

贵金属及其合金的金相试样 制备方法

本标准适用于贵金属及其合金金相试样制备。

一、试样的截取

1. 试样截取的方向、部位应在工艺上具有代表性，应能表征材料内部的特征，如实反映材料内部最大的变化。取样的方向、部位随观察研究的目的而定。

(1) 铸锭：应在锭头、锭尾取样，或截取垂直于模壁的横截面。

(2) 热加工和冷加工金属：应同时截取横截面或纵截面。

(3) 线（丝）、带材：应分别在两端取样。

2. 截取垂直于材料主轴的横截面，可以观察：

(1) 从表面到心部组织的变化。

(2) 夹杂物沿整个截面的分布。

(3) 表面缺陷的深度。

(4) 镀层、覆层的厚度和细节。

3. 截取平行于材料主轴的纵截面，可以观察：

(1) 沿纵切面内部组织的变化。

(2) 夹杂物的形状、大小和数量。

(3) 形变过程中晶粒形态的变化。

(4) 带状、纤维组织等。

4. 分析断裂或其它失效的情况，应在断裂或其它失效的地方取样。在许多情况下，还应截取一个完好的截面作对比。

5. 正常生产中的半成品及成品的常规检验，试样截取的部位和数量，应在工艺规程或技术条件中规定。

中华人民共和国冶金工业部 发布
冶金工业部情报标准研究所 提出

1979年7月1日 实施
冶金工业部贵金属研究所 起草
上海有色金属研究所

6. 试样截取必须采用最适合的方法, 尽量避免因截割造成贵金属的损耗或引起金相组织变化。根据材料软、硬、粗、细、厚、薄可采用手锯、仪表锯、砂轮片、电火花切割, 也可以剪刀剪取。截取试样时, 必须垫上干净的纸张, 回收贵金属粉末。

二、试样的镶嵌

7. 形状和大小适合的试样, 可直接进行磨制、抛光等操作, 但贵金属经常是过于细小和形状特殊的金相试样, 因此, 试样必须进行镶嵌。

8. 镶嵌料选择的原则:

(1) 镶嵌料与试样必须结合紧固, 两者之间不允许有缝隙。

(2) 镶嵌料的硬度应与试样硬度相近, 以免磨制时产生台阶或脱落。

(3) 镶嵌料必须耐强酸、强碱腐蚀。采用电解抛光或电解浸蚀的试样, 镶嵌料必须为非导电物质。

(4) 无论采用化学浸蚀、电解浸蚀或电解抛光的试样, 都不应采用低熔点合金作镶嵌物。

9. 试样的镶嵌方法:

(1) 热镶法: 采用热塑料或热凝性塑料, 如采用聚氯乙烯, 将其注入置有金相试样的钢模中, 然后置入镶嵌机上加热、加压, 待冷却后脱模即可。

(2) 冷镶法: 不能受热、受压的金相试样, 采用冷镶法。冷镶法是将金相试样置于模子中, 注入冷镶剂, 冷凝脱模。如采用“自凝牙脱水”和“牙托粉”, 调匀呈糊状后立即注入模内。

10. 极细的丝材或薄片, 为了获得垂直切面的金相磨面, 可用成型的塑料镶样板, 在板上钻一小孔, 插入丝材, 用电烙铁热封镶接; 或对半锯开, 放入薄片, 热压镶接; 或压于两片有机玻璃中, 用氯仿胶合。

11. 电解抛光或电解浸蚀的试样, 还必须镶接导线。在镶嵌试样的塑料板反面, 钻一小孔, 将导线插入小孔使之与试样接触良好, 用电烙铁热封牢固。镶嵌细丝试样, 可将细丝从边缘引出作为导线。

三、试样的磨制与抛光

12. 无论未经镶嵌或已经镶嵌的试样, 经粗磨打平(但不要用力过大, 并防止发热), 然后按砂纸粗细顺序逐次磨制。更换砂纸时, 磨面磨制方向应与前一号砂纸留下的磨痕方向垂直。试样和操作者的双手均应用水冲洗干净。除手工磨

