

# Tech-Notes

*Using Microstructural Analysis to Solve Practical Problem*

## 铸造Al-Si合金的金相样品制备

Written by:

George Vander Voort (Buehler Ltd)



**摘要：**Al及其合金具有重量轻、强度/重量比高、耐腐蚀性好、加工性能优良和成本合理等特点。通过合金化、冷作硬化和时效沉淀强化可以提高其强度。铸造铝合金和变形铝合金在生产中已经被广泛应用。本篇TECH-NOTES介绍铸造Al-Si合金的样品制备方法。

Al及其合金具有重量轻、强度/重量比高、耐腐蚀性好、加工性能优良和成本合理等特点。通过合金化、冷作硬化和时效沉淀强化可以提高其强度。铸造铝合金和变形铝合金在生产中已经被广泛应用。本篇TECH-NOTES介绍铸造Al-Si合金的样品制备方法。

这里我们选择了三种成分的Al-Si合金进行研究，它们的含Si量分别为 7.15, 11.82 和 19.85% ，其中加入了少量的Cu, Fe, Mg, Ti 和 Zn ( Al-7.15% Si 合金含有 0.32% Mg, 其余为杂质元素)。样品都取自薄壁的铸件，其厚度均不超过12mm (0.5inch)。我们对三种成分的Al-Si合金分别是：亚共晶的 (7.15% Si)，共晶的(11.82% Si)和过共晶的(19.85% Si)合金样品进行研究。Al-7.15%Si合金铸件中有一定数量很明显的缩孔，其他两种合金样品只是包含很少的可以忽略不计的缩孔。在过共晶合金样品中可以见到由于切割和磨削造成的较大的块状初晶硅破碎用于研究如何控制浮凸问题。

### 传统的方法：

三十年前，当我刚参加工作时，当时制备Al合金样品的方法如表1所示，通常使用不同粗细的SiC砂纸进行磨削，然后用一步或两步的金刚石抛光剂进行抛光，最后一步用MgO抛光膏进行最终抛光。这些步骤都是由手工完成的。

将样品（六个直径30mm）放在样品卡持器上，从120到600 grit (ANSI/CAMI)用五步SiC砂纸进行磨削，使用水作为润滑剂。然后是两步的金刚石抛光膏，最后将非常粘稠的1um的MgO抛光膏涂抹在RAYVEL® 抛光布上进行最终抛光。“Kitten Ear” 抛光布现在已经不再使用，但是三十年前在Al合金样品制备中应用却十分普遍。

由于潮湿的MgO容易形成碳酸镁导致样品上划痕产生，所以在使用后一定要彻底清洗抛光布，使用 (1: 1) 稀释后的HCL水溶液清洗抛光布，残留在抛光布上的这种溶液可以防止碳酸镁形成。一旦抛光布上形成碳酸镁，将导致样品上产生划痕。对于大多数金属，使用0.3um的  $\alpha$  氧化铝和0.05um的  $\gamma$  氧化铝用于最终抛光是完全可以的，但是这样的方法却不适合于Al合金，振动抛光常常用于Al合金的最终抛光。Samuels建议当使用振动抛光机时，在MgO抛光剂中加入一些磷酸氢二钠-柠檬酸缓释剂溶液或者丙二醇 (2份) + 水 (1份) 防止碳酸镁形成。事实证明这些添加剂对于防止碳酸盐形成具有很好的功效。Cu和Cu合金，如青铜，不适用于用作抛光机的抛光盘，因为令人讨厌的电镀反应将导致样品表面被镀铜，因此通常使用Al合金或不锈钢作为抛光机的抛光盘。

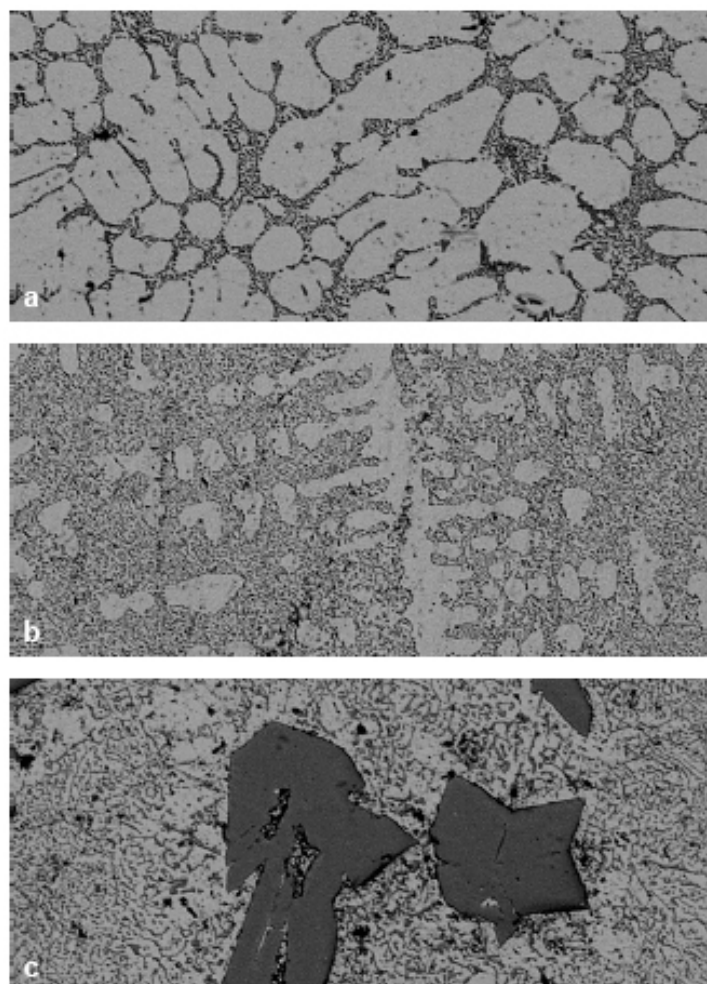


图1. 所示，使用传统的抛光方法样品制备的效果 (a) Al-7.15% Si, (b) Al-11.82% Si和(c) Al-19.85% Si (200x 0.5% HF 侵蚀)。

