

# Tech-Notes

Using Microstructural Analysis to Solve Practical Problem

## 工具钢的金相样品制备

Written by:

George Vander Voort (Buehler Ltd)



**摘要：**工具钢是一种非常重要的材料，它的化学成分组成从简单的塑性成型的模具钢和淬火水冷碳的碳钢到高合金的高速钢。在工具钢和模具钢的失效分析中，有时会观察到各种各样我们不希望出现的显微组织。

工具钢是一种非常重要的材料，它的化学成分组成从简单的塑性成型的模具钢和淬火水冷碳的碳钢到高合金的高速钢。甚至对于那些化学成分更新奇材料通过粉末冶金加工方法都可以做到，这些材料都有一个共同的特点。首先它们都是铁基材料。金相工作者一致认为对于硬度相对较软的退火态的、热轧态和锻造后的高速钢具有不尽相同的显微组织，而热处理后的硬度较高的工具钢的显微组织通常是强度较高的马氏体和各种形态和类型的碳化物构成。在工具钢和模具钢的失效分析中，有时会观察到各种各样我们不希望出现的显微组织。

一般而言，工具钢的金相样品制备不是特别困难。但是，还是有些问题需要注意。首先其切割过程相当困难，为了避免过热和过烧，切割片必须选用粘结强度较低的切割片。在样品制备过程中，样品的边缘保护非常重要。例如：对于脱碳层评判的样品，对于热处理后的失效的样品尤其如此。在样品制备过程中防止夹杂物的脱落非常重要，特别对于那些需要对夹杂物含量和类型需要评判的。对于含有石墨的工具钢，石墨必须正确保留。对于Si含量较高的工具钢斑点染色问题经常会遇到。碳化物在样品制备时会破裂甚至从基体上脱落变成空洞，对于合金含量较高材料在切割时要特别注意。金相工作者必须能够判别这些空洞是材料本身存在的还是在样品制备过程中产生的。

### 样品制备过程

#### 切割

相对较软的样品（硬度低于35HRC或345HV）可以使用手锯或者带锯进行切割。可是，这样的过程往往会导致样品表面损伤层变大和切割表面非常粗糙。为了去除这些损伤层，在最初的粗磨时一定要使用较粗颗粒的磨料（例如80 -120 grit的SiC砂纸）。这样才能去除切割产生的样品损伤。

对于高硬度的样品切割必须使用砂轮切割片，在切割过程中使用水进行冷却，切割片应使用粘结强度较低的砂轮片以防止样品过烧。在切割过程中样品的冷却可以避免过热，这些切割产生的热量对于淬火和淬火后+低温回火的工具钢的影响尤为严重。不正确的切割导致马氏体高温回火，如果热量过大还会导致切割表面重新转变为奥氏体组织。这样在后续的磨削步骤想要去除这种损伤是非常困难的。

对于淬火后的高合金工具钢，这样的材料相对较脆，切割时比较容易得到平坦和损伤层小的切割表面。随后可对切割表面进行研磨和抛光。在精密切割机上使用金刚石或立方氮化

硼刀片切割高硬度的高合金工具钢可以获得最小损伤层的高质量切割表面。虽然切割速度较低，但是其切割表面非常光滑平坦，其后就可以使用较细粒度的SiC砂纸进行研磨（例如：使用240 到 320 粒度的SiC砂纸）。

#### 镶嵌

通常较大的样品不需要镶嵌就可以直接进行抛光。现在大多数先进的自动抛光机可以对未经镶嵌的样品直接进行抛光。如果样品边缘需要被保护的样品，就必须进行镶嵌。镶嵌之前对样品进行电镀处理往往可以得到最佳的样品边缘保护，但是现在很少这样做。因为现在使用的像EpoMet®这样的镶嵌树脂可以给样品提供非常好的边缘保护即便是没有电镀过得样品。自动抛光机比手持抛光能够得到更好的样品边缘保护。在研磨和抛光时，使用中心力加载方式比单点力加载方式等到的样品表面更加平坦。

