

## 定向金相学导论

作者：George Vander Voort

### 三十年前的定量金相学

金相观察在其历史的绝大部分时间内，实质上是定性的。显微组织可以被描述为比较粗或比较细的，或呈层状的，或是均匀的。颗粒状组织可以被描述为球状、片状、针状或块状。显微组织可以是单向的，双向的等等。

当我三十年前进入工业界时，量化的主要手段是评级图和目测观察。我清楚地记得，工厂里的金相技术人员在工具钢球化碳化物组织时，就声称这个钢的组织有95%已经球化（许多评级人员从不说100%，就像有些教师从不给一篇论文打100分一样！）或者说这个钢的组织有60%已经球化，还有40%的组织已经趋于球化。或者在不看评级图的情况下（一个有经验的评级人员从不这样做），他们会声称，例如，晶粒度100%为6到8级，如果看起来像是双重晶粒度时，就说70%为8级，30%为3到5级。

作为一个刚参加工作的冶金工作人员，上述做法当时给我留下深刻的印象，同时我自己也想尝试这一操作。但是我发现，如果隔几个星期后再做同一评级，却不能得到同一评级结果，除非我做出的评级结果很分散。后来，我让不同的金相技术人员对同一试样进行评级或让同一个人不同时间对同一试样评级。我很快得知，他们的重复性或重现性并不比我好多少。

然而，对我来说，最神秘的还是评级图来对夹杂物进行评级。我印象最深刻的是，他们竟然能在数分钟之内用眼睛扫过160平方毫米的面积，不做任何记录，就可以草草记下最差视场的评级。这绝对是技艺高超的魔术！而我却从来做不到这一点。当我看到一个视场中夹杂的数量较多时，我必须用尺子量一下夹杂物的长度或数一下夹杂物的数量。而且还必须做出记录。但是，那时我还是一位年轻的、自以为很有经验的冶金工程师——为什么我不能这样做？我是不是过于愚蠢？我是不是参加晚会活动太多、而上课由太少呢？

当然，我曾经尝试考察他们重复测试结果的能力，我发现，我并不像原来想象的那样迟钝。他们并不能很好的重复他们自己的实验结果。后来，我积极参与ASTM E-4委员会的活动时，我发现，由许多人对同一夹杂物进行评级，其结果不具有重复性，经过多次实验，这已是众所周知的事实。唉！这对安慰我已破碎的自负是个好事，但是并没有解决我的关于如何描述组织的问题

### 我发现了体视学

70年代初期我偶然看到几篇文章和一本由不久去世的Ervin E. Underwood所撰写的专著《定量体视学》（1970年由Addison-wesley出版公司出版）。这是我一生中对显微组织量化感兴趣的起点，也是我和这位富有魅力的Ervin Underwood先生长期友谊的起点。

体视学不同于用来测量渗层深度、镀层厚度或颗粒尺寸的标准计量学技术，它是用来量化基体显微组织的。显微组织测量是在三维不透明金属的二维抛光平面上进行的。体视学将这些二维的测量结果转换为对三维显微组织参数的估算。大多数操作使用起来都非常简便，但是对于它的有效性还要有一些特殊的开考虑。

金相技术人员通常进行计量学类型的测量，例如，测量渗层深度，脱碳层、镀层或涂层厚度。将尺子放在组织上，就可以测量出垂直于表面的厚度或深度。例如，ASTM E 1077标准就叙述了使用这种测量方法测量钢试样的脱碳层。

### 术语命名法

由于体视学的同一参数使用不同的数学符号而造成的混乱，使体视学的应用受到阻碍。为了使这个问题减到最小，国际体视学学会推广了一个标准术语命名法。随着新方法的不断发展。一些基本的符号如下：

