

## 技术评论——运用显微组织分析解决实际问题

# 我应当使用哪一种镶嵌材料？

作者：George Vander Voort

### 热镶嵌的发展过程

在过去的 30 年间，我使用过多种不同的聚合物材料制备了许多经过镶嵌的试样。开始时我使用的是 Adolf I. Buehler 在 1936 年首次生产的简单压力镶嵌机，这个产品直到现今还在生产！在这些年中，我的技术人员和我考虑过对各种尺寸、形状、和成分的试样进行镶嵌的许多想法。这一经历使我们对镶嵌材料产生了一些正面和反面的强烈偏见。但是过去我一直没有时间去系统地探索这些镶嵌材料。最近我们在热镶嵌材料方面完成了一些试验工作。由于所有的金相技术人员都会对这些实验结果感兴趣，我们愿意和你们分享这些信息。

在我早期工作期间使用热固性镶嵌材料（例如酚醛树脂，通常称为“Bakelite”，以纪念它的发明人 Leo Baekeland，这是他在 1907 年提出的）时，总是在成型温度保持约 5 分钟、使聚合物固化后，然后将镶嵌试样从压力机的模具中顶出。如果你急于取出试样（这种情况经常发生），你就会戴上手套或者用夹子将趁热顶出的镶嵌试样取出并把它放在水池子中用水冷却。如果你是在镶嵌许多试样而且有充裕的时间，这些试样就可以在空气中冷却到室温。如果你使用的是 TRANSOPTIC™（商业名称，一种热塑性树脂，学名为异丁烯酸甲酯），你就必须将镶嵌的试样在压力下至少冷却到 75°C - 80°C。如果你想在更高温度时取出试样，你就会得到一团粘糊糊无用的东西。在那些日子里，我们将加热器取走，并用铜激冷块包围住模具。从模具上方插入一只玻璃温度计，以监控上压块的温度。

然后，到了 1978 年左右，METASERV 公司（后来被标乐公司收购）推出了自动镶嵌压力机，这是第一台能够在加压条件下自动将试样冷却到室温的镶嵌压力机。与老式镶嵌压力机相比，这种镶嵌压力机是一个很大的进步。然而，自动镶嵌压力机的主要优点之一当时还没有被人们认识到。当热的镶嵌试样从压力机顶出并放入水中冷却时，聚合物的收

缩速率与镶在其中的钢试样的收缩速率不同，结果导致试样与树脂之间产生收缩缝隙。正是这一缝隙令金相技术人员深感不安！首先，一个明显的问题就是液体会从缝隙渗出到试样表面而使显微组织变得模糊不清。如果使用倒置式显微镜则会使这个问题更加严重，因为由于重力的原因，会更加促使液体从缝隙流出到试样表面。其次，缝隙的存在还是随后制备过程中使缝隙边缘产生圆角的主要原因，这个问题并没有立刻被人们所认识。当新型自动压力镶嵌机比较普及时，我们认识到收缩缝隙的问题可以基本消除了。



照片：

试样镶嵌压力机——这是公司在 1936 年生产的第一种产品，直到现在仍在生产。

30年前，酚醛树脂由于其价格低廉而成为最常用的热镶嵌材料。其它镶嵌材料还有20世纪60年代末引入的邻苯二甲酸二丙烯和从20世纪30年代初就开始使用的TRANSOPTIC。前者被认为在保护边缘的平整性和抵抗

腐蚀和溶剂的作用方面优于酚醛树脂。后者则由于是透明的而被使用，但是其边缘保护能力并不如酚醛树脂。1977年推出了 EPOMET，这是一种热镶嵌环氧树脂，它具有引人注目的优异边缘保护特性，而且与热镶嵌操作无关。EPOMET取代了早期的产品 PLASTIMET，该产品价格更高，而且质量难于控制。

