

岛津电子探针分析钢铁结构材料中的第二相

EPMA-085

摘要：第二相强化是钢铁结构材料中重要的强化方式之一，其元素成分信息、结构排列及空间分布特征直接影响到结构材料的综合机械性能。具有纳米级的电子图像观察和微米级的元素成分分析的电子探针显微分析仪作为微区分析领域中代表性的仪器，可为钢铁结构材料中第二相的微观特征形貌观察及成分信息解析提供有价值的实验数据，可为材料的成分设计、工艺优化及材料性能评价提供参考。

关键词：析出相 第二相 微区分析 定量测试 电子探针

技术特点：

- ❖ 配置高位 52.5° 的 X 射线检出角以及兼具灵敏度和分辨率的全聚焦分光晶体，对第二相中元素的测试具有高灵敏度的特点；
- ❖ 钢铁结构材料中第二相的微观形貌特征和成分组成信息，可为产品开发、热处理工艺参数确认及产品质量评价等提供数据参考。

钢铁材料是应用最为广泛的、最重要的结构材料之一。对结构材料而言，尤其关注它的力学性能如刚度、强度和韧塑性。结构材料的强韧化是材料科学与工程不断发展的最重要方向，也是广大科研人员和生产技术人员不断追求的目标。

研究和开发接近理论强度的无缺陷材料在上世纪得到广泛的重视，但宏观尺寸上要完全消除诸如位错、晶界、第二相及夹杂物等缺陷从热力学考虑是可能的，但其工艺技术相当复杂且生产成本极为昂贵因而在工业生产中几乎不可能实现。另一方面，经过众多材料科学家半个世纪的深入研究，提出了以位错运动为核心的塑性变形理论和以微裂纹形成

与扩展为核心的断裂力学理论，由此得到了以阻止显微缺陷的运动或扩展为基础的新的材料强化理论。

与理想晶体理论尽量消除显微缺陷正好相反，新的材料强化理论的基本思路是在材料中大量“制造”显微缺陷并使之合理分布，利用这些显微缺陷与位错或微裂纹的相互作用有效阻止材料中不可避免地存在的位错的运动或微裂纹的扩展，从而使材料强化。第二相即是“显微缺陷”这方面的代表。

材料通过基体中分布有细小弥散的第二相颗粒而产生强化的方法称为第二相强化或分散强化，而根据第二相形成的机理可把相应的强化工艺分为沉淀强化和弥散强化。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 EPMA-1720 型电子探针显微分析仪



■ 试样制备

钢铁结构材料试样切割后，经不同粒度（180#、320#、600# 和 1000#）的砂纸磨制，再使用不同颗粒尺寸（6 μm 、3 μm 和 1 μm ）金刚石喷雾抛光以及 0.05 μm 的 Al_2O_3 悬浮液作为终抛处理。最终试样如镜面效果，无肉眼可见的划痕。使用样品台夹持固定后上机测试。

■ 结果与讨论

使用岛津电子探针显微分析仪 EPMA-1720 背散射图像观察抛光试样的表面，观察到衬度差异明显的不同相，如图 1、图 2 所示。对其中不同于基体的灰色相和白亮颗粒沉淀析出相分别进行定性谱图分析，结果见图 3 和图 4。