P = 点  
L = 线  
A = 面积  
S = 表面  
V = 体积  
N = 数目

这些符号可以用不同的方式组合成不同的符号。例如 P 代表点分数，也就是网点位于所感兴趣的相中的分数。A 和 S 代表的东西，看起来好像是一样的，但是 A 用来代表平的表面，S 则代表曲面。这样，SV 就代表单位体积内的晶界表面面积。NA 代表单位面积的颗粒数目，NV 则代表单位体积的颗粒数目，

### 相的比例

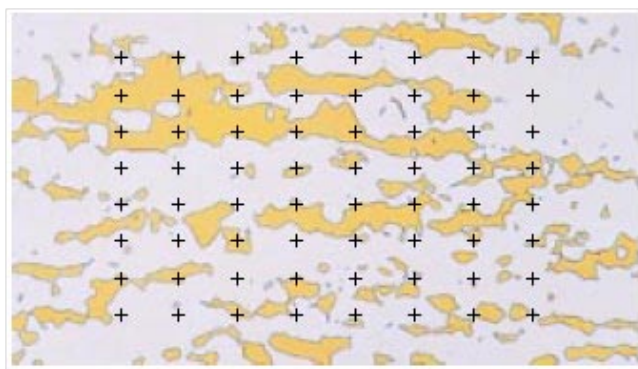
最常见的一种测量就是测量相的含量，它可以用三种不同的方法来测量。德莱塞 (Dellese) 于 1848 年研究出的面积分析法指出，一个相在二维平面上的面积百分数等于其体积百分数，即  $A/A = V/V$ 。然而，测量第二相的面积是一项冗长且乏味的工作，除非第二相相当粗大。罗西瓦尔 (Rosival) 与 1898 年研究出的线分析法指出，在一个二维平面上，测试线在一个相中的线分数等于其体积分数，即  $L/L = V/V$ 。用这个方法测定比较容易，但还是颇为费时。

从大约 1930 年开始，在不同领域和不同国家的几位科学家证明，测试网点位于所感兴趣的相内的百分数等于其体积百分数，即  $P/P = V/V$ 。在以上三种方法中这是最有效的技术；也就是说如果用手工操作的话，这个方法费时最少，而且精度最高。在 ASTM E 562 (以及 ISO 9042) 标准中全面地叙述了点计数技术。图像分析仪基本上也使用了相同的操作步骤；也就是说，一个相的含量 (通常称为面积分数或体积分数，即使实际上是点分数) 是由位于所感兴趣的相内的图像单元 (即像素) 数除以像素总数，即  $P/P$ ，来确定 (通常用百分数表示)。

### 点计数实例

ASTM E 562 中叙述了测定第二相组成物含量的点计数步骤。将一个由间隔有规划分布的点组成的网格 (例如每行有 10 个间隔相等的点，共有 10 行) 叠放在显微组织上，这个网格可以放在目镜的网格座上或是画在一张塑料片上再放在玻璃投影屏的上面或下面，也可以放在 TV 监视屏上。通常是画出一系列相互垂直相交的细线，每两条线的交点就构成了点。这样做的原因是由于实际的点很不容易看清楚。通常手工点计数的最佳点密度有 3/

VV 确定，其中体积分数用分数而不是百分数表示。如果体积分数为 0.5 (50%)，则网格的最佳密度为 6。反之，如果体积分数为 0.01 (1%) 则网格的最佳密度为 300。点分数是位于所感兴趣的相内的点数与网格总点数的比值。有些人喜欢在所有的工作中都使用 100 点的网格，因为这样就不需要做除法了。位于界面的点按 1/2 计算。为了获得最佳手工操作结果，我们需要更多的视场，而每个视场的测量所费的时间应尽量短。视场之间的差异对测量精度的影响要大于某一给定视场的计数精度。