图 1 a, b 和 c 显示使用传统制备方法 (表 1)，三种Al合金的显微组织，侵蚀剂为0.5% HF. 水溶液，显微组织清晰可辨，完全可以满足对生产质量评价的要求，但是还有美中不足之处。首先，可以看到Si的颗粒嵌入到基体中，尤其是Al-19.85% Si那个样品。图 1c. 中明显可见样品制备过程中产生的损伤仍旧存在。初晶Si周围存在浮凸，虽然不太严重。事实表明，在Al合金试样中Si颗粒容易出现浮凸。通常这种浮凸现象随着合金成分的变化而改变，同时也与使用细颗粒砂纸有关。



Table 1. Traditional Preparation Procedures					
Step	Surface/ Abrasive	RPM	Direction	Load (lbs.)	Time (min)
1	120-grit SiC*	300	Comp.	5 (22N)	U.P.
2	240-grit SiC*	300	Comp.	5	1
3	320-grit SiC*	300	Comp.	5	1
4	400-grit SiC*	300	Comp.	5	1
5	600-grit SiC*	300	Comp.	5	1
6	6µm METADI Diamond Paste on Billiard**	150	Comp.	5	2
7	1µm METADI Diamond Paste on MICROCLOTH**	150	Comp.	5	2
8	MgO on a RAYVEL Cloth	150	Comp.	5	2

Notes: Load – per specimen  
Comp. – Specimen holder and platen rotate in same direction  
U.P. – until plane  
\* Water used as coolant  
\*\* METADI Fluid used as coolant/lubricant

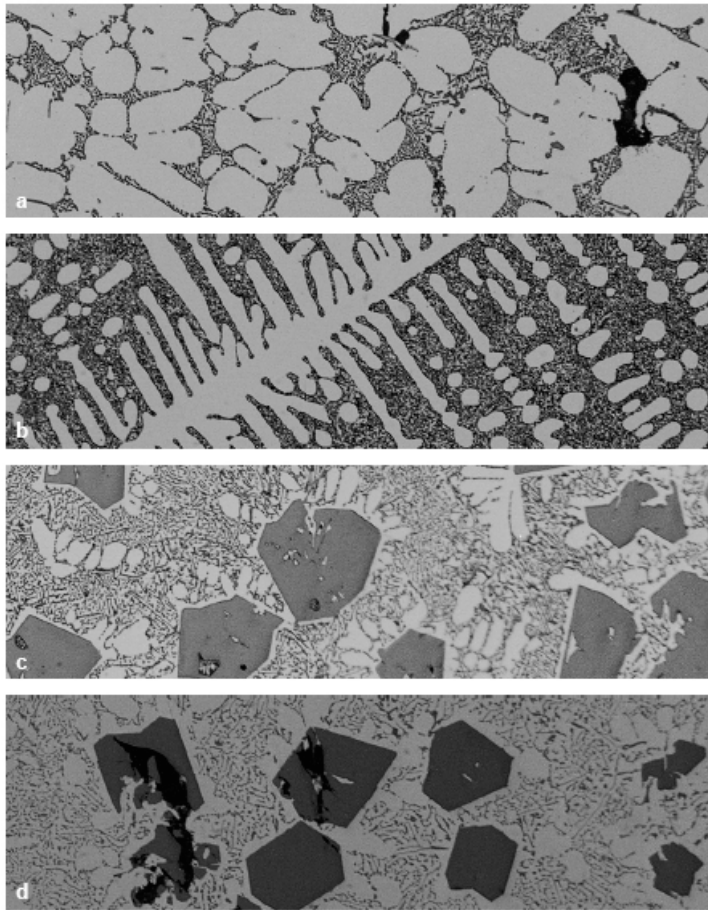


图 2. 五步制备方法 (表 2) 其中第 2-5步采用反向, (a) Al - 7.15% Si 合金和 (b) Al - 11.82% Si 抛光效果良好, (c 和 d) Al - 19.85% Si 样品, 其效果不佳 (200x, 0.5% HF 侵蚀, 抛光态)。

现代的方法

幸运的是现在有许多可供选择的方法和材料能够用于Al合金样品制备, 而且制备步骤更少。 第一个实例展示的是用五步制备方法得到质量非常好 (印刷质量) 的一个样品。 后面还有四步和三步制备样品插图, 由于制备步骤减少, 样品制备质量也有所降低。

Table 2. Five-Step Contemporary Procedure					
Step	Surface/ Abrasive	RPM	Direction	Load (lbs.)	Time (min)
1	30µm Resin-bonded ULTRA-PREP Diamond Disc*	300	Comp.	5 (22N)	U.P.
2	9µm METADI Paste on ULTRA-PAD Cloth**	150	Comp.	5	5
3	3µm METADI Paste on TRIDENT Cloth**	150	Comp.	5	3
4	1µm METADI Paste on TRIDENT Cloth**	150	Comp.	5	2
5	MASTERMET on CHEMOMET I Cloth	150	Contra	5	1.5