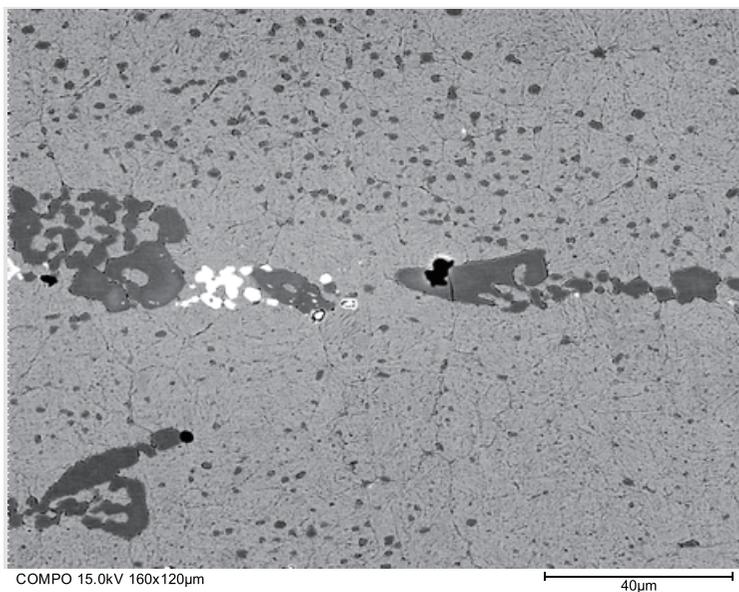


图 1 试样表面背散射电子图像微区特征

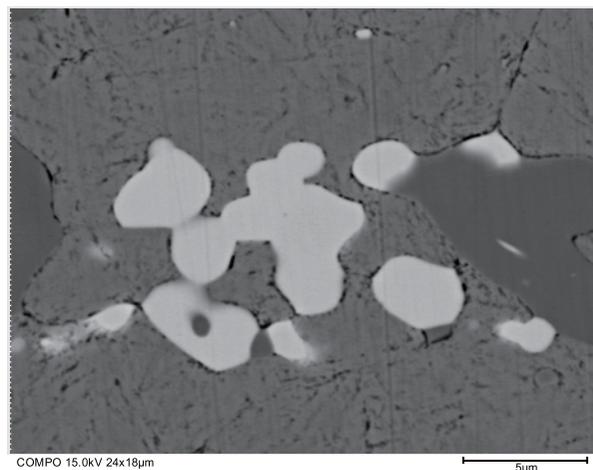
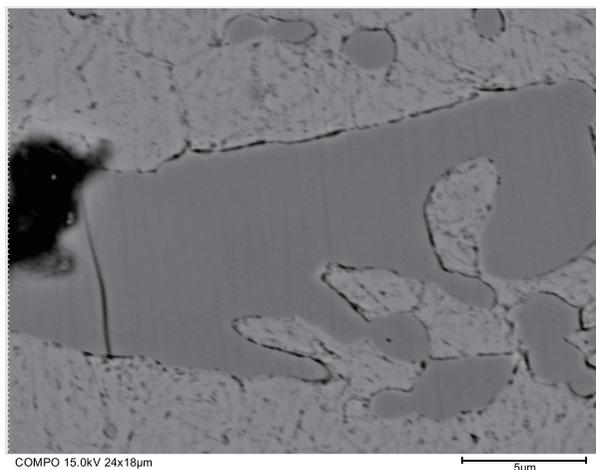