上图的显微组织示出 Muntz 黄铜 (Cu-40%Zn) 中的  $\beta$  相，它是用 Klemm I 号试剂择优染色的，而  $\alpha$  相则不受影响—这是进行点计数的理想条件。由于  $\beta$  相的含量少于  $\alpha$  相，我们就对位于经过染色的  $\beta$  相内的点计数。 $\alpha$  相的含量则为  $100 - \beta\%$ 。正如图中所示的，我们把一个有 64 个点的测试网格 (每行 8 个点，共 8 行) 叠放在这个显微组织上，其中有 15 个点位于  $\beta$  相内，4 个位于相界面上。因此，点分数 (即体积分数) 为  $17/64 = 0.266$  或 26.6%。

点计数网格可以随机叠放在显微组织上数次，因此点分数是从数个视场的测定结果得出的。为了获得 10% 的相对精度所需的视场数与体积分数乘反比 (体积分数愈小，所需视场数愈多，即所用网点总数愈多)。

### 晶粒度

晶粒度或许是最常用的显微组织测量，尽管根据评级图进行评定比实际测量更常使用 (但是这一点正在改变)。近期 ASTM 举办的实验室间的对比试验表明，根据评级图对晶粒度进行评定带有偏见，也就是说，得出的晶粒度号要比实际值偏低 0.5 到 1 级 (参见 ASTM E 112-96 标准的附录 X1)。如果有同一人员操作，采用面积法而不是截距法，就不存在偏见。

ASTM晶粒度号数G的定义如下:

$$n=2G-1$$

式中n为100X时每平方英寸的晶粒数。为了将n换算成N (1X 时每平方毫米的晶粒数), 可将n乘以15.5。ASTM的四种晶粒度评级图给出不同类型晶粒组织的评级系列。

晶粒度可以用面积法或截距法测定。在面积法中, 要数出完全位于一个已知面积的圆中的晶粒数, 以及该圆相交的晶粒数的一半, 从而得出NA可以得出G。当用手工方法操作时, 这个方法比较慢, 因为在计数时, 为了获得准确的计数, 必须对数过的晶粒做出标记。

在截距法中, 可以将一些直线或圆叠放在显微组织上, 然后对晶界与线相交的截点数或晶粒数与线相交的次数进行计数, 分别得出P或N。将P或N除以测试线的长度LT, 即可得出PL 或NL。这两个参数对于单相组织来说, 就分别是单位长度测试线的截点数或相交的次数。PL 或NL 倒数就是平均线性截距l

$$l=1/NL=1/P L$$

这个参数可以转换为G值, 因此它也是晶粒度的一个量度。截距法可以用少的时间获得可以接受的测量精度(相对精度<10%), 因而比面积法更为有效。在ASTM E 112标准中, 对这些方法有完整的叙述。1995年批准了对E112标准的重要修订。

### 晶粒度的测定示例

ASTM E 112标准叙述了用手工方法测定具有单一晶粒度分布的组织的晶粒度, 而ASTM E 1382标准则针对用图像分析测定晶粒度。需要指出的是, ASTM E 112标准曾在1995年进行过重要修订(1996年还有一些小的变动), 因此最还参看最新的版本。晶粒度既可以用面积法测定, 也可以用截距法来测定。在以下示例中, 为了, 举例说明这些方法, 我们将步骤略为简化。为了获得具有统计意义的结果, 应当再多取一些视场。

在面积法中ASTM标准建议使用一个直径79.8mm的圆(面积为5000平方毫米)并将其随机叠放在晶粒组织上。为了准确获得位于圆内的晶粒和与圆相交的晶粒计数, 我们必须在计数时在画有圆的透明片上对数过的晶粒做出记号, 这样就使这个方法变得很慢。同时, 我们还必须知道图像的放大倍数。下图示出一个经过染色腐蚀的低

碳钢在200倍时的晶粒组织。为了举例说明这个方法, 将一个直径64.4毫米的圆叠放在这个组织上, 一共有44个晶粒位于圆内, 用(n圆内 表示); 另有34个晶粒与圆相交, 用n相交表示。每平方毫米内的晶粒数NA 可用下式算出:

