



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3488.1—2014/ISO 4499-1:2008  
代替 GB/T 3488—1983

---

## 硬质合金 显微组织的金相测定 第 1 部分：金相照片和描述

Hardmetals—Metallographic determination of microstructure—  
Part 1: Photomicrographs and description

(ISO 4499-1:2008, IDT)

2014-12-05 发布

2015-08-01 施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会



## 前 言

GB/T 3488《硬质合金 显微组织的金相测定》分为两个部分：

- 第 1 部分：金相照片和描述；
- 第 2 部分：WC 晶粒尺寸的测量。

本部分为 GB/T 3488 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 3488—1983《硬质合金 显微组织的金相测定》。

本部分与 GB/T 3488—1983 相比，主要技术变化如下：

- 增加了规范性引用文件；
- 增加了金相制样的具体步骤；
- 将原标准中与 ISO 4499-1:2008 有差异的部分修改为一致。

本部分使用翻译法等同采用 ISO 4499-1:2008《硬质合金 显微组织的金相测定 第 1 部分：金相照片和描述》。

为便于使用，本部分做了下列编辑性修改：

- 用“本部分”代替“本国际标准”；
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”；
- 部分章节增加编号；
- 删除国际标准的前言。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

GB/T 7997—1987 硬质合金维氏硬度试验方法(ISO 3878:1983, MOD)。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：厦门金鹭特种合金有限公司、国家钨材料工程技术中心、株洲硬质合金集团有限公司、自贡硬质合金有限责任公司。

本部分主要起草人：张守全、林高安、樊智锐、孙晓昱、肖满斗、朱桂容、刘铁梅、曹万里。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3488—1983。



# 硬质合金 显微组织的金相测定

## 第 1 部分:金相照片和描述

### 1 范围

本部分规定了硬质合金显微组织的金相测定方法。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

ISO 3878:1983 硬质合金 维氏硬度试验方法

ISO 4499-2 硬质合金 显微组织的金相测量 第 2 部分:WC 晶粒尺寸的测量

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**$\alpha$ -相  $\alpha$ -phase**

碳化钨。

#### 3.2

**$\beta$ -相  $\beta$ -phase**

粘结相(如:以 Co、Fe、Ni 为基)。

#### 3.3

**$\gamma$ -相  $\gamma$ -phase**

具有立方晶格的碳化物(如 TiC、TaC),此碳化物可以以固溶体形式包含其他碳化物(如 WC)。

### 4 仪器和设备

4.1 金相显微镜:放大倍率应达到 1 500 倍。

4.2 扫描电子显微镜:放大倍率应超过 1 500 倍。

4.3 制备试样的设备。

### 5 试样的制备

用于金相检验的试样磨面,应无磨痕和抛光划痕,并应注意避免颗粒的剥落,以免引起对显微组织的误判。

注:制备硬质合金金相检测的磨片方法有几种。首先仔细地进行粗磨,为了确保显露合金的真实组织,要有足够的磨削量。经用细金刚石砂轮研磨后,再在细塑料、细毛毡或纸盘上,用粒度逐渐减小至 1  $\mu\text{m}$  的金刚石研磨膏或金刚石粉进行抛光。

## 6 步骤

### 6.1 金相制样

#### 6.1.1 概述

6.1.1.1 采用正确的制样方式制得样品的抛光面,抛光面经腐蚀后可以显露出真实的显微组织。错误的制样方式会导致晶粒剥落、腐蚀不均匀以及在显微组织中产生误导判断的因素,这些都将影响最终检测结果。

6.1.1.2 制备和腐蚀过程会接触到有毒或危险的化学品。操作者应经过专业的训练,并在操作过程中遵守所在实验室安全守则,采用必要的安全防护设施和措施。

#### 6.1.2 切割

大多数情况下,金相样品制备需要从硬质合金产品上切割出一个较小的样品。金刚石工具广泛用于硬质合金切割。有很多切割设备使用边缘嵌入金刚石的砂轮,该方法很容易实现快速切割。线切割机是使用嵌入金刚石的线进行切割的设备,这种切割方法比较经济,可制得非常好的切片,但切割速率较低。电火花加工是一种更快的切割方法,但速度快的机器不一定适合用作金相制样设备。