热固性树脂都含有一种填料作为增强剂。酚醛树脂含有木粉，邻苯二甲酸二丙烯含有一种矿物或是短玻璃纤维，而 EPOMET 则含有一种矿物。一旦热固性树脂在成型过程中，在 150°C至 160°C 经过数分钟后，它会形成一种不会熔化的产物，它的形式不会改变直到被加热到足以使树脂烧焦。热塑性树脂在成型过程中则只进行物理变化而不是化学变化。这一过程可以重复进行；也就是说，当热塑性树脂到达软化温度时，它就会流动。

热固性树脂与热塑性树脂的这一基本差别是重要的，因为在磨光和抛光时会产生热。如果热塑性树脂受热足够高，它就会产生流动，从而减少了对试样附近的支撑作用，也可能使树脂产生流变而遮盖到试样表面。

### 我们的试验结果

我们使用同一批直径约为 19 毫米 (0.75 英寸) 的易切削不锈钢棒料作试验，使用的镶嵌材料有木粉作填料的酚醛树脂、矿物和短玻璃纤维作填料的邻苯二甲酸二丙烯、以及 EPOMET。采用两种镶嵌步骤，一种是在成型温度将试样压出，然后进行水冷；另一种是在压力保持下将试样冷却到接近室温。也使用 TRANSOPTIC 树脂镶嵌试样，但是这些试样都是在压力保持下冷却到室温，因为无法将试样在高温下压出。

预期在高温下将试样压出并随后进行水冷的效果较差，因为这样做会形成收缩缝隙，而这种缝隙会影响试样的边缘平整性。每一种镶嵌试样都采用两种制备步骤，一种是传统步骤，另一种是当代步骤。所有试样都采用自动抛光装置进行抛光。

如果用手工方法进行抛光，效果应当较差。一般都认为自动制备装置与手工方法抛光相比较，前者的

边缘平整性更为优越。然而对于这种对比性试验，我并不认为我在用手工方法进行抛光时，能够对所有的试样都是用完全相同的方式完成的；也就是说，手工抛光的易变性和对试验结果会增添一种未知因素！

由于所有的抛光操作都使用自动抛光装置，我们预期不同的制备方法不会对边缘平整性产生太大的差别。如果传统步骤采用手工抛光，与自动设备相比较，平整性和边缘保持都会较差。采用当代步骤，由于工序较少，应当会得到特别好的平整性和边缘保持。

### 传统制备方法

用每一种镶嵌材料镶嵌的试样（镶嵌后都是趁热压出）以及用 TRANSOPTIC 镶嵌的试样（在压力保持下冷却）采用以下步骤制备：

1. 用单独加载方式磨光，每块试样受力为 26.7 N (6 磅)，底盘转速为 300 转/分，动力头转速为 60 转/分，相向转动（底盘与动力头的转动方向相同）。使用粒度为 120、240、320、400、600 号的碳化硅砂纸磨光各 2 分钟，用水冷却。
2. 用 6 μm METADI 金刚石膏以及 METADI 扩展剂/润滑剂进行抛光，并使用箍紧的帆布织物（我已经告诉你们，这是传统制备方法！），动力头转速为 60 转/分，底盘转速为 150 转/分，压力同上，相向转动，时间为 2 分钟。
3. 与步骤 2 相似，但是采用箍紧的绿色台球桌织物和 1 μm METADI 金刚石膏。
4. 用 0.3 μm MICROPOLISH α 氧化铝浆液在 MICROCLOTH 织物上抛光，动力头转速为 60 转/分，底盘转速为 150 转/分，压力同上，反向转动（底盘与动力头的转动方向相反），时间为 2 分钟。
5. 与步骤 4 相似，但是采用 0.05 μm MICROPOLISH γ 氧化铝浆液抛光 1 分钟。

可以看出，这需要 9 道工序，即 5 道磨光和 4 道抛光。这和我 30 年前开始干这一行时的试样制备方法很接近，只是那时是用手工方法制备。这是一种良好和实用的制备步骤，适用于广泛的材料，但是它肯定还有改进的余地。