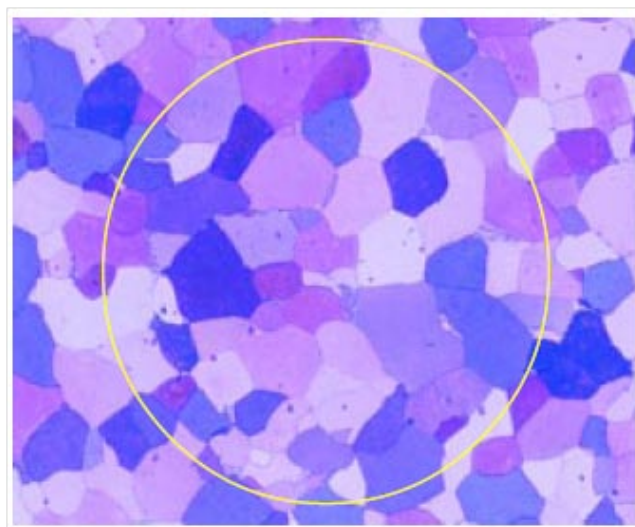
$$NA =f \{ n_{\text{圆内}} +1/2(n_{\text{相交}}) \}$$

式中乘数f可从(M2/圆面积)算出, 式中M为图像的线放大倍数, 在本例中

$$NA =12.28 \{ 44 +1/2(34) \}=749.1 \text{晶粒/平方毫米}$$

得到NA 后, 就可以从E 112-96 标准中的以下公式计算出ATSM晶粒度号数G

$$G=\{3.322 (\log_{10} NA ) -2.954\}=6.6$$



ASTM晶粒度号数还可以用激将法得出, 即数出测试线与晶粒相交的次数N或是与晶界相交的点数P。ATSM标准建议采用长度500毫米的三个同心圆环。为了举例说明这个方法的原理, 我们使用上图和图中的一个圆环。与这个圆相交的晶粒数N。为了计算每毫米的相交数NL 我们将N除以圆的实际长度(即圆周)。由于圆的直径64.4毫米, 其周长为πD, 即202.3毫米。实际长度202.3毫米除以放大倍数M。即1.01毫米。因此, 每毫米测试线所交的晶粒数位NL =N/ NT =34/1.01=33.6个。

为了计算出晶粒度，首先应测定平均截距长度 $l$ ，它等于 $NL$ （或 $PL$ ，即单位长度测试线与晶界相交的点数）的倒数。因此， $l=1/33.6=0.0298\text{mm}$ ， $G$ 可以从E112-96标准中的下列公式计算出

$$G=\{-6.644(\log_{10} l)-3.288\}$$

式中 $l$ 的单位为毫米。在本例中， $G=6,85$ 。由于以上两种使用三维晶粒组织的不同几何参数，因此无法得出完全相同的数值，但是二者仍很接近，通常都在测量精度范围内。在实际操作中，为了获得对晶粒度的良好评估，我们应当再若干个视场中重复上述测定。

### 间距

第二相颗粒（例如钢中的碳化物或夹杂物，或是铝合金中的金属间化合物颗粒）之间的间距对机械性能和成型性都有影响。高碳钢（例如钢轨）中珠光体的片层间距就是一个特例，间距的细化能同时改善强度和韧性。

只要测定了参数 $NL$ （单位长度参数线与颗粒相交的次数），就可以很容易地得出间距。颗粒中心至中心的平均间距，有时用 $\sigma$ 表示，可以从下式得出：

$$\sigma=1/NL$$

这一数值并不是最邻近距离，而是沿测试线方向（可以随机放置，也可以放在某些择优方向，例如沿厚度方向）

如果第二相的含量是用点计数法测定的，则颗粒的边缘至边缘平均距离，又称 $\lambda$ （或平均自由程，MEP），可由下式算出：

$$\lambda=(1-PP)/NL$$

式中 $PP$ 为一分数而不是百分数。这是一个非常有用的组织敏感参数。

通过简单的减法（ $\sigma-\lambda$ ）而无需测量任何颗粒，我们就可以得出第二相颗粒的平均截距。此外，如果我们测出在了一个已知面积内的颗粒数 $NA$ （包括与视场边缘相交的颗粒数的半数），我们就可以通过下式得出颗粒的平均截面面积 $A$

