



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105510105 A

(43) 申请公布日 2016. 04. 20

(21) 申请号 201510832995. 2

(22) 申请日 2015. 12. 26

(71) 申请人 山东泰山钢铁集团有限公司

地址 271100 山东省莱芜市新甫路 1 号

(72) 发明人 王永胜 王宏霞 王俊海 张爽

吴月龙 宋文红

(51) Int. Cl.

G01N 1/30(2006. 01)

G01N 1/32(2006. 01)

G01N 21/84(2006. 01)

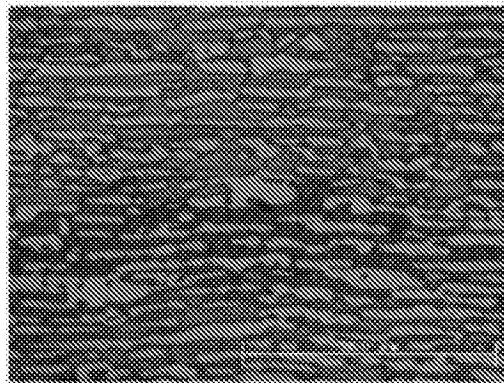
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

(54) 发明名称

利用金相染色和软件快速测定双相不锈钢相含量的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种利用金相染色和软件快速测定双相不锈钢相含量的方法,依次包括:粗研磨、细研磨、抛光、浸蚀、金相显微镜下观察;其特征在于:所述的浸蚀剂配比为:铁氰化钾 10 ~ 30g、氢氧化钠 10 ~ 30g、水 40 ~ 100ml;其试样浸蚀温度控制在 40 ~ 90℃,侵蚀 2 ~ 10 分钟,待试样表面呈现橘黄色时取出;在配置有摄像头的金相显微镜下进行组织观察,并用采集系统采集图像;再用金相检验分析软件,获得铁素体定量分析的彩色识别图,测得铁素体相面积百分比。该方法,能使双相不锈钢中的各相组织呈不同色彩,边界清晰,易于识别;对各相组织能有效进行定性和定量分析,且定量结果准确度高;浸蚀时间短、对比度大、操作简便。



1. 利用金相染色和软件快速测定双相不锈钢相含量的方法,依次包括:粗研磨、细研磨、抛光、浸蚀、金相显微镜下观察;所述的粗研磨为:试样经280[#]→400[#]→600[#]氧化铝水砂纸磨光,用水做润滑剂,研磨盘转速在100~150转/分;所述的细研磨为:将粗研磨好的试样冲洗干净,在玻璃板上分别经600[#]→800[#]碳化硅砂纸细研磨,在研磨时每换一次砂纸要将试样沿同一方向转动90度,并观察样品表面以确定研磨面状态;所述的抛光为:将细研磨好的试样冲洗干净,在抛光绒布上分别用2.5 μ m和1.0 μ m的金刚石抛光剂进行粗抛和细抛,抛光2~4分钟后,在金相显微镜下观察试样表面状态,确认试样表面无划痕;其特征在于:所述的浸蚀是采用配制的浸蚀剂浸蚀,所述的浸蚀剂成分配比为:铁氰化钾10~30g、氢氧化钠10~30g,置于烧杯中,加入水40~100ml搅拌均匀,即为配制的浸蚀剂;所述的浸蚀是:将抛光好的试样置入配制的浸蚀剂中,浸蚀温度控制在40~90 $^{\circ}$ C,侵蚀2~10分钟,待试样表面呈现橘黄色时取出,经热水冲洗、并用压缩空气吹干试样表面;所述的在金相显微镜下观察试样表面状态,是在配置有摄像头的金相显微镜下进行组织观察,试样随浸蚀程度的不同铁素体颜色会发生变化为黄色、黄绿色或红棕色,奥氏体为白色,用采集系统采集图像,在金相显微镜下观察得到金相组织照片;再用金相检验分析软件打开所采集的金相组织照片,获得铁素体定量分析的彩色识别图,测得铁素体相面积百分比,从而快速准确得出双相不锈钢中铁素体相含量。