## 当代制备方法

另一套用每一种镶嵌材料镶嵌的试样，但镶嵌后都是在压力保持下冷却到室温后压出，则用以下的典型 5 道工序当代方法制备：

1. 用粒度为 180 号、用水冷却的碳化硅砂纸并以单独加载方式磨光 2 分钟，每块试样受力为 26.7 N (6 磅)，底盘转速为 300 转/分，动力头转速为 60 转/分，相向转动。

2. 用 9  $\mu\text{m}$  METADI Supreme 多晶金刚石悬浮液在 ULTRA-PAD™ 织物上抛光 6 分钟，每块试样受力 26.7 N (6 磅)，底盘转速为 150 转/分，动力头转速为 60 转/分，相向转动。

3. 用 3  $\mu\text{m}$  METADI Supreme 多晶金刚石悬浮液在 TEXMET1000 织物上抛光 3 分钟，每块试样受力 26.7 N (6 磅)，底盘转速为 150 转/分，动力头转速为 60 转/分，相向转动。

4. 用 1  $\mu\text{m}$  METADI Supreme 多晶金刚石悬浮液在 TRIDENT™ 织物上抛光 3 分钟，每块试样受力 26.7 N (6 磅)，底盘转速为 150 转/分，动力头转速为 60 转/分，相向转动。

5. 用 MASTERMET 胶体状二氧化硅在 CHEMOMET 织物上抛光 1 分钟，每块试样受力 26.7 N (6 磅)，底盘转速为 150 转/分，动力头转速为 60 转/分，相向转动。

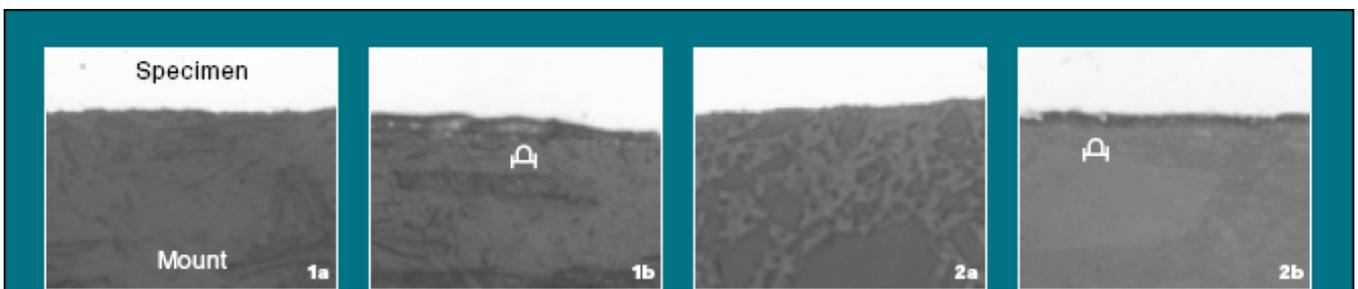
## 试验结果

每块试样在放大 500 倍的显微镜下进行观察，看是否有收缩缝隙，如果有，测出其宽度（表1）。对于用酚醛树脂镶嵌并在压力保持下进行冷却的试样，没有可以看得出的收缩缝隙。