镶嵌主要用于小和形状不规则的样品。对于样品边缘保护没有特别的要求的样品使用普通的镶嵌树脂即可。可是有些镶嵌树脂可能被一些像酒精之类的化学试剂溶解，并且许多镶嵌树脂不能用于热侵蚀的样品镶嵌。环氧类压力镶嵌环氧树脂可以防止上述现象的出现。如果对于样品的研磨抛光位置有特定的要求，那么就可以使用透明的丙烯酸压力镶嵌树脂。冷镶嵌所使用的环氧树脂也能达到令人满意的效果。冷镶嵌的环氧树脂主要用于样品对于温度敏感和那些不能承受压力的样品。冷镶嵌树脂是唯一的与样品进行真正物理粘结的树脂。如果样品不需要边缘保护而且也不会受热影响的话，可以使用成本便宜的酚醛树脂进行压力镶嵌。

#### 传统的研磨和抛光方法

在传统的方法中，无论是手动还是自动抛光在研磨阶段，通常使用防水的SiC砂纸（200~300mm或8”~12”直径）。最初研磨砂纸粒度的选自取决于切割后的样品表面状态。砂纸的牌号从120, 240, 320, 400到600 grit由粗到细。对于高合金的工具钢为了防止碳化物的脱落常常使用更细粒度的砂纸。保持一个适中或较大的压力在样品上，研磨时间在1~2min去除上一个步骤产生的损伤层和划痕。要使用新的砂纸，使用过的旧砂纸将产生较大的损伤。

传统的方法中，抛光阶段采用多步金刚石抛光剂，最后抛光阶段采用几步的氧化铝抛光。对于常规监测的样品，通常使用6um和1um金刚石抛光就可以。在抛光步上涂抹上金刚石抛光膏或喷洒金刚石抛光剂。当使用粗颗粒金刚石抛光剂时最好使用短绒毛或无绒毛的抛光布。较细的金刚石抛光剂与中等长度绒毛抛光布一起使用。润滑剂或者“扩散剂”与金刚

石抛光剂一起使用，它能湿润抛光布并且抛光阻力抛光机转数在100~150 rpm。压力适中，抛光时间2min即可。

最终的抛光步骤采用手动或自动均可，通常使用的抛光剂是0.3 μm α-氧化铝和 0.05 μm γ-氧化铝，使用0.04-0.06 μm氧化硅也是非常有效。转数、压力和时间与粗抛光阶段一样。总之，由于工具钢的高硬度所以抛光时很容易去除样品的划痕和人为缺陷。

**现代的方法**

现代的方法是使用自动化的机器进行研磨和抛光的，镶嵌或未经镶嵌的样品被放置到各种尺寸的样品夹持器中，抛光盘的直径通常为200, 250或300mm直径（8” ,10” 或12”）。使用新研制的制备表面和抛光剂只是需要3个步骤就可以得到令人满意的抛光表面。

表1的四步抛光方法可以得到抛光表面可以适合所有需要。对于日常检测工作，其中第四步可以省略，其抛光表面质量完全满足要求。第四步仅仅用于需要对样品拍照和一些杂志论文出版时需要印刷质量的照片。

表2显示的是一个更为简捷的3步制备方法，这个方法也能够制备可以拍摄出用于研究和出版质量的照片的样品表面。在制备的第二步中，丝质UltraPol®和聚酯纤维质地UltraPad®抛光布都能得到好的样品边缘保护和高质量的抛光表面，但是前者抛光质量要好于后者。

当样品夹持器采用反向转动时，换句话说当样品夹持器的转向与磨盘的转向（通常是逆时针）相反时，可以使材料的去除速率增加。如果样品夹持器的转速<100 rpm，采用反方向转动，此时抛光剂和润滑剂与样品接触时间更长。如果样品夹持器的转速>100 rpm，几乎所有的液体都被甩到抛光盘之外。这是因为在反方向转动情况下，由于离心力的作用磨料的甩出速度几乎与其添加速度一样快。如果在第四步后，观察氧化物或硫化物周围发现有浮图现象。重复第四步采用反向转动，浮图现象除去。

在抛光布上使用金刚石的抛光膏其材料去除速率较快，用你的手指将金刚石抛光膏均匀涂抹在抛光布上。抛光开始时使用润滑剂，在抛光的过程中使用MetaDi®金刚石抛光液，使用