2. 根据权利要求1所述的利用金相染色和软件快速测定双相不锈钢相含量的方法,其特征在于:所述的金相显微镜配备一套含有DP70图像采集软件的图像采集系统,观察到的图片能够实时采集;同时,安装OLYSLAMR2-JX金相检验分析软件对采集的图片进行定量分析,保证利用金相染色和软件快速测定双相不锈钢相含量。

利用金相染色和软件快速测定双相不锈钢相含量的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种利用金相染色和软件快速测定双相不锈钢相含量的方法,属金属材料分析领域,具体应用于双相不锈钢中铁素体相的定量测定。

背景技术

[0002] 双相不锈钢固溶组织中铁素体相与奥氏体相约各占一半,一般量少相的含量也需要达到30%。该类钢兼有奥氏体和铁素体不锈钢的特点,与铁素体相比,塑性、韧性更高,无室温脆性,耐晶间腐蚀性能和焊接性能均显著提高,具有超塑性等特点。双相不锈钢中铁素体相的含量、形貌、大小、存在状态等对其力学性能、组织、耐蚀性起着关键的作用,尤其是耐应力腐蚀破裂的性能与其铁素体和奥氏体相的比例有着密切的关系,因此测量铁素体的含量是双相不锈钢研制和生产中不可缺少的工作。

[0003] 金相法是测定双相不锈钢相含量的一种常用方法,因此准确显示双相不锈钢的显微组织是精确测定铁素体含量的前提。

[0004] 传统的腐蚀方法,其步骤如下:

1)、粗研磨:试样经280[#]→400[#]→600[#]氧化铝水砂纸磨光,用水做润滑剂,研磨盘转速在100~150转/分;2)、细研磨:将粗研磨好的试样冲洗干净,在玻璃板上分别经600[#]→800[#]碳化硅砂纸细研磨,在研磨时每换一次砂纸要将试样沿同一方向转动90度,并观察样品表面以确定研磨面状态;

3)、抛光:将细研磨好的试样冲洗干净,在抛光绒布上分别用2.5 μm 和1.0 μm 的金刚石抛光剂进行粗抛和细抛,抛光2~4分钟后,在金相显微镜下观察试样表面状态,确认试样表面无划痕;

4)、浸蚀:抛光好的试样置入王水中浸蚀60秒;

5)、在金相显微镜下观察,得到如图1所示的金相组织照片。

[0005] 从图1所示的照片上能看到铁素体相和奥氏体相的清晰边界,但两相之间衬度不够明显,用金相检验分析软件难以区分,不利于进行铁素体相含量测定,只能得到金相组织的灰度图像,各相之间由于衬度不够明显而难以区分,不利于准确快速定量分析。

[0006] 中国专利CN101936838B提供了一种贝氏体彩色金相染色剂和应用该染色剂的彩色显示方法,试剂组分组成:焦亚硫酸钠2.5-3.5g,硫代硫酸钠8-12g,水100g。其彩色金相显示方法按取样-磨样-抛光-配制染色剂-染色成膜-试样清理-彩色显微组织的观察与电子图像采集及对应黑白金相图像采集。能够明确区分钢中的残余奥氏体、贝氏体、铁素体板条间的奥氏体及铁素体。该方法将试样染色获得彩色的显微组织图像后,只能对各类组织进行定性分析,未涉及对各类组织的定量分析方法,无法获得各类组织的含量。

[0007] 中国专利CN104236980A介绍了一种“含残余奥氏体双相钢彩色金相染色剂及彩色染色方法”,由10~100g/L的片中亚硫酸钠的水溶液与20~60g/L的苦味酸酒精溶液按1:1混合,再加浓度为38%的浓盐酸0.2~1ml并搅拌均匀;侵蚀时间为3~10s;能够准确定量分析铁素体、马氏体、残余奥氏体、贝氏体显微组织,其中铁素体为蓝灰色或蓝绿色,马氏体为

黄色,残余奥氏体为亮白色,贝氏体为深褐色。该方法所采用的试剂只能侵蚀低合金含量的双相钢,不能腐蚀于高合金的双相不锈钢,试剂配制较复杂不易操作。

[0008] 中国专利CN102721594A介绍了“一种钨镍铁合金金相组织的观察方法”,所述的铁氰化钾和氢氧化钠混合水溶液中铁氰化钾的质量百分比浓度为3%~6%,氢氧化钠的质量百分比浓度为4%~7%,在磨制好的样品面擦蚀8s~20s,能清晰地观测出钨镍铁合金的金相组织,有效解决了钨镍铁合金很难获得清晰组织的问题,但该方法仅限于能够获得清晰的钨镍铁合金金相组织,未能准确地区分各组织的类型,对金相组织不能进行定性和定量分析。