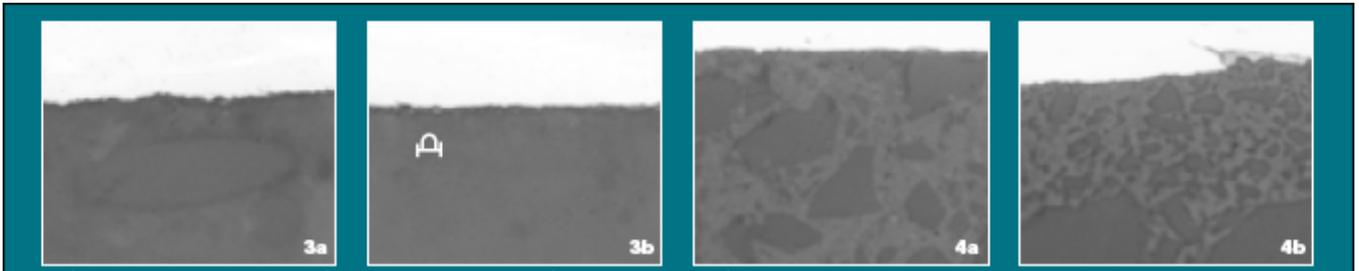
Table 1: Width of Shrinkage Gap ( $\mu\text{m}$ )

| Mount                               | Traditional Polish, Hot Eject and Water Cool | Contemporary Polish, Cool Under Pressure |
|-------------------------------------|--|--|
| Phenolic Wood Flour                 | 1-6  | None                                     |
| Diallyl Phthalate Mineral           | 1-3  | 0-1 (spotty)                             |
| Diallyl Phthalate Short Glass Fiber | 1-3  | 0-1 (spotty)                             |
| EPCOMET None                        | None   |  |
| TRANSCOPTIC                         | 2-3*   | 1-3                                      |

\* Cooled under pressure



(由左至右) 图 1. 用酚醛树脂镶嵌的试样边缘 (顶部) a) 在压力保持下冷却并用当代方法抛光; b) 趁热压出随后水冷, 并用传统方法抛光 (注意箭头所指处的巨大收缩缝隙), 500 $\times$ 。图 2. 用矿物作填料的邻苯二甲酸二丙烯镶嵌的试样边缘 (顶部) a) 在压力保持下冷却并用当代方法抛光; b) 趁热压出随后水冷, 并用传统方法抛光 (注意箭头所指处的巨大收缩缝隙), 500 $\times$ 。



(由左至右)图 3. 用短玻璃纤维作填料的邻苯二甲酸二丙烯镶嵌的试样边缘(顶部) a) 在压力保持下冷却并用当代方法抛光; b) 趁热压出随后水冷,并用传统方法抛光(注意箭头所指处的收缩缝隙), 500×。图 4. 用 EPOMET 镶嵌的试样边缘(顶部) a) 在压力保持下冷却并用当代方法抛光; b) 趁热压出随后水冷,并用传统方法抛光(注意没有收缩缝隙), 500×。

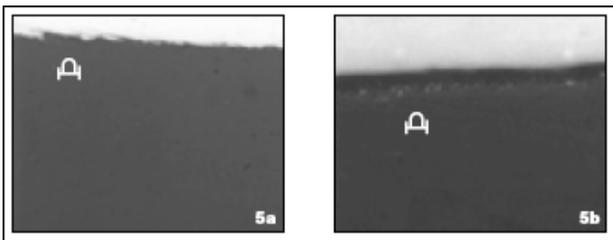


图 5. 用 TRANSOPTIC 镶嵌的试样边缘(顶部) a) 在压力保持下冷却并用当代方法抛光; b) 在压力保持下冷却,并用传统方法抛光(注意箭头所指处的巨大收缩缝隙), 500×。

图 1a), 而趁热压出并随后进行水冷的试样, 则可以看到不同程度比较宽的缝隙(图 1b)。用邻苯二甲酸二丙烯镶嵌的试样, 不论使用哪一种填料, 对于在压力保持下进行冷却的试样, 沿试样的边缘偶尔能看到细小的收缩缝隙, 而对于趁热压出随后水冷、使用矿物填料的试样, 则可以看到接近连续的收缩缝隙(图 2), 比趁热压出随后水冷、使用短玻璃纤维填料的试样稍差(图 3)。不出所料, 用 EPOMET 树脂镶嵌的试样, 不论采用哪一种成型方法, 在试样与镶嵌材料的界面处, 都没有观察到收缩缝隙(图 4)。用 TRANSOPTIC 镶嵌的两种试样都有连续的收缩缝隙, 但是用传统方法抛光的试样, 其收缩缝隙要比用当代方法抛光的试样宽得多(图 5b), 后者的收缩缝隙则要窄得多(图 5a)。