Notes:  
Load – per specimen  
Comp. – Specimen holder and platen rotate in same direction  
Contra – Specimen holder and platen rotate in opposite direction  
U.P. – until plane  
\* Water used as coolant  
\*\* METADI Fluid used as coolant/lubricant

五步样品制备方法:

第一步样品磨平 (磨平使用自动抛光机), 这里有几种选择: 使用 30 µm 树脂粘结的ULTRA-PREP金刚石磨盘, 其图示参见以前的TECH-NOTES。 对于合金, 首选ULTRA-PREP 金刚石磨盘, 如表2所示。第二步至第五步磨盘选择“反向”, 也就是抛光机的磨盘与动力头反向旋转, 这样比“同向”, 抛光机的磨盘与动力头同向旋转, 材料去除率更高。(图2a-c) 所示 采用此方法对于7.15 和11.82% Si样品效果很好。但是对于Al-19.85% Si合金却不尽然, 在该样品上的初晶Si的边缘有轻微的浮凸, 在某些初晶Si上甚至偶尔有裂纹产生, 参见(图 2d), 这是由于在第二步使用了反向。如果对于Al-19.85% Si合金在第二步使用同向, 其效果就要好的多。图3. 第三步也选择同向, 同时, 增加每个样品上的压力到9 lb. (40N), 这样在第四步和第五步控制浮凸的产生。在这些样品的α相上没有任何划痕和颗粒的嵌入。

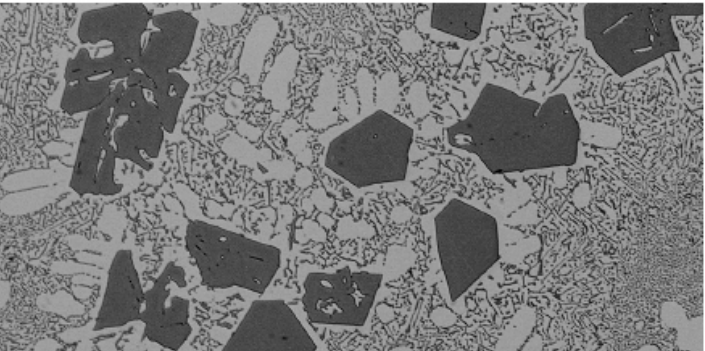


图 3. 第二步采用同向抛光时, 在初晶SI的颗粒上没有任何划痕和浮凸 (Al-19.85% Si) (200x, 0.5% HF 侵蚀)。

也可以用其他制备表面替代第一步的磨平, 例如第一步使用PLANARMET™AL120-grit Al2O3 水砂纸, 其效果也不错。同样, 也可以在第一步使用 SiC 砂纸。第五步用MASTERTEX® 或者 MICROCLOTH® 抛光布取代 CHEMOMET® 抛光布, 抛光效果相当不错。



**Table 3. Four-Step Contemporary Procedure**

Step	Surface/ Abrasive	RPM	Direction	Load (lbs.)	Time (min)
1	240-grit CARBIMET SiC paper*	300	Comp.	5 (22N)	U.P.
2	9 $\mu$ m METADI Paste on ULTRA-POL cloth**	150	Comp.	9 (40N)	5
3	3 $\mu$ m METADI Diamond Paste on TRIDENT cloth**	150	Comp.	8 (36N)	3
4	MASTERMET on CHEMOMET I Cloth	150	Contra	7 (31N)	2

**Notes:**

Load – per specimen

Comp. – Specimen holder and platen rotate in same direction

Contra – Specimen holder and platen rotate in opposite direction

U.P. – until plane

\* Water used as coolant

\*\* METADI Fluid used as coolant/lubricant

**四步制备方法:**

如果采用四步制备方法要得到完美的样品是非常困难的，但是对于Al合金还是可行的。若是想要在切割和磨平阶段残余损伤层最小，最简单的方法是第一步磨平步骤使用240-grit SiC 砂纸，大多数情况第一步使用320-grit SiC 砂纸。如果切割造成的损伤层很小的话，像使用砂轮片切割，然后使用 240 或 320 grit 砂纸。砂纸的粒度要足够粗，以便在合理的时间内去除损伤层。但是第一步如果采用粗颗粒的砂纸，其本身也会产生很大的损伤。这些损伤必须在下一步予以去除。因此，是否采用三步或四步制备方法取决与切割产生的损伤层是否最小，如果使用带锯切割样品的话，或者类似的切割方式的话，如果还是采用三步或四步制备方法，那就很不明智了。

表3 显示是四步制备方法，ULTRA-POL™（丝质）抛光布被认为是第二步首选的制备表面，使用 ULTRA-PAD™ 或者 Nylon 抛光布也不错。在四步制备方法中，更需要注意的是在第二步选择同向。否则对于过共晶的Al-19.85%Si合金，在初晶Si 颗粒的周围将产生严重的浮凸。如图4所示，对于含Si量较低的另外两种合金和大多数Al合金都不会有问题。在这个实例中，第二步采用同向抛光，制备表面使用ULTRA-POL 抛光布，其抛光效果非常出色，如图 5a-c 所示。使用ULTRA-PAD 抛光布其效果也不错。使用Nylon 抛光布在第二步和第三步效果也很好。第四步使用 MASTERTEX 或者MICROCLOTH 抛光布完全可以实现类似的抛光效果的。