#### 6.1.3 镶样

6.1.3.1 用树脂镶样有以下几个好处:更适合自动化制备,样品更容易握持,并且可以把试样编号和描述在镶样上作标记。冷镶样树脂和热镶样树脂均可使用。

6.1.3.2 热镶样粉末(例如酚醛树脂或己二烯酞酸脂粉末)需使用镶样机,在镶样机模腔内放置样品,然后加入树脂并在一定的压力下将其熔化。这种方式周期时间会较长。优点是不需要使用到危险的化学品,并且树脂的保存期很长。

6.1.3.3 冷镶样树脂(例如环氧树脂,丙烯酸或聚酯树脂)除了模具外不需要其他的设备,样品放在模具内后,把冷镶样树脂浇灌入模具。树脂通常由其本身和催化剂两部分组成,有时候为了增加硬度或者增加导电性可添加第三种填充材料。根据凝固时间的不同,相应树脂也分成很多种类,快速镶嵌的样品会达到相应较高的温度,而慢速镶嵌的样品保持较低的温度。使用“快速镶样树脂”镶样速度较快,同时批量镶样更经济。但是这些树脂里面通常混有一些有害的化学试剂,保质期有限且需要保存在温度较低的环境下。

6.1.3.4 值得注意的是,在腐蚀和使用扫描电镜观察之前,建议把样品从镶样中取出。冷镶样树脂很难去除,可能需要将其从样品上磨掉。

#### 6.1.4 磨样

6.1.4.1 无论采用何种方式来制备试样磨面,有相当多的表面和亚表面缺陷应去除。金刚石砂轮可以从所有主要的金相设备供应商获得。这些砂轮有一系列的金刚石磨粒粒度范围,可以从样品的表面产生非常高的材料去除率。用一组金刚石粒度越来越细的砂轮进行平磨,既去除表面和亚表面缺陷,并获得可用于抛光的硬质合金样品磨面。在磨样的每一个工序,其过程持续到去除上一道工序产生的目视可见的表面缺陷,然后持续相同的时间,以去除亚表面缺陷。通常情况下,为了获得均匀的显微结构,在研磨过程至少磨去 200  $\mu\text{m}$  的材料(见 ISO 3878:1983),以获得具有代表性显微结构的磨面。对具有梯度结构的材料,应注意控制磨削量。

6.1.4.2 金刚石砂轮有几种样式:金属粘结、树脂粘结、金属网状及橡胶粘结。其成本和使用寿命有很大的不同,树脂粘结型砂轮最耐用也最贵。

### 6.1.5 精磨

6.1.5.1 在磨样后精磨工序有时可以直接被合并到制备过程。精磨通常在涂有金刚石磨料的玻璃、金属、塑料或复合板上进行。精磨的主要特点如下：

- 产生平的表面；
- 介于研磨和抛光之间的一个中间步骤；
- 去除表面缺陷时，不进一步引入大量的亚表面缺陷；
- 相比于在抛光布上使用同尺寸的金刚石磨料进行磨削，有较高的表面去除率。

6.1.5.2 根据制样材料的硬度，采用不同组合的精磨盘。但如果在抛光布上使用粗粒度的金刚石磨料作为一个额外的工序，那么该工序就不是必需的。与磨样工序一样，精磨时间应足够充分以去除所有的表面缺陷，然后持续同等的时间以去除亚表面缺陷。

### 6.1.6 抛光

6.1.6.1 抛光工序通常在短毛或无毛的布上进行，使用粒度逐渐减少的金刚石磨料。在每道抛光工序使用的磨料粒度依次是 15  $\mu\text{m}$ 、6  $\mu\text{m}$ 、3  $\mu\text{m}$  及 1  $\mu\text{m}$ 。研磨剂有悬浮状、喷雾状、膏状或其他状态。

6.1.6.2 悬浮状研磨剂更适用于自动抛光机，在固定的时间间隔里喷到抛光布上。这套系统的优点是在快速抛光的过程中可提供新的具有良好的切削性的金刚石磨料。此方法过程可控且经济。

6.1.6.3 雾状研磨剂适用于半自动和手动的抛光设备，费用较低。同时，在抛光过程中可以方便地添加新的磨料以确保良好的材料去除率。

6.1.6.4 抛光过程中需要考虑的另一个重要方面是润滑剂的使用。润滑剂有两个作用：一是作为冷却剂，在抛光过程中金刚石磨料不断切割 WC 晶粒，使样品产生高温。这会影影响合金的真实显微组织，同时损坏金刚石磨料，使其快速破碎。润滑剂的冷却作用可以避免达到高温。润滑剂的另一个作用是确保施加到抛光布的磨料被高效使用。样品产生碎片的同时研磨剂也产生碎片，这会在抛光布上形成阻碍，降低效率。应以固定的间隔添加润滑剂，使样品及研磨剂的碎片形成流体流至抛光布边缘，清洁抛光布。在大多数情况下，自动和半自动抛光机使用以酒精为主要成分的润滑剂。手动抛光可采用专用的润滑剂。