制外，可采用机械磨光。手工磨光的规则，同样适用于机械磨光操作。

13. 试样的抛光：经砂纸磨制后的金相试样，还应进行抛光。抛光分为机械抛光、化学抛光和电解抛光。

机械抛光，是广泛采用的一种抛光方法。细磨以后的金相试样，经水冲洗，可置于覆有抛光丝绒的抛光盘上进行预抛和多级精抛。

抛光磨料的选择因条件制宜，可选用粒度不同等级的氧化铝粉、氧化镁粉和氧化铬粉，有条件时，可采用钻石膏。抛光贵金属试样，抛光转速宜低。

14. 电解抛光：一些借助于机械抛光难于获得满意结果的软金属（如纯金、纯银、纯铂）可采用电解抛光。电解抛光的磨面不易产生变形层、划伤等疵病，适用于要求高质量金相磨面的制备。电解抛光方法有两种：

(1) 交流电抛光：铂和铂基合金，应采用交流电抛光（50周/秒）。

(2) 直流电抛光：金和银及它们的合金，可采用直流电抛光。

无论交流电或直流电抛光，都是通过恰当的选择电解液成分，正确地调整温度、电压、电流密度、时间等参数，借助于金属的电化溶解，获得平滑的高质量抛光表面。

15. 电解抛光金、银、铂及其合金，有条件者，最好采用电解—机械联合抛光，即电解抛光的同时，辅以机械抛光，达到消除机械抛光磨面的变形层和电解抛光引起的浮凸，获得高质量的抛光表面。

四、试样金相组织的显示

16. 抛光完毕后的金相试样，经显微镜检查合格，便可进行显微组织的显示。

17. 浸蚀方法的选择，视金属性质和研究目的而定。

(1) 化学浸蚀：将化学浸蚀剂盛入玻璃皿中，可采用浸入浸蚀法、或棉球擦拭法。浸蚀深度根据试验目的、放大倍数而定。有些贵金属及其合金经化学浸蚀后试样表面容易产生沉淀物或薄膜，可采用适合的化学去膜剂去膜。

(2) 电解浸蚀：贵金属及其合金化学稳定性极高，有些难于用化学浸蚀，或者用化学浸蚀不够理想者都宜采用电解浸蚀。电解浸蚀根据不同的金属与合金选用交流电电解浸蚀或直流电电解浸蚀。

纯铂、纯铱、纯铑等及其合金，宜用交流电电解浸蚀。将试样浸入电解浸蚀剂中作为一极，接通电源，调节电压或电流密度进行浸蚀；金及其合金宜用直流电电解浸蚀。电解浸蚀的时间视金相组织显示清晰而定，一般由数秒到几十分钟。