与金刚石抛光膏同样颗粒尺寸的金金刚石抛光液其效果最好。因为金刚石抛光液中含有润滑液所以不需要再添加润滑剂。虽然一些试验人员也在使用金刚石抛光液的同时加入少量的0.05 μm 氧化铝抛光液，它不是过去传统意义上的焙烧制成的非结晶的氧化铝。如果从切割到抛光所有步骤完成，最后的抛光时间在5min没有浮凸和边缘倒园的问题发生。那么在切割时就要避免过渡的切割损伤。镶嵌使用收缩率低的EpoMet®树脂，避免收缩缝隙产生。磨削开始尽量使用粒度较细的SiC砂纸（或者是相应尺寸颗粒的DGD磨盘），样品夹持器采用低速反向转动，上述这些都是获得材料完美真实组织关键步骤。

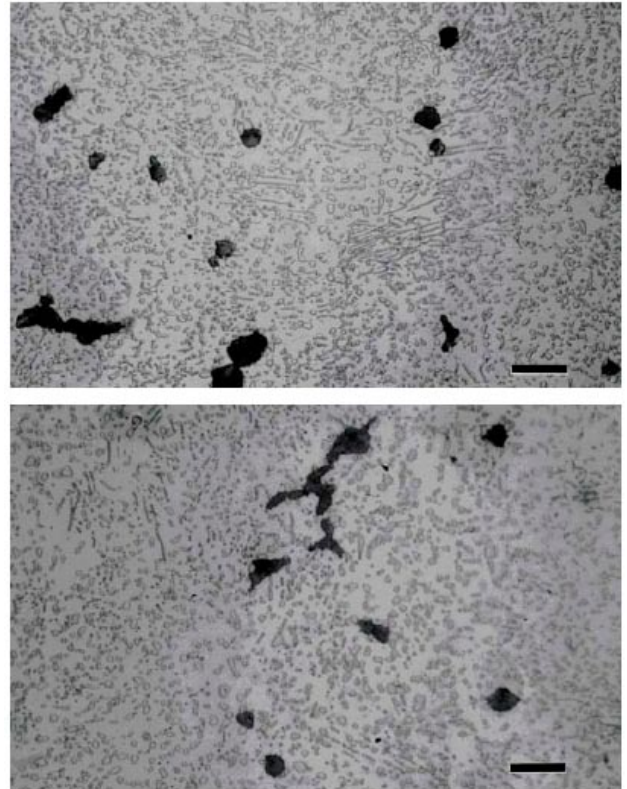


Figure 1. Annealed microstructure of type O6 graphitic tool steel prepared (top) with the three-step method using the UltraPol® silk cloth for step 2; and (bottom) using the ApexHercules® H rigid grinding disc for step 2 (magnification bars are 10-μm long; 4% picral etch).

Table 1. Four-step method for preparing tool steels

Abrasive & Surface	Lubricant	RPM	Head Platen/ Direction	Load per Specimen	Time (minutes)
120- to 240-grit* (P120 to P280) SiC CarbiMet® 2 waterproof abrasive paper, or 125 to 45μmApex® DGDs or DGD Red or Purple	water	240-300	Contra	6 lbs (27N)	Until Plane
9-μm diamond on an UltraPol® silk cloth (or UltraPad® polyester cloth or ApexHercules® H rigid grinding disc)	MetaDi® Fluid	120-150	Contra	6 lbs (27N)	5
3-μm diamond on a TriDent® cloth (or TexMet® chemotextile pad)	MetaDi® Fluid	120-150	Contra	6 lbs (27N)	3
MasterPrep® Alumina Suspension on a MicroCloth® pad	No other lubricant is needed	120-150	Contra	6 lbs (27N)	1-3

\* Use 120-grit for specimens > 60 HRC; use 180-grit for specimens at 35-60 HRC; use 240-grit for specimens < 35 HRC.