每一块试样的边缘平整性是用 Wyko 的 MHT-III 型

Table 2:  $R_z$  Surface Height Difference,  $\mu\text{m}$

|                                     | Hot Eject and Water Cool, Mount Traditional | Cool Under Pressure, Con-temporary Polish |
|-------------------------------------|---|---|
| Phenolic                            | 14.019                                      | 6.582                                     |
| Diallyl Phthalate Mineral           | 9.224                                       | 8.099                                     |
| Diallyl Phthalate Short Glass Fiber | 8.513                                       | 5.631                                     |
| EPOMET 3.219                        | 2.829                                       |   |
| TRANSOPTIC                          | 24.513*                                     | 8.326                                     |

\* Cooled under pressure

光学轮廓仪测定的。在试样边缘周围区域(包括试样和附近的镶嵌材料)会产生一些干涉条纹。有几种方法可以检验测试结果。一种方法是给出测试面积中 10 个最高点和 10 个最低点的垂直高度差  $R_z$ , 见表 2。

然而, 抛光试样的粗糙度和收缩缝隙对以上数据会有影响。因此, 分析抛光试样表面的轮廓曲线是有益的。先看用酚醛树脂镶嵌的试样, 图 6a 为试样趁热压出然后水冷、并用传统方法抛光后的轮廓曲线(从右侧的试样部分经过界面直到左侧的镶嵌材料部分), 图 6b 为试样在压力保持下冷却并用当代方法抛光后的轮廓曲线。传统方法抛光试样的  $R_z$  值较差(14.019 $\mu\text{m}$ ), 不如当代方法抛光试样的  $R_z$  值(6.582  $\mu\text{m}$ )。对试样边缘轮廓曲线的分析证实, 当代方法制备的试样边缘平整性较好。可以看到, 用传统方法抛光的趁热压出试样(图 6a)离开界面 225  $\mu\text{m}$  后才变为平坦, 并在界面处的垂直突起约 4  $\mu\text{m}$ 。反之, 用当代方法抛光的在压力保持下冷却的试样

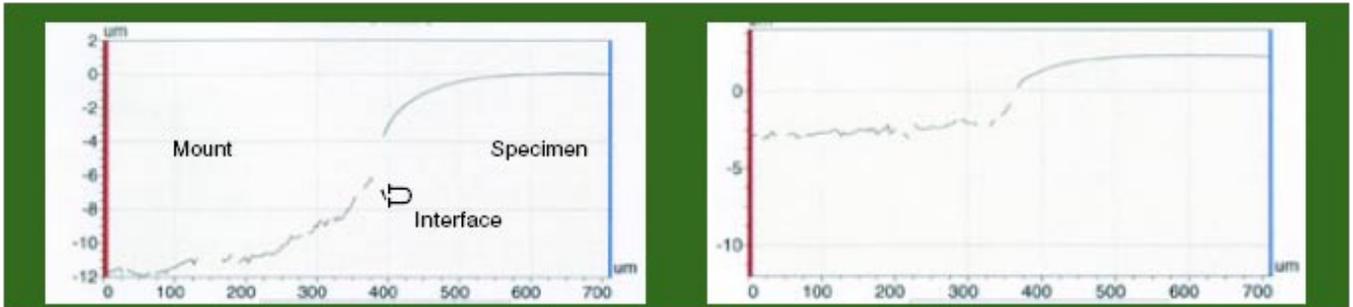


图 6. 用酚醛树脂镶嵌的试样从边缘至试样的轮廓曲线 (x 轴为从试样到镶嵌材料的距离,  $\mu\text{m}$ , y 轴为高度变化,  $\mu\text{m}$ ) a) (左) 趁热压出然后水冷并用传统方法抛光; b) (右) 在压力保持下冷却并用当代方法抛光。