6.1.6.5 在每个抛光步骤中，样品应该抛光至上道工序产生的划痕彻底去除。为获得更佳的抛光效果，可适当延长抛光时间。如未能去除表面划痕，则这些划痕会在腐蚀后显露出来，可观察到腐蚀不均匀或沟槽。亚表面缺陷优先被腐蚀，并且在深度腐蚀后，用光学显微镜可以观察到很宽的线条。在每个抛光工序后，样品和样品支架（自动抛光）应彻底清洁。

### 6.1.7 清洁

6.1.7.1 金相制样的一个基本原则是磨样和抛光的每个环节均要进行清洁，这可以防止磨屑和磨粒被带到下一道工序。在这些环节可以使用洗涤剂 and 热水进行清洁。试样和自动抛光机的试样支架，可浸在超声波清洗槽中进行清洗。先用酒精冲洗，随后用热风干燥或直接用无油压缩空气吹干。

6.1.7.2 在任何情况下，腐蚀前的试样清洁尤为重要。在很多情况下，使用热水及某些清洁剂会污染钴粘结相。因此建议使用不会影响钴相的合适洗涤剂，在温水中进行超声波清洁，或者，如果试样未使用塑料镶样，可用丙酮进行清洁。若检测前的试样被镶在塑料里面，应避免使用丙酮进行清洁。在这种情况下，最好是用温水或乙醇。强烈建议在电子显微镜测定前用丙酮对试样进行超声波清洁。

## 6.2 腐蚀

### 6.2.1 概述

6.2.1.1 通常采用 Murakami 试剂作为腐蚀剂，以显露显微组织。该试剂是由铁氰化钾和氢氧化钠或

氢氧化钾组成。它们一起反应产生铁氰化钾和(新生的)氧,用以腐蚀碳化物晶粒和晶界,同时粘结相不受影响。溶液成分可单独配制和存储。此外,当腐蚀大量的硬质合金时,试剂的浓度将迅速降低,为避免有效腐蚀时间被延长,需要添加新的溶液。

6.2.1.2 首选的腐蚀剂是新配制的溶液,等量的 10%~20%(质量分数)铁氰化钾(Ⅲ)和氢氧化钠或氢氧化钾(每 100 mL 水含 10 g~20 g)的混合水溶液。在 20 °C 下,根据碳化钨晶粒大小,建议的腐蚀时间为 0.5 min~6 min 之内。对于粗晶结构,需要更长的腐蚀时间。

6.2.1.3 用 Murakami 试剂腐蚀 WC 相时,相邻 WC 晶粒被腐蚀速率是不同的,这取决于相对抛光面的晶向。因此,相邻晶粒之间会产生高度差和台阶。为了提高对比度,有时使用其他腐蚀剂来腐蚀粘结相。通常是酸性腐蚀剂,如硝酸酒精溶液(硝酸和乙醇)、稀氢氟酸(HF)、氯化铁(FeCl<sub>3</sub>)溶液,或酸的混合物,如王水(硝酸和盐酸的混合物)。建议在腐蚀前将硬质合金试样从镶样中取出。使用丙酮清洁冷镶样品会有问题,少量树脂被溶解并沉积到抛光的表面,从而影响随后的腐蚀。

6.2.1.4 填充有铝、铁颗粒的导电支架会影响腐蚀过程。腐蚀剂会腐蚀导电介质,导致晶粒表面有沉积物、腐蚀不均匀和腐蚀液强度降低,进而影响腐蚀时间的重复性。应将样品腐蚀后,再放在扫描电镜的铝质支架上。