图1采用3步制备方法制备的06石墨工具钢显微组织上图是第二步使用丝质UltraPol®抛光布（下图）使用聚酯纤维质地UltraPad®抛光布（标尺长度10um，4%苦味酸侵蚀）

图2钢球化退火后W1水冷硬化的碳素工具钢（上图）4%苦味酸侵蚀用于显示显微组织，（中图）使用Klemm's I侵蚀铁素体基体，（下图）在90°C碱性苦味酸钠溶液侵蚀60s后，显示碳化物。

#### ETCHING 侵蚀

2%~10%的硝酸溶液作为工具钢的侵蚀液，通常2%~3%的硝酸溶液可以满足大多数工具钢的侵蚀，10%硝酸溶液只是作为高合金工具钢例如D型钢的侵蚀液，对于3%以下的硝酸溶液不需要密闭保存，但是对于高浓度的硝酸溶液需要保存在具有泄压阀的容器内。在配置溶液时尽量用乙醇替代甲醇，甲醇有累积性毒物所以尽量少用。

硝酸乙醇腐蚀液可以用于所有工具钢的组织显示，硝酸乙醇腐蚀液常用于显示马氏体组织，而苦味酸（4%的苦味酸乙醇）溶液常用于退火的工具钢样品的检测。

当检测球化退火后的工具钢样品时（这是最常见的退火状态），苦味酸溶液能够显示碳化物和铁素体的相界面，硝酸乙醇腐蚀液能显示铁素体晶粒的边界但是碳化物的边界显示不是十分清晰，这是因为硝酸乙醇腐蚀液对于在某些铁素体内部的碳化物的晶粒取向较为敏感，所以不能清晰显示其轮廓，这样对于球化率的评判较为困难。

2%的硝酸乙醇腐蚀液常用于马氏体钢的组织显示，随着硝酸乙醇腐蚀液浓度的增加其侵蚀速度加快，控制侵蚀比较困难。侵蚀马氏体基体的高合金工具钢如：高速钢需要5%硝酸乙醇腐蚀液，对于D型的高速钢需要10%硝酸乙醇腐蚀液。对于硝酸乙醇腐蚀液和苦味酸乙醇侵蚀液通常采用侵蚀的方法。如果采用擦拭腐蚀的方法，那么擦拭压力一定要轻避免产生划痕。

一般而言，侵蚀时间控制比较困难，因为工具钢的成分组成多种多样，其热处理状态也不尽相同，试样的这些状态对于侵蚀效果影响很大。根据试样表面侵蚀程度进行反复的试验是必要。

其他的侵蚀剂很少使用，但是在一些特定状态下却很有效，在表3中列出一些特殊侵蚀剂具有选择性的侵蚀效果可以提高显微组织的对比度。例如在图1中采用3步制备方法06石墨型

