

## 制作一种高硬度高强度高温合金的扫描电镜样品

**选材：**选用一种高强度镍基高温合金，样品如图 1 所示。



图 1 单晶高温合金棒

### 仪器选用：

- (1)切割设备：小型金刚石线切割机 STX-202A、 $\phi 0.42$  mm粗的金刚石线，如图 2 所示。
- (2)加热辅助设备：MTI-3040 加热平台、树脂陶瓷垫块、石蜡，如图 3 所示。
- (3)研磨设备：由于所要磨抛的样品较小，且数量不多，因此我们选用 UNIPOL-802 自动精密研磨抛光机，如图 4 所示。
- (4)抛光物品：选用毛呢抛光垫、金刚石喷雾抛光剂，如图 4 所示。
- (5)清洗设备：VGT-1620QTD 超声波清洗机，如图 5 所示。
- (6)腐蚀液：硫酸铜盐酸溶液配比为： $\text{CuSO}_4$  (4g) +  $\text{HCl}$  (20ml) +  $\text{H}_2\text{O}$  (20ml)，配置好的溶液如图 6 所示。



图 2 STX-202A 金刚石线切割机



图 3 MTI-3040 加热平台



图 4 超声波清洗机



图 5 自动精密研磨抛光机



图 6 硫酸铜盐酸溶液



图 7 倒置金相显微镜

### 试样的切取：

首先将树脂陶瓷块和试样放在 MTI-3040 加热平台上加热，加热温度不超过  $90^{\circ}\text{C}$ ，用石蜡将试样棒粘贴在树脂陶瓷块上，待粘贴好的样品冷却后取下，装配到金刚石线切割机的载物台上，装配好的试样如下图 7 所示。用沈阳科晶自动化设备有限公司制造的小型金刚石线切割机 STX-202A 加  $\phi 0.42$  mm 粗的金刚石线将试样棒切割成 3 mm 厚的圆片，切割过程中用切割专用油对试样进行冷却，切割完

成的圆片如图 6 所示。由图 6 可见，用金刚石线切割机切割出来的样品表面无用电火花线切割机切割时由于热灼伤所产生的氧化皮，且切割后的表面平行度好，更有利于下一步的磨抛过程的进行。

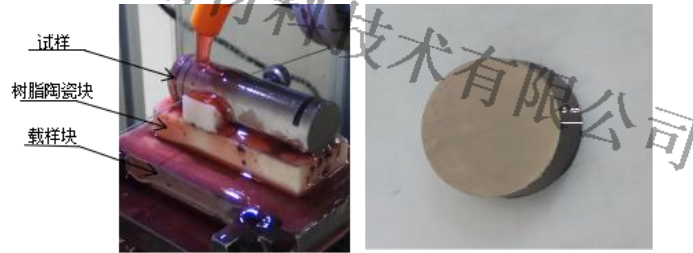


图 7 装配好的试样及切割后的试样片

### 试样的研磨：

取自动研磨抛光机专用载物块放到 MTI-3040 加热平台上预热，预热后将石蜡均匀涂抹在要粘贴试样片的位置，试样片应均匀分布在载物块的圆周上，保证载物块上的每个试样片受力均匀，这样在磨抛过程中不会将试样片磨偏。将载物块从 MTI-3040 加热平台上移下，在试样上方放上擦镜纸，压上具有一定重量的压块，保证所有的试样片粘贴在同一高度，取压块的时候由于有擦镜纸的阻隔不会将试样片粘掉，粘贴好的试样片如图 8 所示。将粘贴后的载物块放到研磨抛光机上，研磨抛光机的摆臂上的胶轮放在修盘环的中线位置，这样在磨削过程中，机器运转时试样随着研磨盘公转的同时也随着修盘环进行自转。修盘环在随着研磨盘旋转时要稍微转出研磨盘一点，使试样在随研磨盘公转的时候有较大的线速度，缩短试样的研磨时间。但不可转出过多，过多容易使试样转出研磨盘，不利于试样的磨削，甚至会损坏试样，放置在研磨抛光机上的试样如图 9 所示。载物盘外面套的修盘环不仅能对砂纸上的砂粒进行修磨，还充当了轴套的功能，促进载样块的转动。在对试样进行研磨时首先用 150#砂纸将样品表面磨平，之后依次使用 200#、400#、600#、800#、1000#、1200#、1500#、1800#、2000#砂纸对试样进行研磨。研磨过程中水滴速度不可过快，保持砂纸表面湿润即可，过多的水分会使砂纸与试样间产生一层水膜，会减慢试样的磨削速度。一般保持 3~4s 滴一滴即可，自动研磨机的转速也无需很大，一般 40-50 转的速度可以保证一个较大的磨削力。若想进一步增大试样的磨削速率，可以适当增加试样的受力，这时可以在载样块的上面增加一定重量的压块，但压块的重量也不可过大，以不影响机械摆臂带动试样自由旋转为益。