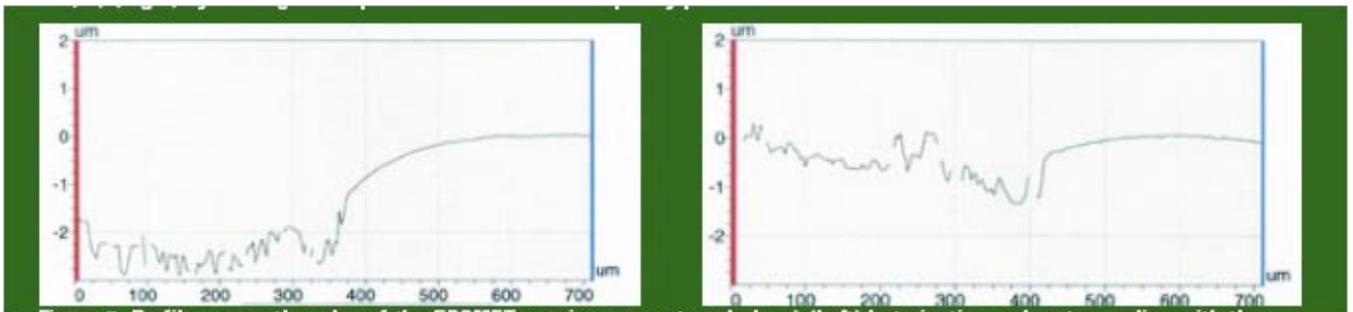


图 7. 用 EPOMET 镶嵌的试样从边缘至试样的轮廓曲线。a) (左) 趁热压出然后水冷并用传统方法抛光; b) (右) 在压力保持下冷却并用当代方法抛光。(注意: 图 6 与图 7 中 y 轴的单位刻度值不同)

(图 6b) 距边缘  $135\ \mu\text{m}$  后就变为平坦, 在界面处的垂直突起约为  $2\ \mu\text{m}$ 。至于边缘突起多少才不能准确聚焦与物镜的数值孔径和光线波长以及孔径光阑的大小有关。对于使用矿物填料的邻苯二甲酸二丙烯, 用传统方法抛光的趁热压出试样的  $R_z$  值为  $9.224\ \mu\text{m}$ , 而用当代方法抛光的压力保持下试样的  $R_z$  值则为  $8.099\ \mu\text{m}$ 。对试样边缘轮廓曲线的分析表明, 用传统方法抛光的试样离开边缘约  $230\ \mu\text{m}$  后变为平坦, 垂直突起约为  $6\ \mu\text{m}$ 。用当代方法抛光的试样离开边缘约  $230\ \mu\text{m}$  后变为平坦, 但是垂直突起则仅为  $1.2\ \mu\text{m}$ 。

对于使用短玻璃纤维填料的邻苯二甲酸二丙烯, 用传统方法抛光的试样的  $R_z$  值为  $8.513\ \mu\text{m}$ , 而用当代方法抛光的试样的  $R_z$  值则为  $5.631\ \mu\text{m}$ 。对试样边缘轮廓曲线的分析表明, 用传统方法抛光的试样离开边缘约  $190\ \mu\text{m}$  后变为平坦, 垂直突起约为  $6.5\ \mu\text{m}$ 。用当代方法抛光的试样离开边缘约  $150\ \mu\text{m}$  后变为平坦, 但垂直突起则约为  $1.2\ \mu\text{m}$ 。