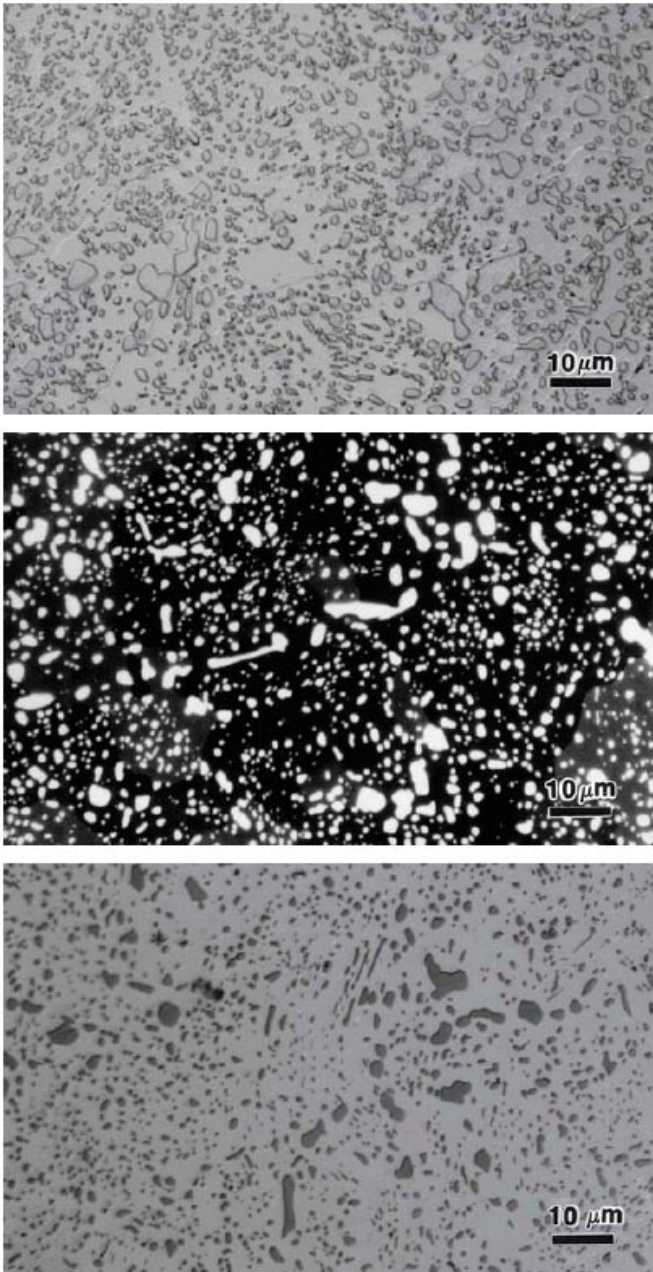


Figure 2. Spheroidize annealed W1 water-hardened carbon tool steel etched with (top) 4% picral to reveal the general structure, with (middle) Klemm's I to color the ferritic matrix, and with (bottom) alkaline sodium picrate at 90 °C for 60 seconds to color the cementite.

Table 2. Three-step method for preparing tool steels

Abrasive & Surface	Lubricant	Platen RPM	Head Platen/ Direction	Load per Specimen	Time (minutes)
120- to 240-grit (P120 to P280) SiC CarbiMert® 2 waterproof abrasive paper* or 125 to 45μm Apex® DGDs or DGD Red or Purple	water	240-300	Contra	6 lbs (27N)	Until Plane
3-μm diamond on an UltraPol® silk cloth cloth (or UltraPad® polyester cloth or ApexHercules® H rigid grinding disc)	MetaDi® Fluid	120-150	Contra	6 lbs (27N)	5
MasterPrep® Alumina Suspension on a MicroCloth® pad	No other lubricant is needed	120-150	Contra	6 lbs (27N)	5

\* Use 120-grit for specimens > 60 HRC; use 180-grit for specimens at 35-60 HRC; use 240-grit for specimens < 35 HRC.

Table 3. Etchants for Tool Steels

Composition	Comments
1-10 mL HNO <sub>3</sub> 99-90 mL Ethanol	Nital. Most commonly used reagent. Reveals ferrite grain boundaries and ferrite-carbide interfaces. Excellent for martensite. Do not store solutions with >3% HNO <sub>3</sub> in a tightly stopped bottle.
4 g Picric acid 100 mL Ethanol	Picral. Recommended for annealed structures or those containing pearlite or bainite. Does not reveal ferrite grain boundaries. Addition of a few drops of zephiran chloride increases etch rate. Add 1-5 mL HCl to improve etch response for annealed higher alloy tool steels.
1 g Picric acid 5 mL HCl 95 mL Ethanol	Vilella's reagent. Reveals structure of higher alloyed tool steels.
50 mL sat. Aqueous Sodium thiosulfate 1 g Potassium metabisulfite	Klemm's I tint etch. Immerse specimen until the surface is colored violet. Colors ferrite blue and red while martensite is brown. Carbides are unaffected. Works well only on low alloy and carbon tool steels.
0.6 mL HCl 0.5-1.0 g Potassium metabisulfite 100 mL water	Beraha's reagent. Immerse specimen until the surface is colored. Colors ferrite and martensite, carbides are not affected. Good for most tool steels.
3 g Potassium metabisulfite 2 g Sulfamic acid 0.5-1.0 g Ammonium bifluoride 100 mL water	Beraha's sulfamic acid reagent No. 4. For carbon and low-alloy tool steels, leave out the NH <sub>4</sub> F·HF. Immerse until the surface is colored. Ferrite and martensite are colored; carbides are not affected. Good for high chromium tool steels.
2 g Picric acid 25 g NaOH 100 mL water	Alkaline sodium picrate. Colors cementite and M <sub>6</sub> C carbides. Immerse specimen in solution at 80-100 °C for 1 minute or more.
10 g K <sub>3</sub> Fe(CN) <sub>6</sub> 10 g NaOH or KOH 100 mL water	Murakami's reagent. Use at 20 °C to outline and darken M <sub>7</sub> C <sub>3</sub> and M <sub>6</sub> C, and to outline M <sub>2</sub> C. M <sub>23</sub> C <sub>6</sub> is faintly colored.
4 g KMnO <sub>4</sub> 4 g NaOH 100 mL water	Groesbeck's reagent. Use at 20 °C to outline M <sub>2</sub> C and to outline and darken M <sub>6</sub> C. M <sub>7</sub> C <sub>3</sub> is faintly colored.
1 g CrO <sub>3</sub> 100 mL water	Blickwede and Cohen's etch. Use at 2-3 V dc, 20 °C, for 30 seconds with a stainless steel cathode. Outlines M <sub>23</sub> C <sub>6</sub> , outlines and colors M <sub>7</sub> C <sub>3</sub> , colors MC and attacks M <sub>2</sub> C.