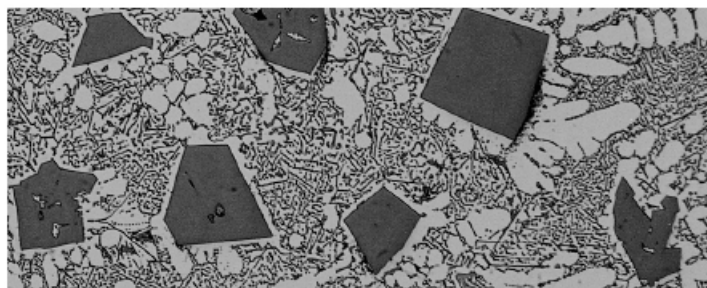


图 4. 四步制备方法：第二步采用反向抛光，在初晶Si颗粒的边缘处产生的损伤，制备表面是ULTRA-POL抛光布 (Al-19.85% Si, 200x, 0.5% HF侵蚀)。

**三步制备方法:**

三步制备方法中的第一步和第二步基本与四步制备方法相同。切割过程所产生的损伤层要绝对最小，这是减少制备过程的关键所在。切割：载精密切割机使用超薄的砂轮片，如：ACU-THIN™ 切割片或金刚石切割片这是保证损伤层最小

的最佳选择。尽可能在第一步使用 320-grit SiC 砂纸。如前所示，对于过共晶的Al合金，第二步抛光采用同向。对于其他种类的Al合金，采用同向或反向均可，这种改变由用户根据合金成分来决定。

在三步制备方法中，第三步最困难。合理的选择是使用 1  $\mu$ m 金刚石，使用二氧化硅可能抛光步骤跨度太大（材料去除率太低）。与 1  $\mu$ m 金刚石抛光剂其所配合的制备表面的选择更关键。选用无毛的抛光布可以获得光亮平整的样品表面和高的材料去除速率。但是样品表面会出现划痕和脱落现象。使用中等长度的有毛抛光布可以减少划痕，最大程度减少脱落和其他损伤，同时不会产生严重的浮凸。

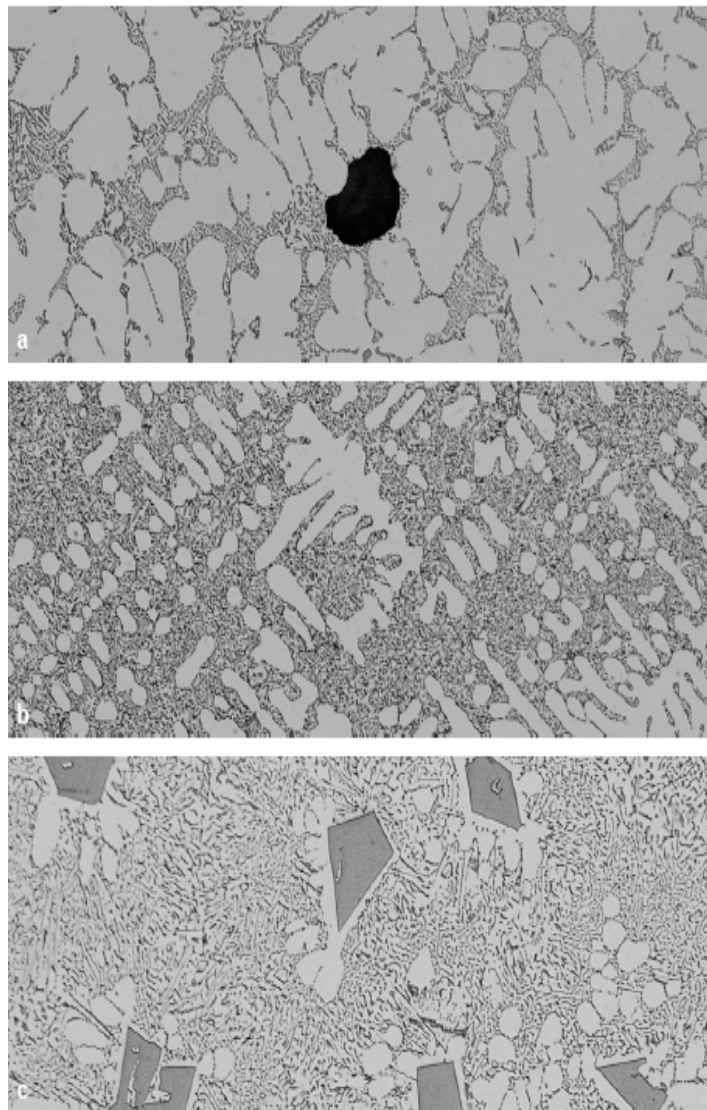


图5. 四步制备方法：第二步采用同向抛光，制备表面为ULTRA-POL 抛光布，a) Al-7.15% Si； b) Al-11.82% Si； 和 c) Al-19.85% Si (200x, 0.5% HF 侵蚀)。