对于用 EPOMET 镶嵌的试样, 传统方法抛光的趁热压出然后冷却的试样 (图 7a) 和当代方法抛光的在压力保持下冷却的试样 (图 7b) 的  $R_z$  值相当接近, 分别为  $3.219\ \mu\text{m}$  和  $2.829\ \mu\text{m}$ 。这些数据表明了 EPOMET 比起其它镶嵌材料的明显优越性。图 7a 表明, 试样离开边缘约  $220\ \mu\text{m}$  后变为平坦, 垂直突起约为  $1.75\ \mu\text{m}$ 。图 7b 表明, 试样离开边缘约  $100\ \mu\text{m}$  后变为平坦, 垂直突起约为  $0.5\ \mu\text{m}$ 。

用 TRANSOPTIC 镶嵌的试样都是在压力保持下冷却并采用传统方法和当代方法抛光。 $R_z$  值分别为  $24.513\ \mu\text{m}$  和  $8.326\ \mu\text{m}$ 。图 8a 和图 8b 为边缘轮廓曲线。用传统方法抛光的试样离开边缘约  $200\ \mu\text{m}$  后变为平坦, 垂直突起约为  $6\ \mu\text{m}$ 。用当代方法抛光的试样离开边缘约  $150\ \mu\text{m}$  后变为平坦, 但是垂直突起则约为  $4\ \mu\text{m}$ 。不难看出, 这类试样的边缘平整性最差。

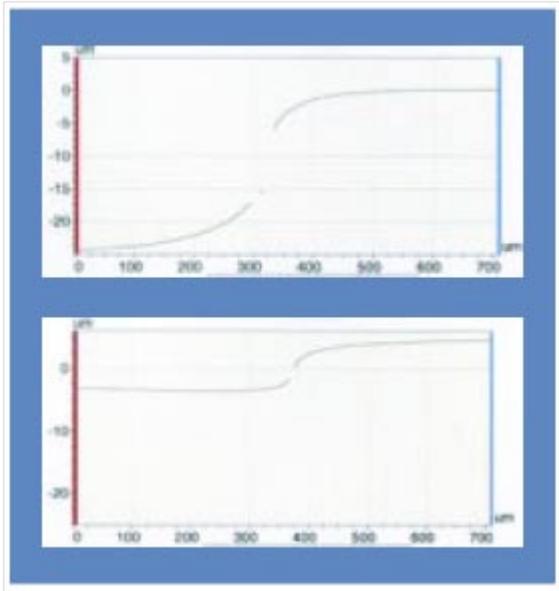


图 8. 用 TRANSOPTIC 镶嵌并在压力保持下冷却的试样，跨越边缘的轮廓曲线。a) (上) 传统方法抛光; b) (下) 当代方法抛光。

## 结论

本研究证实了有关热镶嵌材料的许多一般性看法。热塑性材料（如 TRANSOPTIC，即异丁烯酸甲酯）的边缘保持性很差。根据它的收缩缝隙宽得多和边缘平整性差得多的特点，我们可以得出结论，传统制备方法会使热塑性树脂产生更多的热，造成流变而离开试样。

对于用邻苯二甲酸二丙烯镶嵌的试样，如果采用相同方法镶嵌，我们发现，不同填料造成的差别很小。在压力保持下冷却并采用当代制备方法，试样的平整性要比趁热压出然后水冷并采用传统制备方法好得多。

EPOMET 的边缘保持特性要好得多，而且不论镶嵌时怎样冷却以及采用哪一种抛光方法，都不会对结果有多大影响。此外，EPOMET 对于强腐蚀剂和溶剂，以及对加热的腐蚀剂都有较好的抗腐蚀性。酚醛树脂镶嵌的试样浸在沸腾的腐蚀剂中时会产生严重的降解。