图 2 试样表面基体中不同衬度相进一步放大观察

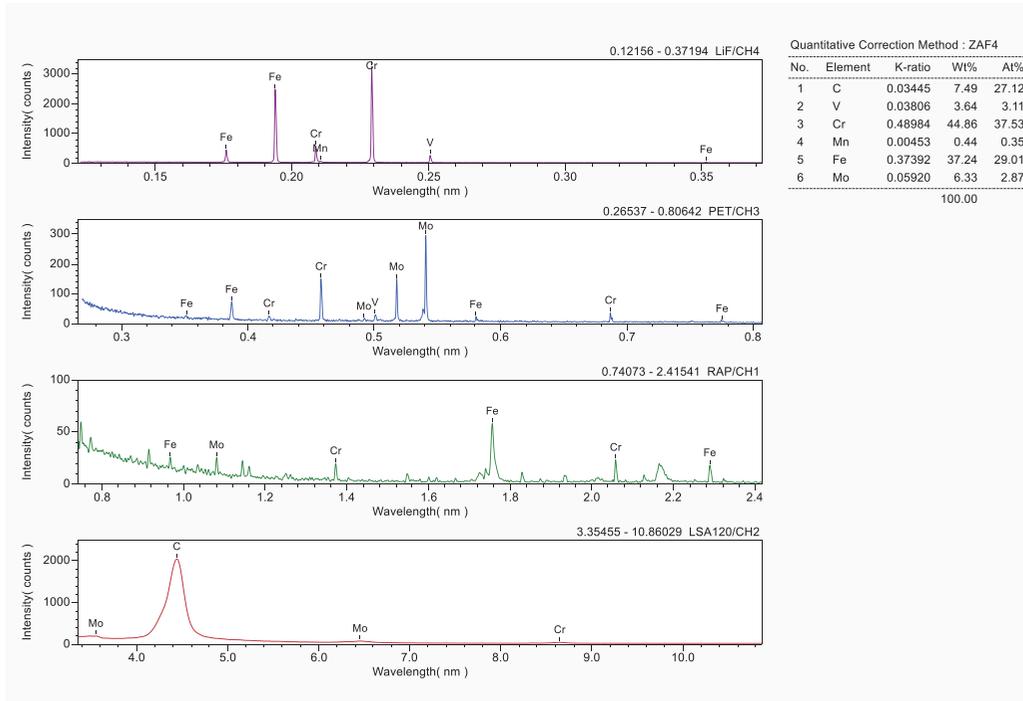


图3 试样表面基体中灰色相定性分析谱图结果

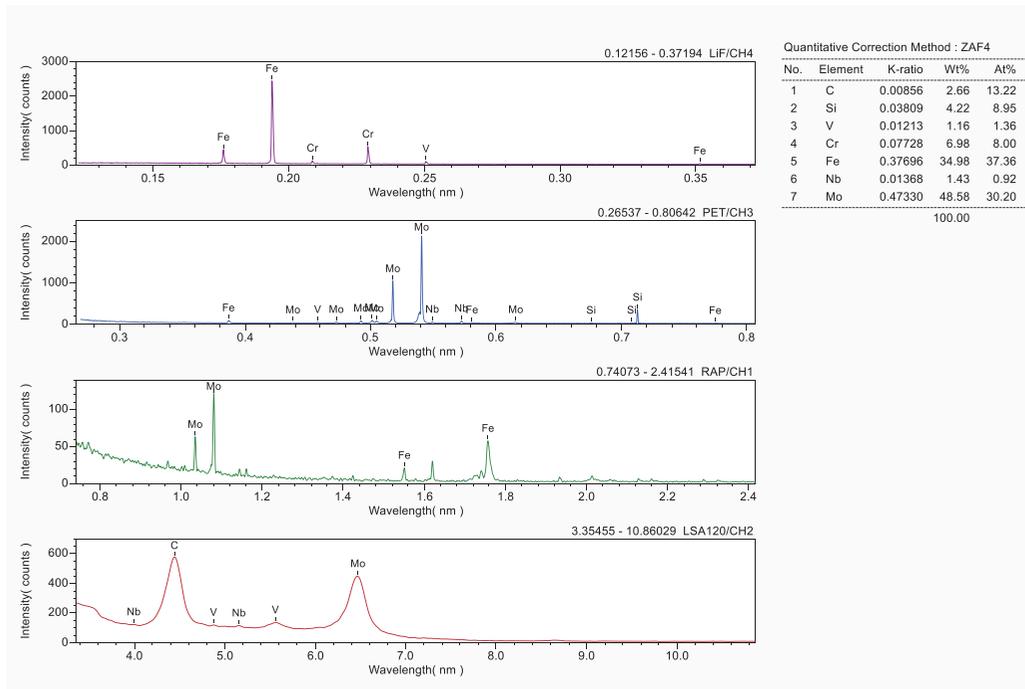


图4 试样表面基体中白亮颗粒定性分析谱图结果

根据定性分析的结果，使用 ZAF（原子序数相关 - 基体吸收 - 荧光效应）基体修正法进行析出相的全元素定量分析，结果见表 1。

表 1 试样中不同相定量分析结果 (Wt%)

Data	C Ka	Si Ka	Cr Ka	Nb La	V Ka	Mo La	Fe Ka	Mn Ka	Total
1	7.883	0.020	42.418	0.009	3.128	5.348	40.610	0.579	99.997
2	3.365	3.094	6.339	1.535	1.162	47.647	36.400	0.181	99.722

各种钢铁材料中不同种类的第二相的体积分数的变化范围很大，微合金钢中碳氮化铌的体积分数在 0.02% 时即可产生一定程度的强化作用，而高碳钢或高合金钢中的渗碳体或各种合金碳化物的体积分数可高达 20-30%。