[0009] 中国专利CN102419275A提供了“一种钼铌合金金相组织的观测方法”该方法将抛光好的试样用体积比为铁氰化钾:氢氧化钠=1-3:2溶液进行擦蚀,擦蚀时间为8-20s后,再用体积比为H₂SO₄:HN0₃:HF:HCL=1-2:1-1.5:1-1.5:0.5-1溶液进行侵蚀,侵蚀时间为2~6s,此方法能清晰地观察钼铌合金的金相组织,但该方法需分别经不同试剂的擦蚀和侵蚀,配制溶液所需试剂种类多,涉及易挥发、强腐蚀、强氧化性的酸液,增加了试剂配制的难度和危险性。

[0010] 双相不锈钢中铁素体相和奥氏体相的含量对力学性能和耐蚀性能都有很大的影响,为了设计出性能优良的双相不锈钢,研究双相不锈钢中相含量与性能的关系显得十分重要,这就要求能够有一种方法能够快速分辨出两相组织的类型,准确地测定相含量,对产品研究开发具有重要作用。

发明内容

[0011] 本发明的目的在于提供一种针对传统浸蚀剂腐蚀后组织对比度差、定量分析困难等缺点,利用配制专用浸蚀剂彩色金相侵蚀技术,染色后双相不锈钢中的铁素体为黄色或红棕色,奥氏体为白色,从而增加组织对比度的利用金相染色和软件快速测定双相不锈钢相含量的方法。

[0012] 为了达到以上目的,本发明所采用的技术方案是:该利用金相染色和软件快速测定双相不锈钢相含量的方法,依次包括:粗研磨、细研磨、抛光、浸蚀、金相显微镜下观察;所述的粗研磨为:试样经280[#]→400[#]→600[#]氧化铝水砂纸磨光,用水做润滑剂,研磨盘转速在100~150转/分;所述的细研磨为:将粗研磨好的试样冲洗干净,在玻璃板上分别经600[#]→800[#]碳化硅砂纸细研磨,在研磨时每换一次砂纸要将试样沿同一方向转动90度,并观察样品表面以确定研磨面状态;所述的抛光为:将细研磨好的试样冲洗干净,在抛光绒布上分别用2.5 μ m和1.0 μ m的金刚石抛光剂进行粗抛和细抛,抛光2~4分钟后,在金相显微镜下观察试样表面状态,确认试样表面无划痕;其特征在于:所述的浸蚀是采用配制的浸蚀剂浸蚀,所述的浸蚀剂成分配比为:铁氰化钾10~30g、氢氧化钠10~30g,置于烧杯中,加入水40~100ml搅拌均匀,即为配制的浸蚀剂;所述的浸蚀是:将抛光好的试样置入配制的浸蚀剂中,浸蚀温度控制在40~90 $^{\circ}$ C,侵蚀2~10分钟,待试样表面呈现橘黄色时取出,经热水冲洗,并用压缩空气吹干试样表面;所述的在金相显微镜下观察试样表面状态,是在配置有摄像头的金相显微镜下进行组织观察,试样随浸蚀程度的不同铁素体颜色会发生变化为黄色、黄绿色或红棕色,奥氏体为白色,用采集系统采集图像,在金相显微镜下观察得到如图2所示的金相组织照片;再用金相检验分析软件打开所采集的如图2所示的金相组织照片,获得铁素体定量分析的彩色识别图3,测得铁素体相面积百分比为67%,从而快速准确得出双相不

锈钢中铁素体相含量。

[0013] 本发明还通过如下措施实施：所述的金相显微镜配备一套含有DP70图像采集软件的图像采集系统，观察到的图片能够实时采集；同时，安装OLYSLAMR2-JX金相检验分析软件对采集的图片进行定量分析，保证利用金相染色和软件快速测定双相不锈钢相含量。