对于所有的镶嵌材料，在压力保持下冷却并采用当代抛光方法获得的平整性优于传统方法。传统制备方法的边缘保持特性不如当代制备方法。热塑性树脂（如 TRANSOPTIC）与热固性树脂相比时，差别大得多。

| THE PROPERTIES OF MOUNTING COMPOUNDS   |          |                   |                   |        |            |
|--|----------|-------------------|-------------------|--------|------------|
| Properties                             | Phenolic | Diallyl Phthalate |                   | EPOMET | TRANSOPTIC |
|  |          | Mineral Filled    | Short Glass Fiber |        |            |
| Specific Gravity, g/cm <sup>3</sup>    | 1.39     | 1.80              | 1.83              | 1.79   | 1.17       |
| Shrinkage (Compression) cm/cm          | 0.005    | 0.003-0.006       | 0.001-0.003       | 0.005  | —          |
| Flexural Strength, MPa                 | 88.2     | 110.3             | 124.1             | 110.3  | —          |
| Flexural Modulus, MPa                  | 8320     | 11722             | 12411             | 15514  | —          |
| Compressive Strength, MPa              | 229      | 151.7             | 151.7             | —      | —          |
| Tensile Strength, MPa                  | 60       | 55.2              | 75.8              | —      | 47         |
| Coef. of Linear Thermal Expansion / °C | 76       | 25                | 18                | 20     | —          |
| Deflection Temperature (1.82 MPa) °C   | 169      | 166               | 204               | —      | —          |
| Shore D Hardness                       | 94       | 93                | 93.5              | 99     | 91         |

## 技术提示

问：我喜欢使用 EPOMET，但是它的价格较高。怎样才能降低镶嵌成本？

答：如果您的经费比较紧张，镶嵌时只需先放置一些EPOMET，其余部分（镶嵌试样的后半部分，这部分不参与制备）放置酚醛树脂。但是，如果您要使用经过加热的腐蚀剂或是作用非常强烈的腐蚀剂，则镶嵌试样的酚醛树脂部分将会降解。

问：如果在用酚醛树脂镶嵌试样时加入淬火钢细粒或类似的材料，是否能改善边缘平整性？

答：多年来人们进行过许多尝试，有些人声称效果很好。然而，如果采用趁热压出随后水冷的办法，间隙仍会产生（其中还包括填料周围的间隙）。填料材料的加入，使得需要制备的面积增加，这样会使生产效率降低，特别是当您用手工方法制备时。

问：我曾经尝试用镀镍的方法来保护边缘，但是遇到了镀层脱落的问题。我是否做的不正确，或是这是不可避免的？

答：化学镀镍是改善边缘保持最有效的方法之一，但是它确实很费时间。首先，试样在放入溶液前必须进行适当的清洗和除油（用丙酮清洗并避免皮肤

接触）。镀槽温度必须仔细控制。应当避免趁热压出后快冷；在压力保持下冷却效果最好。有些金属不能进行化学镀镍，例如铍、镉、锡、铅、锌等。另一些金属，如铜、银、金、铝、钒、钼、钨、铬、钛等，如果不采用特殊方法，也很难镀上。最容易镀上镍的金属有：铁、钴、镍、铂等。对于铁、镍、铜等金属的边缘保持，有些人更倾向于采用电镀方法而不是化学镀方法。

问：用 EPOMET 镶嵌的试样时常会粘附在模具的底压块，我必须从侧面敲打才能使其脱落。怎样做才能避免产生这一问题？

答：我们出售一种名为 Release Agent（脱模剂）的产品，它装在小瓶子内并有一个涂施器。用这种脱模剂涂敷上、下压块的表面和侧面，以及模具的内表面。这样就可以避免粘附，同时也使模具内表面得到润滑。当我镶嵌多块试样时，如果发现脱模剂的有效性降低时，可以再涂敷一些。我还将脱模剂涂敷在抛光机的转盘上，使涂有压敏胶（PSA）衬背的织物或砂纸容易揭下。

如果您有问题希望得到解决，或者您有解决某一问题的办法并认为对我们的读者有帮助，请写邮件、打电话到：

中国咨询邮箱：[china@buehler.com.hk](mailto:china@buehler.com.hk)

中国咨询热线：86-21-6410 8359