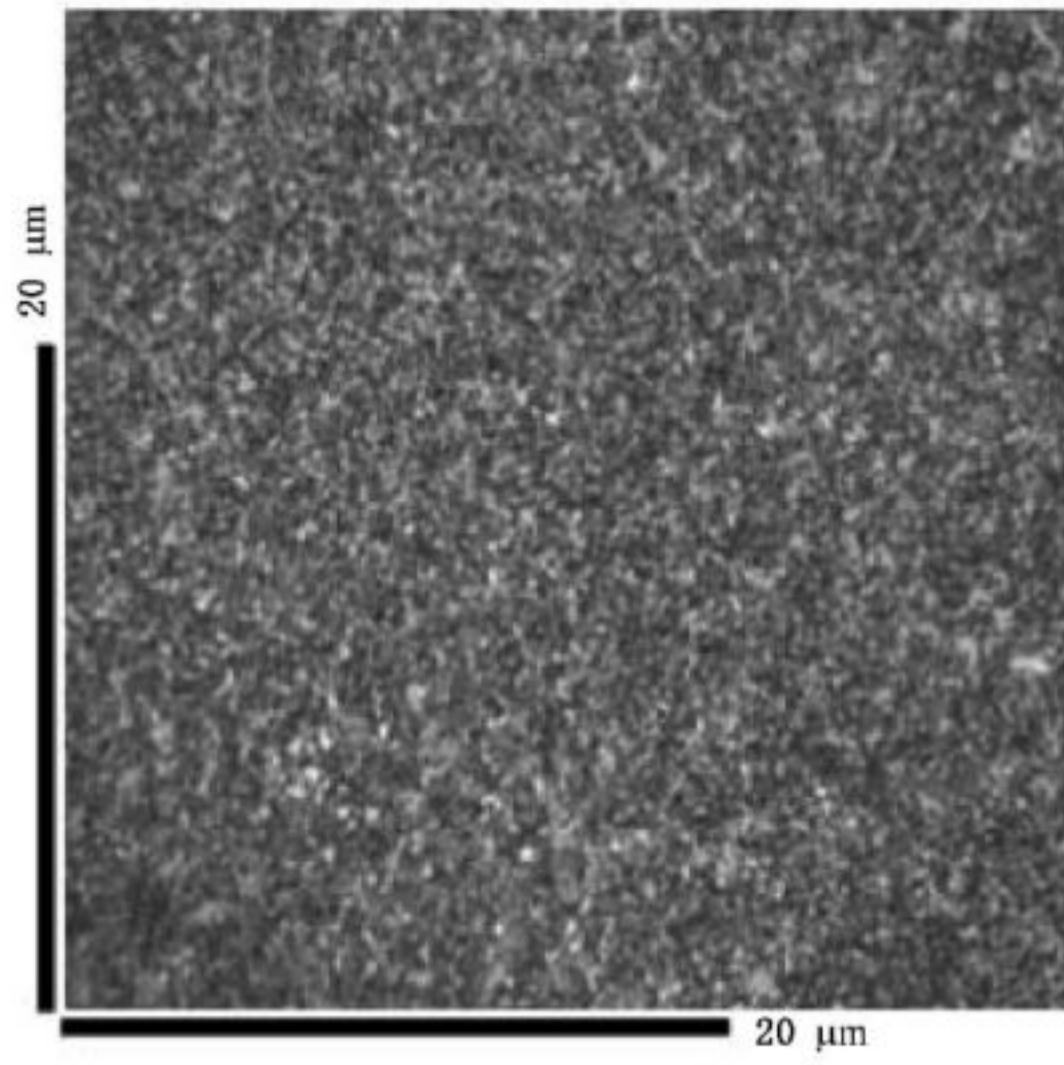
6.2.1.5 腐蚀应在玻璃器皿中进行。使用聚合物器皿会导致样品表面有沉积物,影响腐蚀过程,并会影响 SEM 的检测结果。这与样品表面的有机化合物被电子束分解后产生碳沉积有关。其结果影响 SEM 图像质量,其原因可能是 Murakami 腐蚀剂破坏聚合物产生的有机物沉积在样品表面。