$$A=PP/NA$$

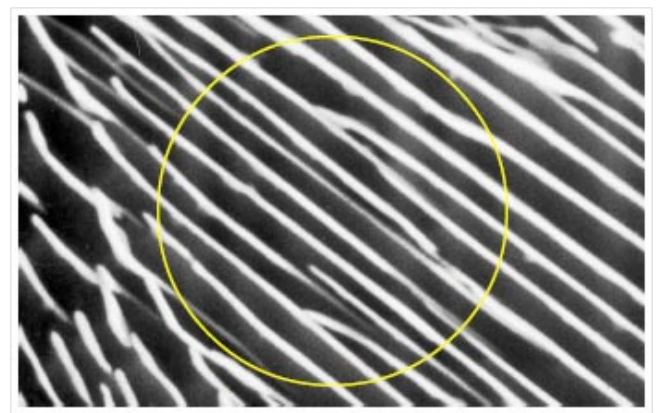
式中 $PP$ 是第二相的点分数（用分数而不是百分数表示）因此第二相的平均尺寸就可以用手工方法测出，而不必实际去测出这些颗粒。采用现代图像分析仪，可以快速简便的对颗粒进行逐个测定。除了可以得出颗粒的平均尺寸，图像分析还可以得出颗粒大小的分布。

在测定珠光体（或任何共晶体或共析体）的片层间距时，通常可使测试线垂直于片层组织，然后测定碳化物与测试线相交的次数，然而，由于片层组织与表面的交角不同，最好是测定平均随机间距 $\sigma_r$ ，而不是平均定向间距 $\sigma_d$ 。采用随机取向的测试线（或是曲线或是圆环）测出 $NL$ ，就可以得出平均随机间距。有了平均随机间距，就可以很容易由下式计算出平均真实间距 $\sigma_t$

$$\sigma_t=\sigma_r/2$$

在过去，平均定向间距 $\sigma_d$ 是从观察到的间距的珠光体领域测出的，这个参数就被认为是真实间距。这个技术对于等温形成的珠光体（而不是连续形成的珠光体）是比较好的。然而，寻找最细珠光体领域所花费的时间愈长，所测定的珠光体领域就愈细！也就是说，所获得的 $\sigma_d$ 值取决于寻找最细珠光体领域所花费的时间，即使是对于等温形成的珠光体也是如此。在寻找最好或最差视场条件所花费的努力所花费时间影响最大，而且结果既没有重现性，也不精确。

### 片层间距示例



上图所示的显微组织是一个大约含0.45%C的热轧钢显微组织，试样用4%苦味酸酒精溶液腐蚀并用扫描电子显微镜拍摄的二次电子像（试样垂直于电子束），放大倍数为17800X。将一个直径为49.7mm的圆片放在片层组织上，然后测出测试线与碳化物片相交的次数N。N的数值则可由N（在本例中为23）除以测试线的真实长度 $\pi D/M$ ，式中D为圆的直径，即49.7mm，M为17800X。因此，NL为2622，即测试线每毫米长度与碳化物相交的次数。平均随机间距 $\sigma_r$ 可由下式算出

$$\sigma_r = 1/NL = 0.381 \mu m = 381nm$$

平均真实间距 $\sigma_t$ 为 $\sigma_r/2=190.7nm$

### 统计分析

还可以进行其他测试，但是以上介绍的是一些最简单和最有用的，每一种都可以在试样抛光平面上的数个视场重复进行，从而可以得出平均偏差和标准偏差。测定的视场数目会影响到测量的精度。用手工方法进行测定很麻烦和费时，因此取样统计不够理想。图像分析消除了不当取样的大部分障碍。