Al-Si合金的三步制备方法中使用金刚石抛光液，但是从我们以前的经验而知：金刚石抛光剂颗粒会嵌入到Al合金样品上，对于纯度相对较高的纯铝尤其如此。所以要选用金刚石抛光膏，如果样品制备步骤如下：第一步 240-grit SiC 砂纸，第二步和第三步分别为 9- 和 1- $\mu$ m 金刚石抛光液，此时样品的抛光质量还是可以接受的，样品上金刚石颗粒的嵌入非常严重。参见图 6a-c。在抛光态下，金刚石颗粒很容易被找到，即便侵蚀后通常在初生  $\alpha$  相上金刚石颗粒也清晰可见。这些嵌入的颗粒在  $\alpha$  共晶Si上也可以看见，但是侵蚀后就不容易找到了。这个实验使用类似的抛光剂并重复使用抛光布，就会得到差不多相同的结果。可是如果在第二步使



用 9 μm多晶金刚石抛光液METADI® SUPREME，其步骤如表4所示。第三步使用1 μm METADI多晶金刚石抛光膏，嵌入现象不再发生。嵌入问题主要是颗粒细小的金刚石造成，因此推荐使用抛光膏而不是抛光液，对于纯Al和合金含量较少的Al合金，尤其是在1 μm 金刚石抛光步骤更应如此。

表 4 所示，是我们开发的用于Al合金的三步制备方法。如果仅在第三步上使用金刚石抛光膏其表面质量要比第四步和五步制备方法要差。

在Al-7.15% Si 合金中的缩孔不再像四步或五步制备方法那样清晰可见了，而且可以看到一些划痕虽然不是很多。α 枝晶上也出现了塑性流变现象，并且在共晶Si上可见到条状的彗星拖尾的现象，参见图7，但是对于一般的日常生产检测，这样的效果也还算令人满意。因此，我们决定在抛光布上涂抹1 μm 金刚石抛光膏，使用 METADI Fluid抛光润滑剂湿润抛光布，抛光时，在抛光布上加入MASTERMET® 二氧化硅抛光液。这样具有双重磨抛的效果。过去，这种方法在某些材料上得到成功的应用，效果相当不错。抛光效果图参见图8a-c。

Table 4. Three-Step Contemporary Procedure					
Step	Surface/ Abrasive	RPM	Direction	Load (lbs.)	Time (min)
1	240 grit CARBIMET SiC paper*	300	Comp.	5 (22N)	U.P.
2	9μm METADI Diamond Paste on ULTRA-POL cloth**	150	Comp.	9 (40N)	5
3	1μm METADI Diamond Paste and MASTERMET 2 on MICROCLOTH** Pad	150	Comp. or Contra	7 (31N)	3

Notes:  
Load – per specimen  
Comp. – Specimen holder and platen rotate in same direction  
Contra – Specimen holder and platen rotate in opposite direction  
U.P. – until plane  
\* Water used as coolant  
\*\* METADI Fluid used as coolant/lubricant

其他的种类的制备表面如： Nylon、ULTRA-PAD 和 TRIDENT™ 抛光布用于第二步和第三步上是可以的。但是，在过共晶合金中的初晶Si颗粒的周围会产生浮凸，对于日常生产检测这也许不是问题，对于Si含量低的合金这种制备方法是可以接受的。 TEXMET® 1000 也可以用于第二步，初晶Si周围的表面非常平。但是，样品上有划痕存在。划痕不是很严重。 第二步也可以使用 6 和 3 μm金刚石抛光剂，但是二者的抛光效果都不如使用9 μm 效果好。使用MASTERTEX 和 CHEMOMET® 抛光布抛光结果还不错，其效果参见(图 9所示第三步使用MASTERTEX 抛光布)。

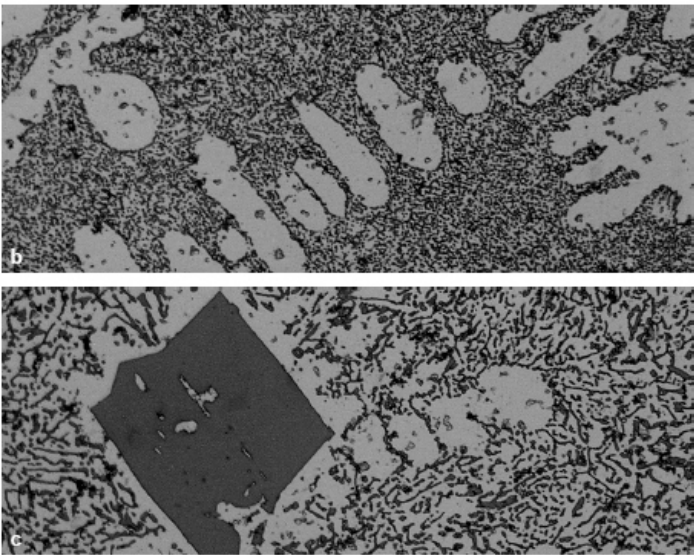
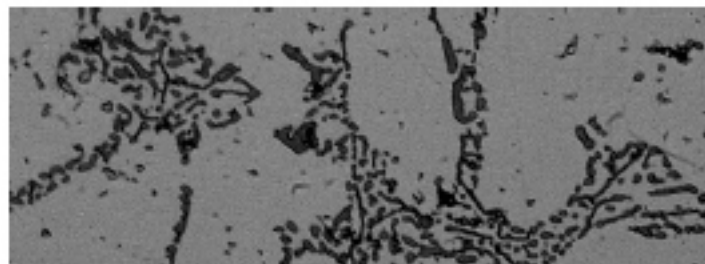


图 6. 三步制备方法：使用9-和 1-μm d多晶金刚石抛光液： a) Al-7.15% Si； b)Al-11.82% Si； 和c) Al-19.85% Si (500x, 0.5% HF 侵蚀)。