在另外一个试样的测试中，发现了较大尺寸的连续的析出相，根据电子图像观察的衬度（图 5）不同分别进行谱图分析结果见图 6 和图 7。为了获得更多的定量测试数据用于统计，除了默认的手动选择定量点外，也可以使用矩阵的方式进行，此处为了演示，选择了 3×3 共 9 点进行 ZAF 定量分析，见图 8，定量测试结果见表 2。

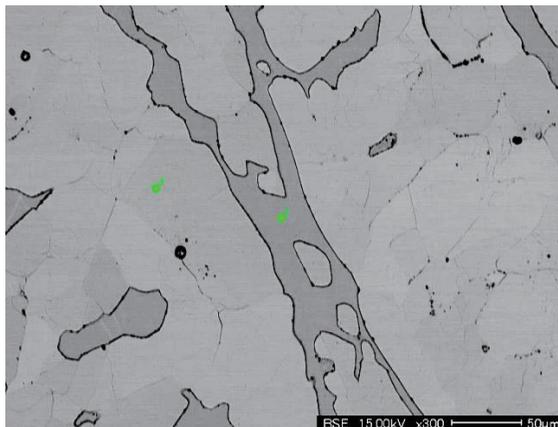


图 5 试样表面不同衬度的定性分析位置

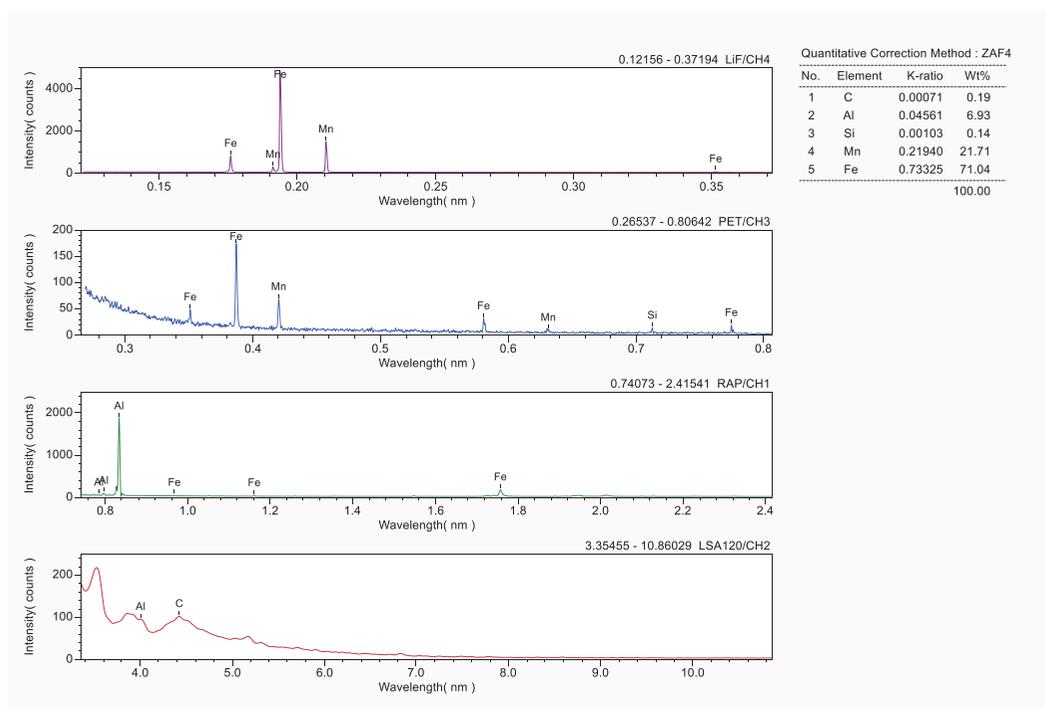


图 6 试样表面位置 1 的定性分析谱图及结果

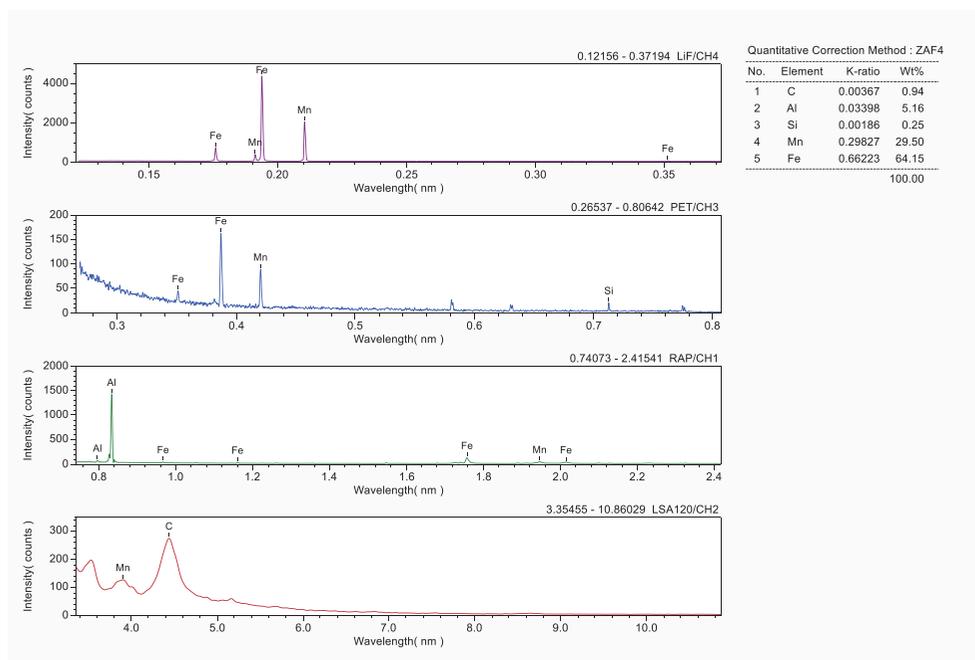


图 7 试样表面位置 2 的定性分析谱图及结果

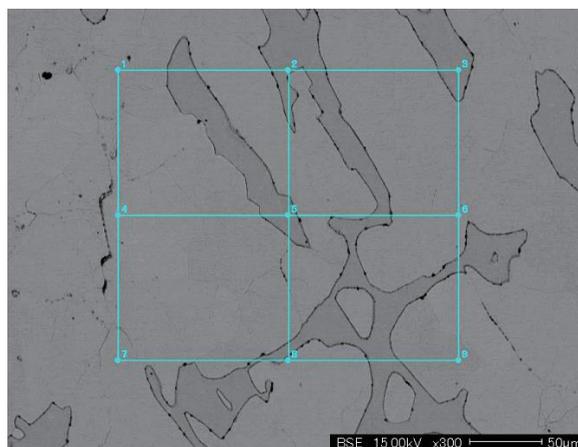


图 8 试样表面矩阵点定量测试位置

表 2 试样中不同位置定量分析结果 (Wt%)

Data	Al Ka	C Ka	Si Ka	Mn Ka	Fe Ka	Total
1	8.735	0.994	0.269	29.768	61.298	101.064
2	10.093	0.834	0.113	24.279	65.747	101.066
3	11.251	0.167	0.107	19.964	69.989	101.478
