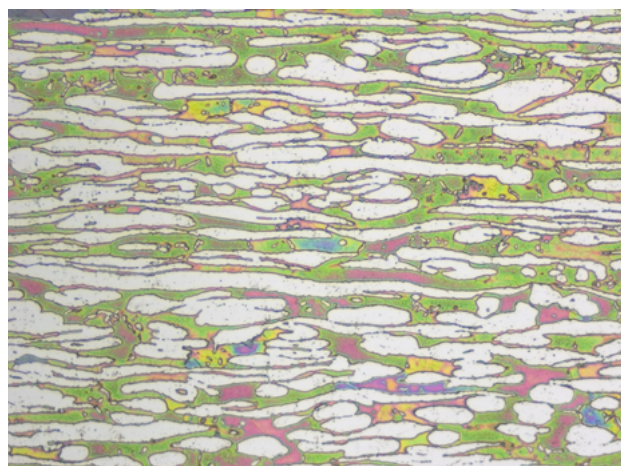


图 9 双相不锈钢。该图片中的铁素体和奥氏体占比分别为 47%（蓝色）和 53%（红色），使用机器学习结合蔡司 ZEN Intellesis 进行区分。样品由 TWI Ltd 提供

以晶粒度为例——使用蔡司 ZEN GxP 模块，用户可以将高水准的尽职调查融入日常显微镜应用中。依照相关标准定义个性化工作流程。然后，记录操作人员、显微镜和软件之间的所有关联互动过程，并提供审计跟踪日志。如图 10 所示，此模块为日常分析工作提供了全方位控制，可防止篡改结果并对收集结果时所执行的操作清晰地进行了可追溯性记录。

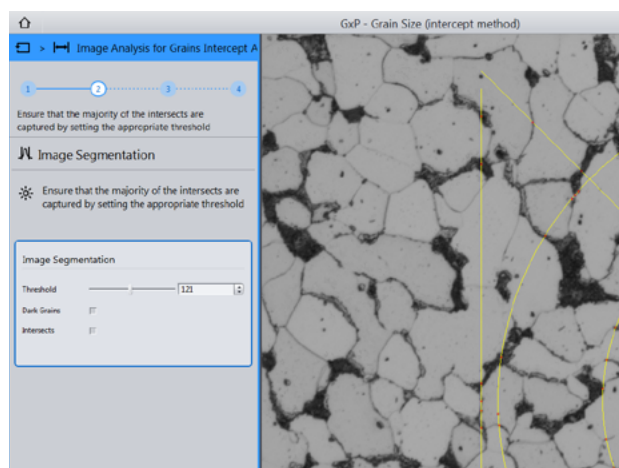
### 总结

为了能够清晰、可靠地分析材料组织，在最佳观察条件下执行显微分析尤为重要。除分析和描述材料结构外，对相关材料的检验还包括根据现有标准和规范进行层厚测量、相含量或孔隙率定量分析、晶粒度评级或钢中夹杂物测定等。

借助蔡司 Axio Observer 或蔡司 Axio Imager 显微镜，并结合蔡司 ZEN core 分析软件，可很好地完成所有这些要求。

蔡司 Axio Observer 突出的特点包括：

- 可以通过手动和软件控制快速移动样品台
- TFT 触摸屏方便操作；可直接控制所有功能
- 可以通过切换旋钮完全消除从目镜筒进入摄像头的杂散光
- 软件和显微镜之间的通信可靠
- 光路管理器能够为每种物镜预设适合的照明条件
- 使用调节螺丝方便地调节 LED 照明光源的科勒 (Koehler) 照明
- 也可选择偏光、DIC 或暗场观察方式



Time	User	Category	Description
15/03/2018 16:11:31	Operator	Execute	In task 1 'Image Processing' the following parameter has changed: 'Contrast' has changed from 1.05 to 1.11.
15/03/2018 16:11:31	Operator	SettingsChange	In task 1 'Image Segmentation' the following parameter has changed: 'Image Segmentation Intersect Segment ParameterThreshold Value' has changed from 125 to 120.
15/03/2018 16:11:47	Operator	Execute	In task 1 'Image Segmentation' the following parameter has changed: 'Intersect Segment ParameterThreshold Value' has changed from 125 to 120.
15/03/2018 16:12:04	Operator	SettingsChange	In tool 'AnalysisTaskGroupBase' the following parameter has changed: 'Intersect Segment ParameterThreshold Value' has changed from 125 to 120.
15/03/2018 16:12:19	Operator	Execute	Beginning loop iteration 3.
15/03/2018 16:12:38	Operator	Execute	In task 1 'Load Image' the following parameter has changed: 'File Name' has changed from 'C:\Fentic\data\Fentic-Fearlite-02.tif' to 'C:\Fentic\data\Fentic-Fearlite-09.tif'.
15/03/2018 16:12:57	Operator	Execute	In task 1 'Image Processing' the following parameter has changed: 'Contrast' has changed from 1.11 to 1.1.
15/03/2018 16:12:57	Operator	SettingsChange	
15/03/2018 16:13:09	Operator	SettingsChange	
15/03/2018 16:13:21	Operator	Execute	Beginning loop iteration 4.
15/03/2018 16:13:28	Operator	Execute	In task 1 'Load Image' the following parameter has changed: 'File Name' has changed from 'C:\Fentic\data\Fentic-Fearlite-09.tif' to 'C:\Fentic\data\Fentic-Fearlite-01.tif'.
15/03/2018 16:13:33	Operator	SettingsChange	In task 1 'Image Segmentation' the following parameter has changed: 'Image Segmentation Intersect Segment ParameterThreshold Value' has changed from 125 to 120.
15/03/2018 16:13:50	Operator	Execute	In task 1 'Image Segmentation' the following parameter has changed: 'Image Segmentation Intersect Segment ParameterThreshold Value' has changed from 125 to 120.
15/03/2018 16:14:01	Operator	SettingsChange	In tool 'AnalysisTaskGroupBase' the following parameter has changed: 'Intersect Segment ParameterThreshold Value' has changed from 125 to 120.
15/03/2018 16:14:22	Operator	Execute	4 loop iterations were executed. The job result 'C:\Users\jrbame\AppData\Local\Carl Zeiss\ZEN\Results\20180315_160259_8259-GraInIntercept_3.rpt.rpt' was saved and due to GxP also signed using certificate 'Ls', 'Cn', 'CNo-Operator' (310468280051F483778A2803818E6F6).
15/03/2018 16:16:54	Operator	SetStatus	

图 10 使用 ASTM E112 标准进行晶粒度评级 (截点法)。同时结合 GxP 模块，限定普通操作员只能修改指定参数，并对修改过程以及整个操作流程进行记录、加密。保证了检测过程的可靠性、可追溯性。



**Carl Zeiss Microscopy GmbH**  
07745 Jena, Germany  
microscopy@zeiss.com  
www.zeiss.com/microscopy



不得用于医学疗法、医药治疗或作为医疗诊断的证据。并非所有产品在每个国家均有出售。欲了解更多信息请联系本地蔡司代表处。  
CH\_42\_013\_203 | CZ 07-2019 | 设计、供货范围及技术更新如有变动，恕不另行通知。 | © Carl Zeiss Microscopy GmbH