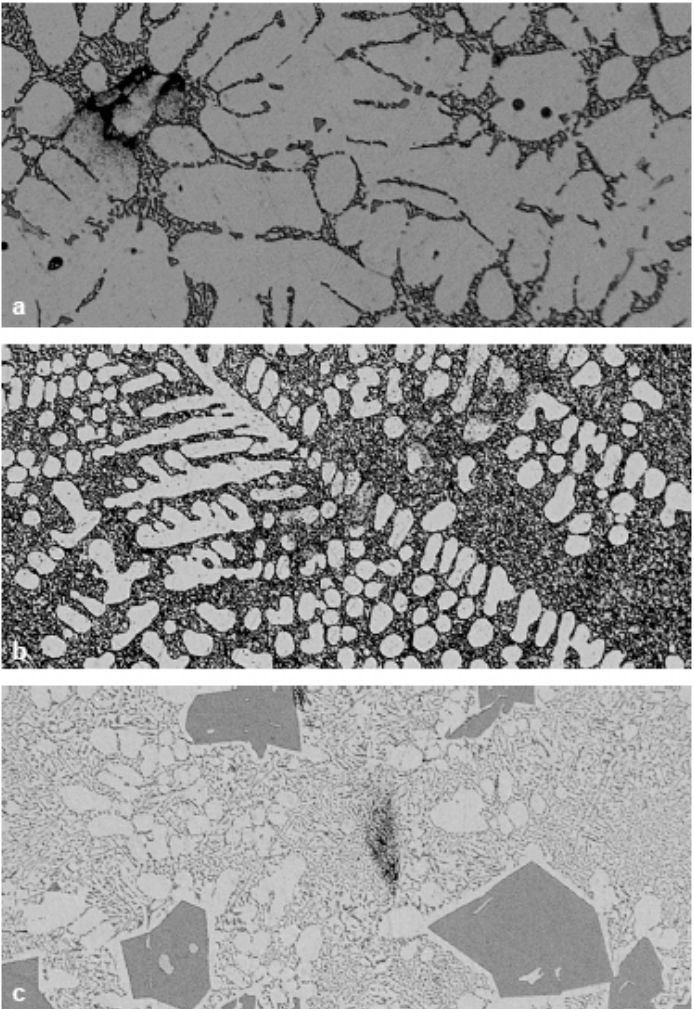


图 7. 三步制备方法：240-grit SiC 砂纸，9 和1-μm 金刚石抛光膏 (a) 在Al - 7.15% Si 合金中，缩孔周围的划痕和塑性流变， (b) Al - 11.82% Si合金中，在α 枝晶上的塑性流变和(c) Al -19.85% Si 合金中，彗星拖尾损伤 (200x, 0.5% HF)



## 结论:

铸造 Al-Si 合金的样品制备是对金相工作者的挑战, 保证切割阶段产生的损伤层最小非常必要, 对于三步和四步制备方法尤其重要。为了避免嵌入问题, 要尽量不要使用颗粒细小的SiC砂纸, 使用粗颗粒的SiC砂纸是可以的, 在磨平阶段可以使用不同的制备表面, 使用240-grit SiC 砂纸, PLANARMET AL 120-grit 氧化铝砂纸和  $30\mu\text{m}$  树脂粘结的金刚石磨盘效果都不错, 240-gritSiC 砂纸使用寿命最短, 树脂粘结的金刚石磨盘寿命最长。五步, 四步和三步制备方法都可以使用各种制备表面。采用现代制备方法可以与传统的八步制备方法的效果相媲美。细小的金刚石抛光液使样品容易产生嵌入。最终抛光使用二氧化硅比氧化镁效果更好。三步制备方法中的第三步采用双重抛光步骤, 效果非常不错。