Table 4. Results of the Etching Experiments

Etchant	M <sub>3</sub> C	M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	M <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	M <sub>6</sub> C	MC	M <sub>2</sub> C
Alk.Na Pic.	Colors	NA	NA	Colors	NA	NA
Murakami	NA	Faint	Outlined/ Colored	Outlined/ Colored	NA	Outlined
Groesbeck	NA	NA	Faint	Outlined/ Colored	NA	Outlined
1% CrO <sub>3</sub>	NA	Outlined	Outlined/ Colored	NA	Colors	Attacks
NA – no affect						

工具钢退火组织显示。注意使用苦味酸乙醇侵蚀液可以保存试样上的全部石墨，在铁素体上没有任何划痕和残余损伤，碳化物也被清晰的显示。图2显示的是水冷硬化的W1工具钢球化退火后，使用4%苦味酸乙醇侵蚀液，Klemm's I和碱性苦味酸钠溶液侵蚀后的不同效果。4%苦味酸乙醇侵蚀液均匀溶解铁素体，所以可以清晰的显示碳化物的颗粒，Klemm's I

侵蚀剂可以使铁素体基体着色，但是对碳化物却没有着色，可以非常容易辨别碳化物图像，所以可以对碳化物进行图像分析。碱性苦味酸钠溶液可以使碳化物均匀着色而不侵蚀和增大颗粒尺寸，因此使用Klemm's I和碱性苦味酸钠溶液侵蚀后的样品用于测量碳化物往往能得到令人满意的结果。

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 μm 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。

大量试验表明，对于退火、淬火和回火后的后的样品状态，在表3中所罗列的侵蚀剂可以用来显示碳化物的边界、彩色侵蚀或者侵蚀特定类型的碳化物。这些碳化物类型提供背散射电子的衍射花样来区分辨别。每种侵蚀剂都可以重复在样品上使用，表4列出了试验结果。

### 结论

如果想要得到真实的显微组织，正确的样品制备过程必不可少。使用现代的半自动磨抛设备可以快速的进行样品制备而且能够得到令人满意的工具钢样品。在便捷的3步样品制备和4步样品制备工艺中已经提到样品制备的关键参数控制。首先，切割过程选用硬度合适的金相专用的砂轮切割片，以避免过大损伤的产生。其次，如果样品边缘需要检查，就要选用保边性好的树脂进行镶嵌。第三，最初的研磨工序，尽可能使用粒度较细的砂纸。第四，在抛光过程中，添加足够的抛光剂，才能做到有效的材料去除。第五，使用无绒毛编织或压制的织物作为抛光表面，尤其是在最终抛光序上。最后，选择最适合的侵蚀剂清晰显示显微组织并得到最好的图像衬度。

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>



**BUEHLER**  
The Science Behind Materials  
Preparation & Analysis