图 8 装配好试样的载物盘及载物盘外套的修盘环

工作中的自动研磨抛光机

需要注意的是，在每研磨完一道砂纸进行下一道砂纸的更换时都要将上一道工序中用到的所有物品清洗干净，包括试样、研磨盘、修盘环以及研抛底片，接下来要进行研磨的砂纸也应清洗干净，以免带进来污染物，对试样表面造成较深的划痕以致在以后的工序中不好去除。

#### 试样的抛光：

试样在进行抛光前要将研磨盘、试样、抛光布都彻底清洗干净，保证抛光时不会在试样表面产生新的划痕而使以前的工作白做。试样抛光时采用呢子抛光布，抛光剂选用金刚石喷雾抛光剂，将抛光剂从研磨盘的中心喷至边缘，保证研磨盘在旋转的过程中抛光剂会在抛光布上面均匀分布。抛光时间不易过长，过长的抛光时间会使试样表面较软的相抛掉，致使试样表面出现小坑。如果试样表面硬度一致，过长的抛光时间易使试样表面出现浮凸现象。因此，抛光过程中应经常观察样品的表面形貌，一般两三分钟应观察一次，以免试样抛光过头或抛光时间不够。图9为抛光后的试样的表面，用肉眼观察可以看到，样品表面光亮如镜。将载样台放置于加热平台上，待粘贴试样的石蜡融化后将试样取下，用酒精擦拭干净。



图9 抛光后的试样图片

#### 试样的清洗：

将酒精清洗过的试样片放入一个小烧杯中，倒入一定量酒精，酒精应刚好没过试样为宜，将装有试样的小烧杯放入到VGT-1620QTD超声波清洗机中，在超声波清洗机的槽内添加少量的水，能使小烧杯轻微飘起即可，用超声波对试样清洗10min，清洗试样中的超声波清洗机如图10所示。



图10 清洗试样中的超声波清洗机

取出清洗后的试样片用电风吹干，把试样放到显微镜下观察，看到抛光的单晶高温合金试样表面平整光滑且无划痕，光镜下未经抛光的样品的表面形貌如

图 11 所示，说明 UNIPOL-802 自动精密研磨抛光机研抛的试样质量很高，且省时省力。

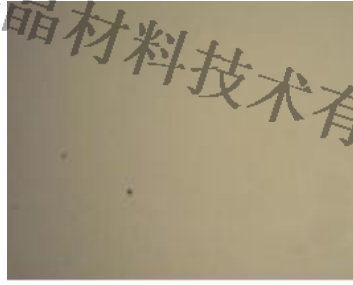


图 11 光镜下未经腐蚀的样品的表面形貌

#### 试样的腐蚀:

抛光后的样品用镊子夹住，放到硫酸铜盐酸溶液中腐蚀 4-8s，取出后用清水冲洗干净，再用酒精冲淋后用电风吹干，吹干后放到显微镜下可清楚观察到腐蚀后的样品表面的网格状形貌，光镜下观察到的腐蚀后的样品表面形貌的图片如图 12 所示。

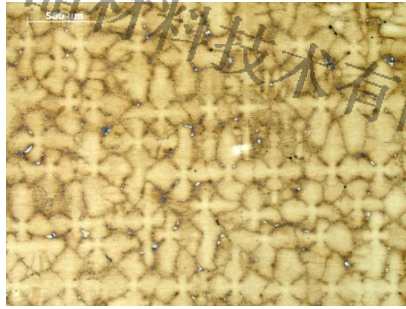


图 12 光镜下观察到的腐蚀后的样品表面形貌

将腐蚀后的样品放到扫描电子显微镜下放大 2 万倍后观察，可见基体的表面形貌十分清晰，这是典型的镍基单晶高温合金的网格状形貌，扫描电镜下观察到的样品表面的形貌如图 13 所示。说明自动研磨抛光机研磨出的样品表面状态非常好，且研磨纸、抛光液、抛光布、腐蚀液的选择都适合于这种镍基单晶高温合金，因此经过这些工序处理后在电镜下观察才会得到如此清晰的形貌。

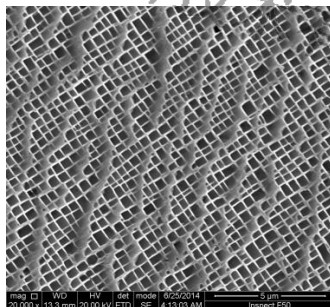


图 13 腐蚀后的样品在扫描电镜下的形貌特征