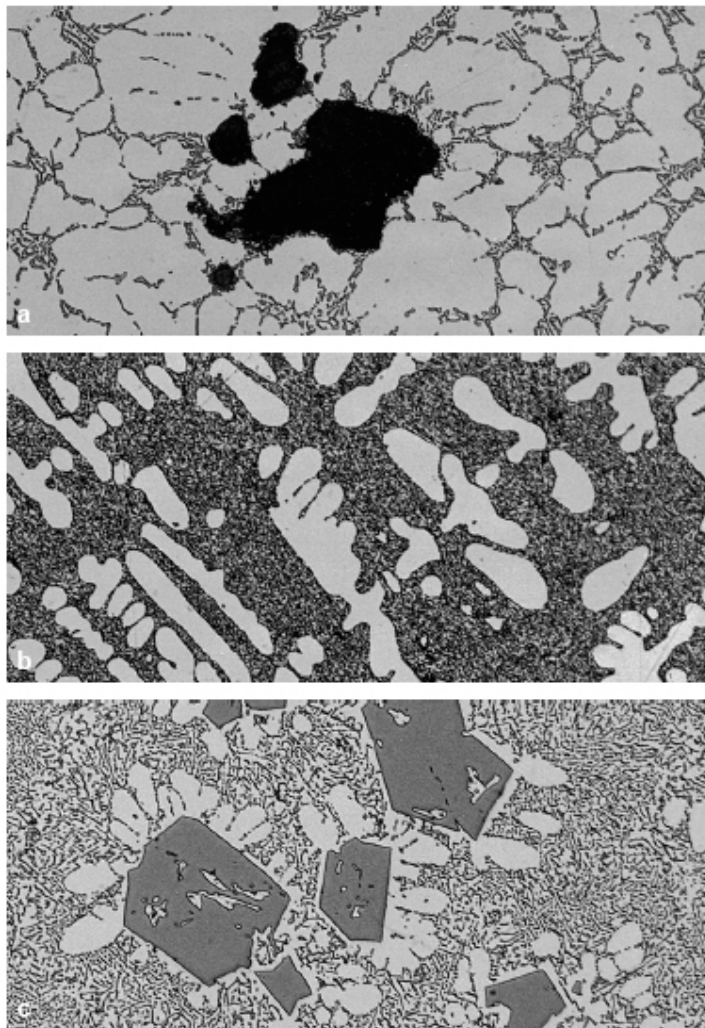


图 8. 三步制备方法: 第三步采用MICROCLOTH 抛光布, 使用 $1\mu\text{m}$ 金刚石抛光膏+ MASTERMET 2 二氧化硅抛光液a) Al-7.15% Si; b) Al-11.82% Si; 和 c) Al-19.85% Si (200x, 0.5% HF侵蚀)。

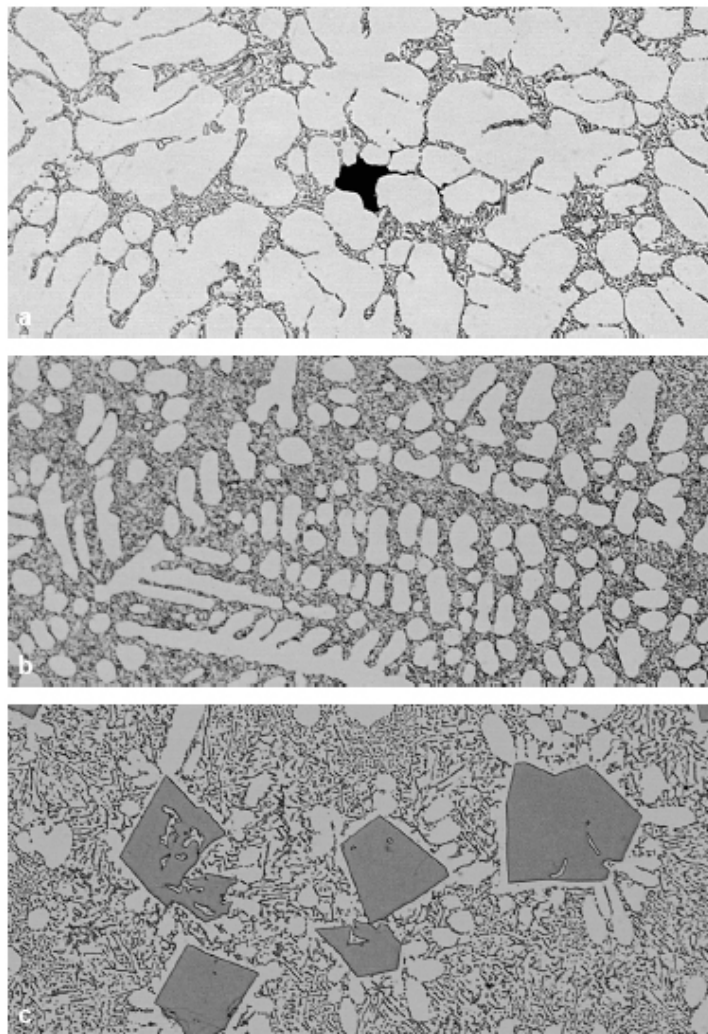


图 9. 三步制备方法: 第三步采用MASTERTEX 抛光布, 使用 $1\mu\text{m}$ 金刚石抛光膏+ MASTERMET 2 二氧化硅抛光液a) Al-7.15% Si; b) Al-11.82% Si; 和 c) Al-19.85% Si (200x, 0.5% HF侵蚀)。

## 参考文献:

1. L. E. Samuels, Metallographic Polishing by Mechanical Methods, 3rd ed., ASM, Metals Park, OH, 1982

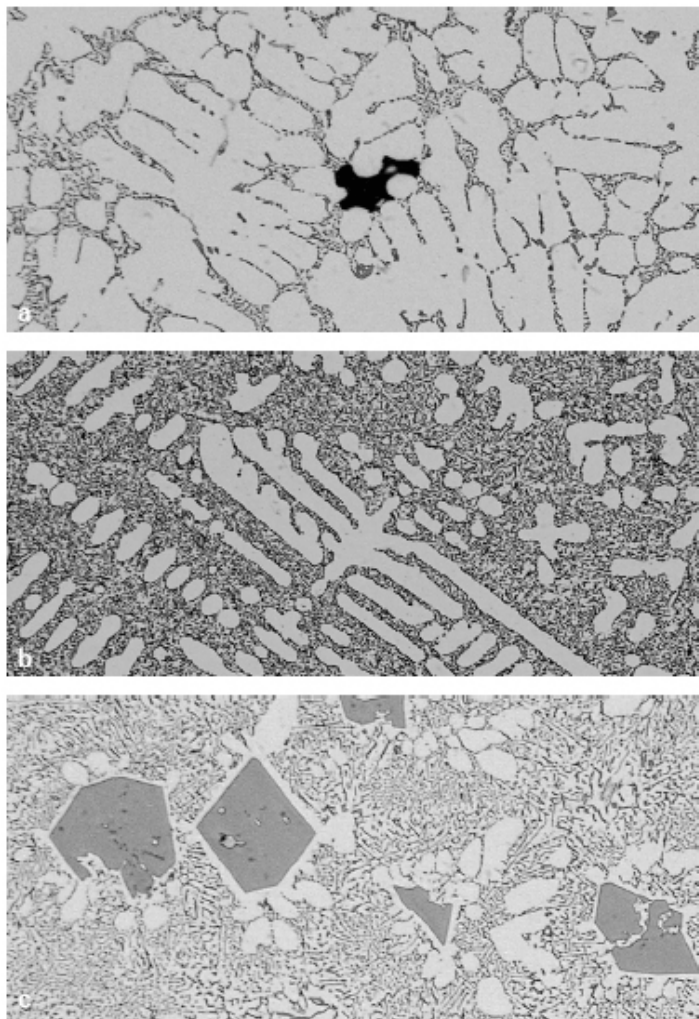
**问题1:** 抛光时我使用二氧化硅抛光液, 其效果很好。但是彻底清洁样品却很困难。您有什么建议?