4	7.796	1.136	0.546	35.05	56.131	100.658
5	10.679	0.591	0.165	20.631	68.651	100.717
6	8.781	0.937	0.112	28.611	62.483	100.924
7	8.211	1.124	0.357	32.269	58.767	100.728
8	9.259	0.909	0.083	25.404	65.579	101.234
9	9.085	0.947	0.110	26.036	65.889	102.066

一般弥散分布较为细小的颗粒相对基体的强化效果明显，但如果第二相在不适宜的热处理工艺下粗化长大甚至连接起来，则有可能形成与基体迥异的类似夹杂物的存在，割裂基体的连续性，对材料整体的机械性能产生不利的影响。这是由第二相与滑移位错交互强化作用机制中的绕过或切过机制不同所导致的，尺寸较小时与基体保持有较好的共格关系。

■ 结论

第二相强化目前已经是钢铁结构材料中重要的强化方式，随着第二相尺寸的控制理论和实际工艺技术的不断成熟，将会使之成为未来结构材料重要的发展方向之一。

使用岛津电子探针显微分析仪对两种钢铁结构材料中的第二相进行了微区观察、成分解析以及定量测试，类似的测试结果可为材料的成分设计、材料工艺优化如热处理工艺参数时效工艺环境等以及材料性能的评估提供数据参考。

岛津应用云