6.2.1.6 随着腐蚀的进行可检测到显微组织相态的逐渐变化。金相腐蚀的方法有多种,表 1 中列举了适宜的腐蚀工艺。应注意操作步骤,确保显露真实的显微组织。

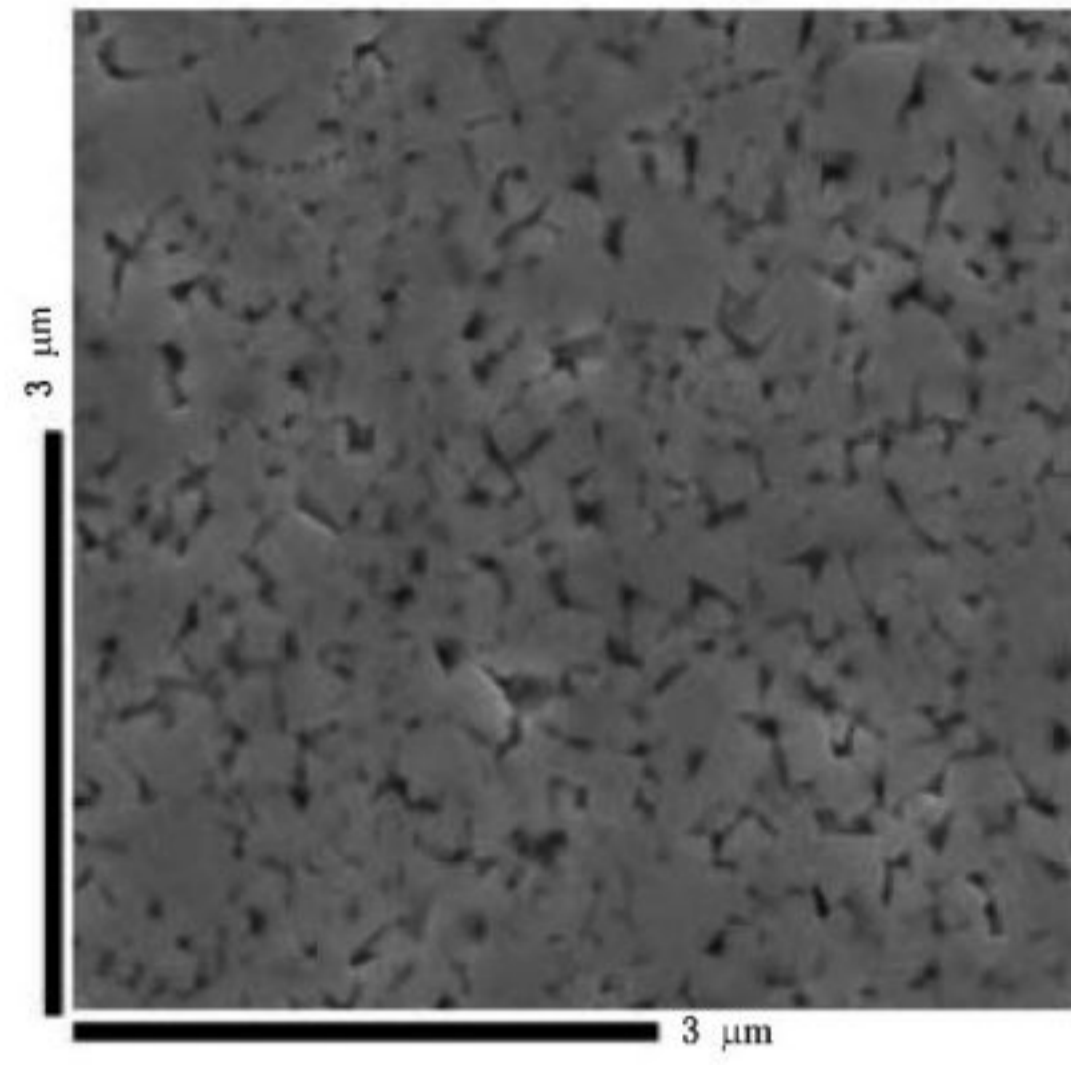
表 1 腐蚀工艺列表

腐蚀工艺	腐蚀剂成分	腐蚀条件	腐蚀应用
1	A.新配置的等量的 10%~20%(质量分数)铁氰化钾(Ⅲ)和氢氧化钠或氢氧化钾的混合水溶液(Murakami 试剂)	在温度约 20 °C 下于 A 溶液中腐蚀 3 min~6 min	显示 α-相
2	A.见工艺 1 B.同体积浓盐酸和水(1:1)的混合液	在温度约 20 °C 下于 A 溶液中腐蚀 3 min~4 min,然后用水冲洗,并在 B 溶液中腐蚀约 10 s,接着用水冲洗,再用酒精洗,将试样烘干,最后在 A 溶液中腐蚀 20 s	显示 γ-相
注:铁氰化钾(Ⅲ)和氢氧化钾或氢氧化钠溶液,可分别储存较长的时间,但使用时的混合液要新配。			