[0014] 本发明有益效果在于：该利用金相染色和软件快速测定双相不锈钢相含量的方法，与现有技术相比，具有以下优点：

- 1、使双相不锈钢中的各相组织呈不同色彩，边界清晰，易于识别；
- 2、对各相组织能有效进行定性和定量分析，且定量结果准确度高，在生产检验和基础研究中起着重要作用；
- 3、浸蚀时间短、对比度大、操作简便。

附图说明

[0015] 图1是采用传统浸蚀剂浸蚀后的双相不锈钢金相组织照片；

图2是采用本发明提出的浸蚀方法浸蚀后双相不锈钢金相组织照片；

图3是本发明定量分析时对双相不锈钢中铁素体相色彩识别图。

具体实施方式

实施例

[0016] 图2给出了本发明的一个浸蚀后金相显微镜下金相组织图片；图3给出了一个本发明对图2定量分析时铁素体相含量色彩识别图，测得铁素体相面积百分比为67%。

[0017] 该利用金相染色和软件快速测定双相不锈钢相含量的方法，依次包括：粗研磨、细研磨、抛光、浸蚀、金相显微镜下观察；所述的粗研磨为：试样经280[#]→400[#]→600[#]氧化铝水砂纸磨光，用水做润滑剂，研磨盘转速在150转/分；所述的细研磨为：将粗研磨好的试样冲洗干净，在玻璃板上分别经600[#]→800[#]碳化硅砂纸细研磨，在研磨时每换一次砂纸要将试样沿同一方向转动90度，并观察样品表面以确定研磨面状态；所述的抛光为：将细研磨好的试样冲洗干净，在抛光绒布上分别用2.5 μ m和1.0 μ m的金刚石抛光剂进行粗抛和细抛，抛光4分钟后，在金相显微镜下观察试样表面状态，确认试样表面无划痕；其特征在于：所述的浸蚀是采用配制的浸蚀剂浸蚀，所述的浸蚀剂成分配比为：铁氰化钾20克、氢氧化钠20克，置于烧杯中，加入水60毫升搅拌均匀，即为配制的浸蚀剂；所述的浸蚀是：将抛光好的试样置入配制的浸蚀剂中，浸蚀温度控制在90 $^{\circ}$ C，浸蚀2分钟，待试样表面呈现橘黄色时取出，经热水冲洗，并用压缩空气吹干试样表面；所述的在金相显微镜下观察试样表面状态，是在配置有摄像头的金相显微镜下进行组织观察，试样随浸蚀程度的不同铁素体颜色会发生变化为黄色、黄绿色或红棕色，奥氏体为白色，用采集系统采集图像，在金相显微镜下观察得到如图2所示的金相组织照片；再用金相检验分析软件打开所采集的如图2所示的金相组织照片，获得铁素体定量分析的彩色识别图3，测得铁素体相面积百分比为67%，从而快速准确得出双相不锈钢中铁素体相含量。

[0018] 本发明还通过如下措施实施：所述的金相显微镜配备一套含有DP70图像采集软件的图像采集系统，观察到的图片能够实时采集；同时，安装OLYSLAMR2-JX金相检验分析软件

对采集的图片进行定量分析,保证利用金相染色和软件快速测定双相不锈钢相含量。

[0019] 利用DP70图像采集软件,采集不同视场的10个图像,保存后用OLYSLAMR2-JX金相检验分析软件进行铁素体相定量分析,10个图像测量结果的平均值即为铁素体相含量59.5%。表1为铁素体相定量分析结果。

[0020] 表1 铁素体相测量结果

图像	铁素体含量(mm ²)	测量区域面积(mm ²)	铁素体含量百分比
1	0.007860	0.013178	59%
2	0.007758	0.013178	59%
3	0.008062	0.013178	61%
4	0.007949	0.013178	60%
5	0.007688	0.013178	58%
6	0.007700	0.013178	58%
7	0.007846	0.013178	60%
8	0.008071	0.013178	61%
9	0.007440	0.013178	57%
10	0.008214	0.013178	62%
平均	0.007869	0.013178	59.5%