95%置信区间是统计精度的一个很好的量度。这一参数定义了围绕平均值范围的大小，即如果再测定100次，95次的平均值将在此范围。例如，平均体积分数为 $10\% \pm 2\%$ 意味着，在100刺耳的测定中，95%次的平均值在8%至12%之间，95%置信区间CI由下式确定：

$$95\%CI = ts/n^{1/2}$$

式中t为一个因子，它是所需置信区间水平和测定次数n的函数，其数值可以从一些标准教科书或一些ASTM标准中查到，s是标准偏差，测定的结果相对精度RA可由下式确定

$$\%RA = 100(95\%CI)/X$$

式中X为测定的平均值。通常情况下，对于大多数工作，相对精度为10%或更小就可以了。

### 取样

到此为止，我们讨论了在一块试样的一个抛光平面上的测定工作。由于通常我们是与大量的材料打交道（例如一整个炉号的金属合金。许多材料。锻造等的批量热处理，或是一个大锻件或铸件），

一块试样在整个数量中未必具有代表性。通常又排除这种做法。

大多数情况下，取样是在预先规定的方便位置进行，例如在线材，厚板等的端部，或是在以后会进行大量的机械加工部位。在有些情况下，锻件或铸件预先留下一些多余的金属，然而，不适的取样或是从不具代表性的材料或位置取样都可能使测定结果的价值降级。

体视学的测定工作最好是在随机取样截面的显微组织上进行。这就意味着，在统计精度的范围内，任何取向的平面都会得出同样的数据。然而，对于某些材料，显微组织因测试平面而异。一个经典的例子就是轧制钢中的夹杂物，它是沿变形方向择优地被拉长了。如果沿垂直于变形轴的方向（即横向截面）取样，夹杂物就象球状颗粒；如果沿垂直变形轴的方向（即纵向截面）取样，则夹杂物就象长而薄的棒或断续的条状物。如果在这两种截面上进行测定，我们得到的NA值，它们的长度（或直径），间距，甚至体积分数都会不同。因此，如果我们想要表征其三维特性，就必须在三个主截面上进行测定，然后取平均值。在实践中，真正的三维特性并不一定需要，测定工作在一个标准取向的测试面上进行，这个测试面能够得出可用于质量控制和材料对比的数据。这就是ASTM E 1245标准中所采用的步骤。

### 试样制备

如果我们想获得精确的和没有偏见的测定结果，我们所制备的试样必须能显示出真实组织，一般说来，制备好的试样最好的试样最好只是显示出所需的那部分组织细节。这样，眼睛所看到的只限于所需的部分，而没有其他信息，以免掩盖所需要的那部分。在研究夹杂物，金属间化合物，或其他反射率或色彩不同于基体的组成物时，试样就不要进行腐蚀。为了测定基体相，可以使用一种只显示所感兴趣组成物的腐蚀剂。例如，对于碳钢，可以使用苦味酸酒精溶液腐蚀。并对铁素体或珠光体产生不均匀腐蚀，使点击数更加困难和必精确。

利用体视学定律对显微组织进行测定的前提是，经过腐蚀的试样表面任然保持为平面。对于非平面的表面（曲面），以及用透射光或电子束来进行测定，也有一些规则，但是在使用时要困难得多。在进行显微组织测定时，表面必须是平的，腐蚀深度应该尽量浅（不要过度腐蚀！）。深腐蚀会显著地改变第二相的表观含量，以及它的尺寸和间距。要记住，良好的试样制备是获得良好的数据的必要条件。

## 结论

尽管几乎所有重要的用来测定基体显微组织的体视学定律都已众所周知, 并可从UNDERWOOD博士1970年出版的专著和其他著作中查到, 这些定律的应用主要局限于研究工作中, 由于用手工方法进行测定太费时, 工厂的金相技术人员在生产中很少采用这种方法.