18. 化学浸蚀或电解浸蚀完毕后，都须经流动水细心冲洗，再用酒精清洗吹

干，才能用显微镜观察。

19. 高温金相用试样，可将试样抛光完毕后，或者先经轻微腐蚀，置入高温台上，在高温真空下进行“热蚀”，直接显示组织。

20. 夹杂物的检定，在某些情况下，磨片可不经浸蚀即用显微镜观察。

附录一

贵金属及其合金的电解浸蚀液

序号	试 剂	使用范围	适用范围
1	KCl过饱和水溶液 400毫升 HCl 几滴	直 流 电：0.07~0.09安/厘米 ² 阳 极：不锈钢 电解—机械联合抛光 时 间：2~3分钟	纯金的电解抛光和电解浸蚀
2	硫酸 8~10克 硫酸 12毫升 乙酸 40毫升	直 流 电：10~15伏 时 间：10~60秒	金基合金的电解浸蚀
3	Na ₂ S ₂ O ₃ 20克 H ₂ O 400毫升	直 流 电：0.8~1安/厘米 ² 阳 极：不锈钢 电解—机械联合抛光 时 间：0.5~1.5分钟	银及其合金的电解抛光和电解浸蚀
4	王水	交 流 电：6伏 另一电极：石墨	铂及其合金、铱及其合金的电解浸蚀
5	HCl 20毫升 NaCl 25克 H ₂ O 65毫升	交 流 电：6伏 另一电极：石墨 时 间：1分钟	铂、铂钎、铂铱合金的电解浸蚀
6	HNO ₃ 8.3毫升 HCl 25毫升 H ₂ O 66.7毫升	交 流 电：6~10伏 电流密度：1.5~2.0安/厘米 ² 时 间：8~10分钟 另一电极：纯铂	铂、铱的电解浸蚀
7	HCl 25毫升 甘油 5毫升 H ₂ O 70毫升	交 流 电：6伏 另一电极：石墨 时 间：30分钟	铱及铱铱合金的电解浸蚀
8	次氯酸钠溶液	直 流 电：10~15伏 时 间：15~20秒	银基、钎基合金的电解浸蚀

附录二

贵金属及其合金的化学浸蚀剂

金属	浸蚀剂	使用要点和适用范围
金和金合金	HCl 60毫升 HNO ₃ 40毫升	冷的，浸入浸蚀。用于纯金
	CrO ₃ 1~5克 HCl 100毫升	棉球擦拭。用于浸蚀金和金合金
	HCl 1份 HNO ₃ 3份	浸入浸蚀。用于金合金
	溴酒精溶液	不同合金，不同浓度。用于金合金
	溴饱和水溶液	用于金—钯合金等
	A { (NH ₄) ₂ S ₂ O ₈ 10克 H ₂ O 100毫升 B { KCN 10克 H ₂ O 100毫升	A、B两种溶液分别储存，1:1混合立即使用。氰化钾剧毒！用于<90%贵金属的金合金
银和银合金	A { (NH ₄) ₂ S ₂ O ₈ 5克 H ₂ O 100毫升 B { KCN 5克 H ₂ O 100毫升	A、B两种溶液分别储存，1:1混合立即使用。氰化钾剧毒！用于纯银和银合金
	NH ₄ OH 50毫升 H ₂ O ₂ (50%) 10~30毫升	用于银、银钯、银焊料
	K ₂ Cr ₂ O ₇ 饱和水溶液 100毫升 H ₂ SO ₄ 2毫升 NaCl饱和水溶液 2毫升	1份溶液，9份水混匀。用于银合金、银焊料
	CrO ₃ 1克 H ₂ SO ₄ 1毫升 H ₂ O 200毫升	浸入数秒~1分钟。用于银合金、银焊料
	NH ₄ OH 25毫升 H ₂ O 25毫升 H ₂ O ₂ (3%) 50毫升	浸入浸蚀。用于银铜合金

续表

金 属	浸 蚀 剂	使用要点和适用范围
银和银合金	FeCl_3 2克 H_2O 100毫升	棉球擦拭。用于银焊料
铂和铂合金	王水或王水甘油	热的, 浸入浸蚀。用于铂、铂—银、铂—钯等合金以及一些钯含量低的铂钯合金
钨和钨合金	HNO_3 水溶液(1:1)	浸入浸蚀。用于钨和钨合金
	HCl 60毫升 HNO_3 40毫升	浸入浸蚀。用于>90%贵金属的钨合金
	CrO_3 1~5克 HCl 100毫升	棉球擦拭。不同合金采用不同 CrO_3 含量。用于钨合金
	A, 溴酒精溶液 B, 50% NH_4OH 50% H_2O_2	A溶液的浓度视不同的合金而变。采用A溶液浸蚀, 棉球擦拭, 立即用B溶液去膜, 反复进行多次
铁、钴、镍、钨基合金	次氯酸钠溶液	棉球擦拭