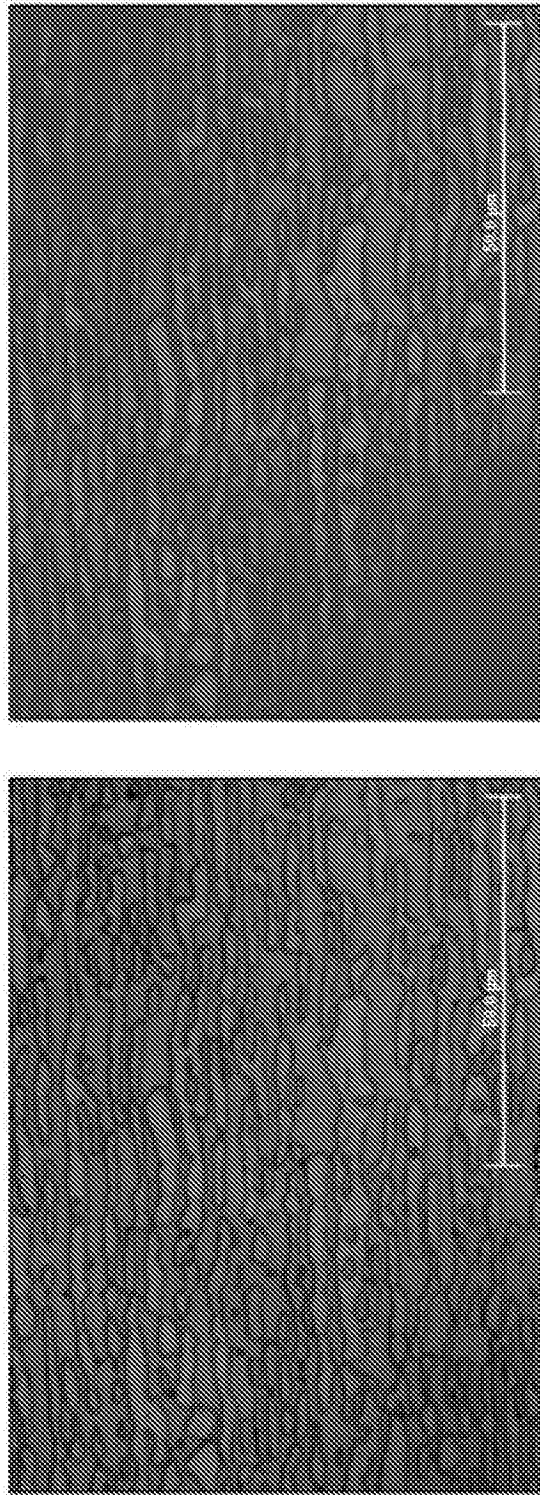


图1

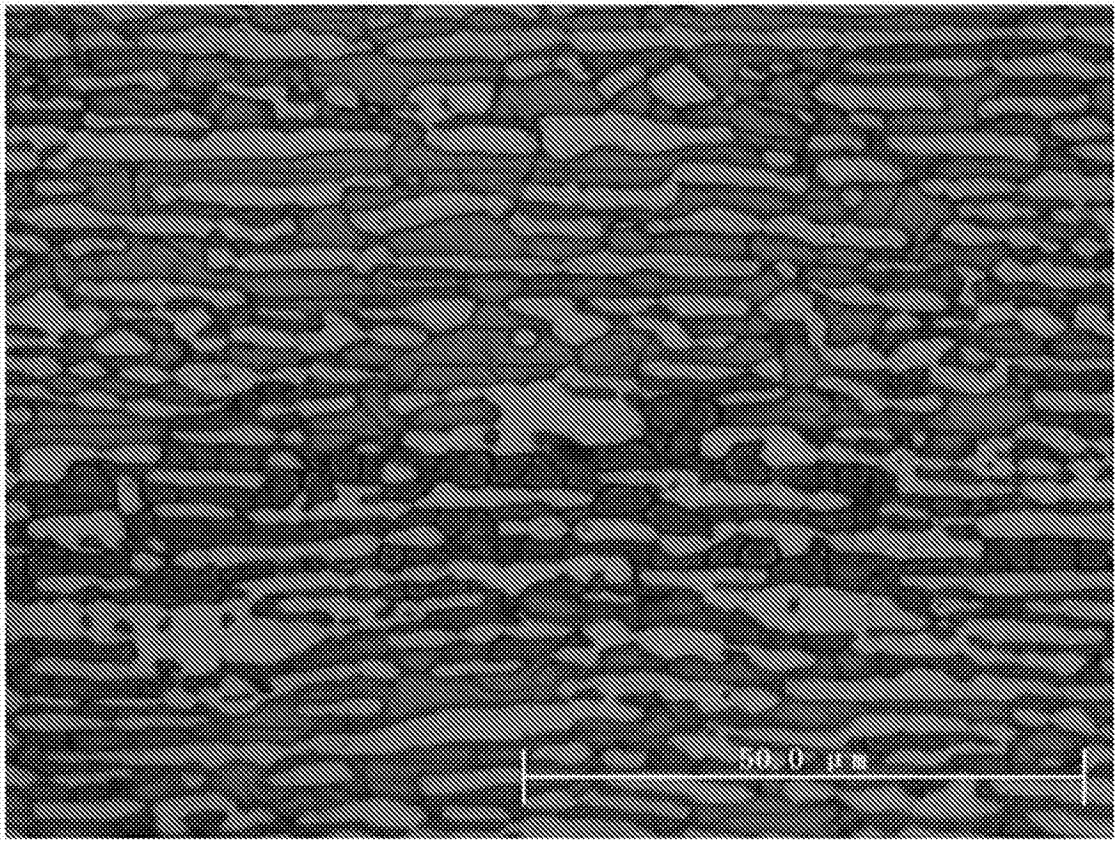