回答: 为了解决样品清洁问题, 通常我在抛光结束前20秒停止添加二氧化硅抛光液, 还剩10秒钟时我打开水开关直接冲洗抛光布。然后使用流水和棉花清洗, 这样你就可以得到清洁样品表面了。

**问题2:** 细小的氧化铝抛光液通常用于许多金属和合金的最终抛光步骤, 对于Al及其合金是否也可以使用氧化铝抛光液?

回答: 在五步制备方法中, 对于普通的日常金相检验, 使用 $0.05\mu\text{m}$  MASTERPREP  $\gamma$  氧化铝抛光液替代二氧化硅抛光液完全可以的, 但是在高放大倍数下会观察到细的抛光划痕 (见下图)。对于Al及其合金使用二氧化硅抛光液抛光效果明显好于氧化铝。

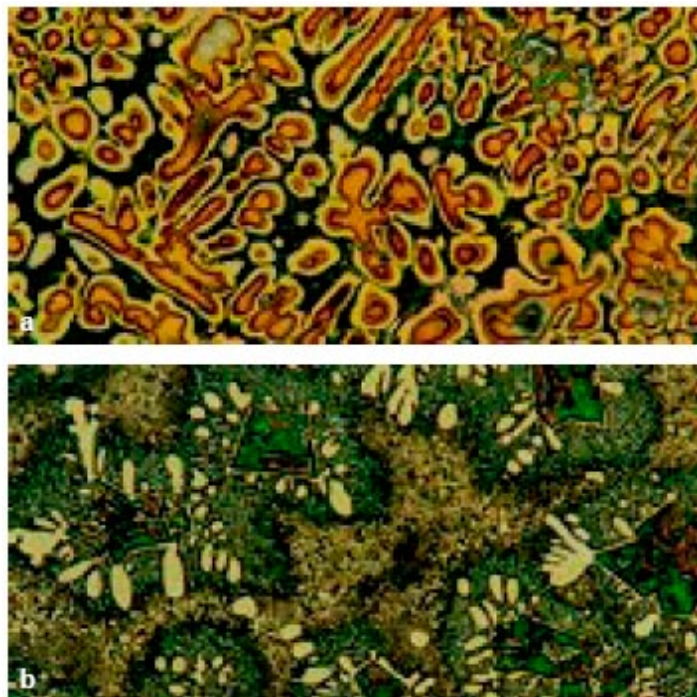




五步制备方法：第五步在CHEMOMET抛光布上使用MASTERPREP™氧化铝抛光液，其效果相当不错：(a) Al-7.15% Si；(b) Al-11.82% Si；和 (c) Al-19.85% Si (200x, 0.5% HF 侵蚀)。

**问题3：**对于的显微组织研究是否可以使用彩色侵蚀法？

回答：Al-Si合金相对简单，不需要使用彩色侵蚀法就可以很容易辨别Si的颗粒。使用彩色侵蚀法可以清晰显示基体组织偏析，但是对于共晶成分合金其效果不是很明显。下图是亚共晶 Al-7.15% Si 过共晶 Al-19.85% Si 样品，侵蚀剂为：Weck's侵蚀剂(100mL水+4g KMnO<sub>4</sub>+1gNaOH)。对于近共晶的Al-11.82% Si 合金彩色侵蚀没有什么特别的效果。



A). Al-7.15% Si枝晶偏析 B) Al-19.85% Si，注意在初晶Si周围和基体组织上的偏析(200x, Weck's 彩色侵蚀剂)

如果你有问题希望得到解决，或者你有解决某一问题的办法并认为对我们的读者有帮助，请写信、打电话、或发传真到：

BUEHLER Ltd.

41 Waukegan Road, Lake Bluff, Illinois 60044  
Web Site: <http://www.buehler.com>

BUEHLER ASIA

Benny Leung  
[benny.leung@buehler.com.hk](mailto:benny.leung@buehler.com.hk)  
Room 3, 5/F Vogue Centre, 696 Castle Peak Road, Lai Chi Kok, Kowloon, HK  
Web Site: <http://www.buehler-asia.com>

Thomas Li  
[Thomas.li@buehler.com](mailto:Thomas.li@buehler.com)  
Room C0205, Building C, College of materials science and engineering, Tianjing University, China  
Web Site: <http://www.buehler-asia.com>



The Science Behind Materials  
Preparation & Analysis