图2

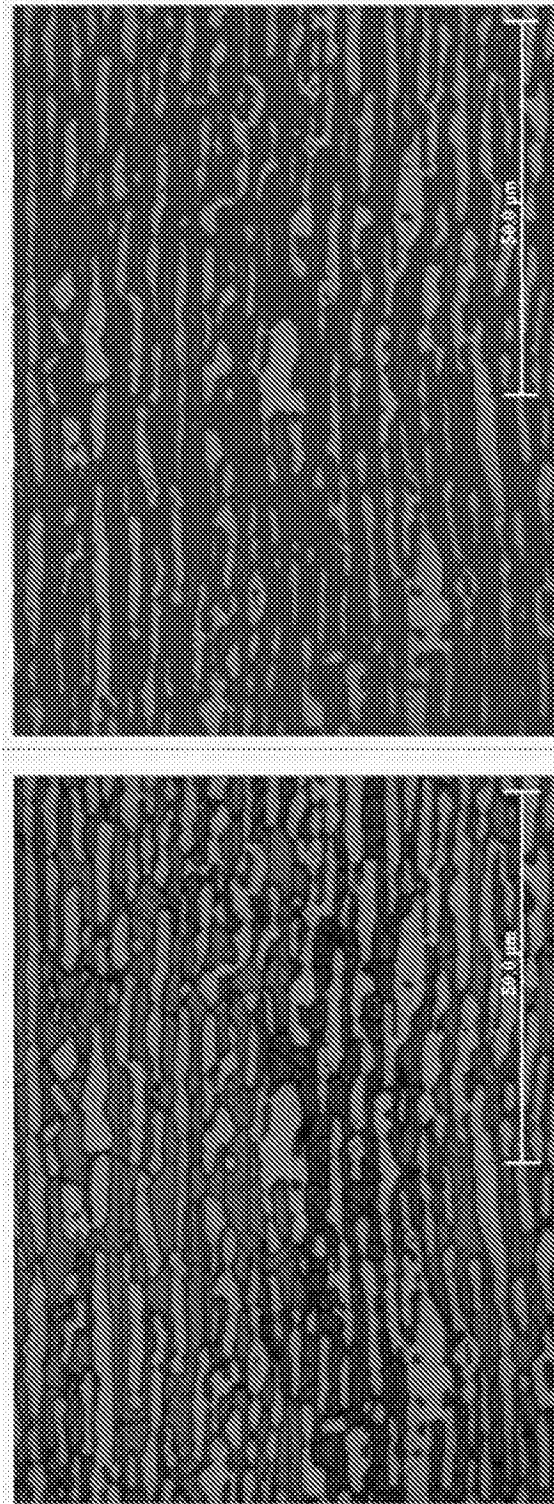


图3