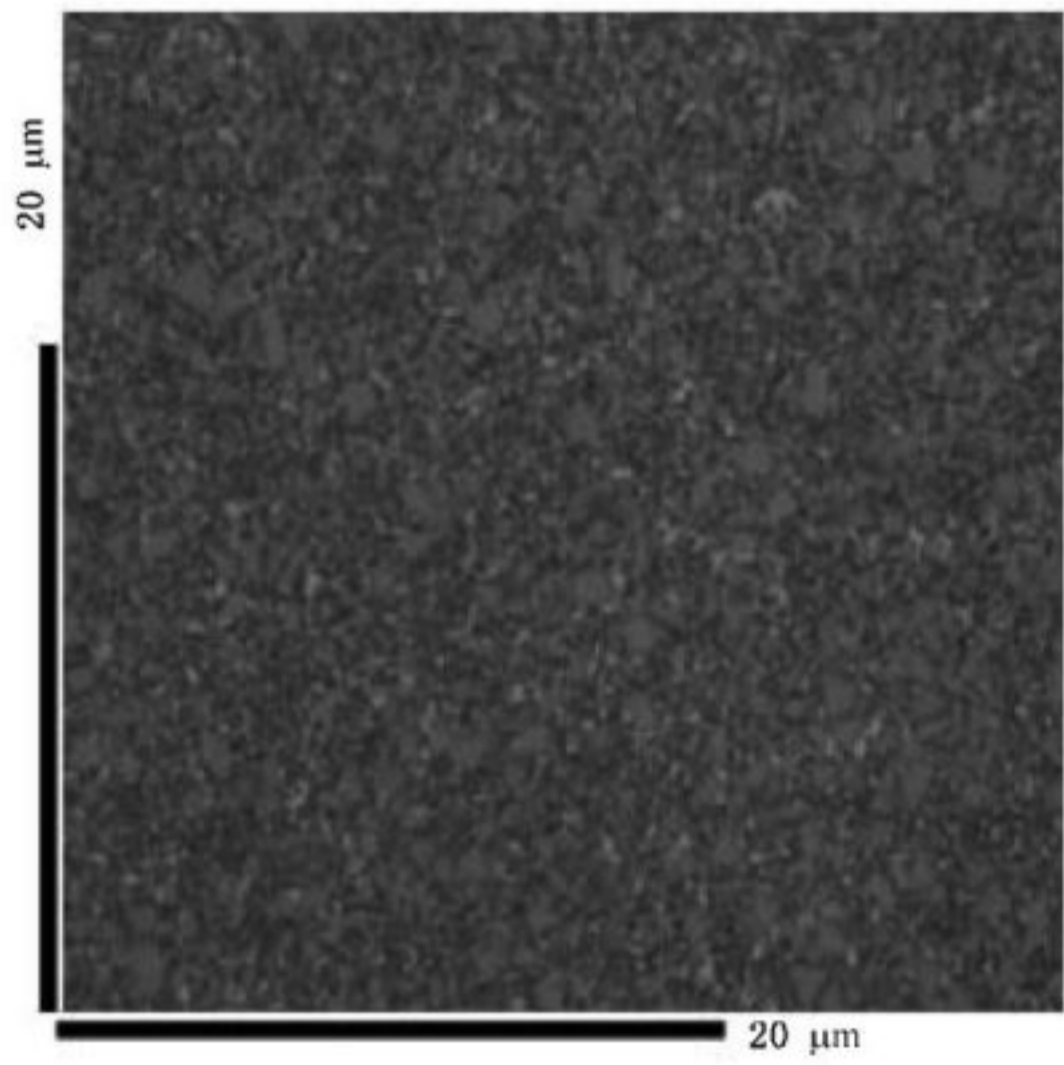
6.2.2 试样磨面用工艺 1(见表 1)或 γ-相存在时用工艺 2(见表 1)进行腐蚀后测定 α-相。依据 ISO 4499-2对 α-相晶粒尺寸进行测定和记录,并对晶粒按纳米晶粒、超细晶粒、亚细晶粒、细晶粒、中晶粒、粗晶粒和超粗晶粒的等级进行划分(见图 1、图 2 和图 3)。晶粒等级相近的需要选择相同的倍率进行对比。对于纳米和超细晶粒,当使用金相显微镜无法清晰显示出晶粒结构时,需要采用扫描电镜来进行观察。



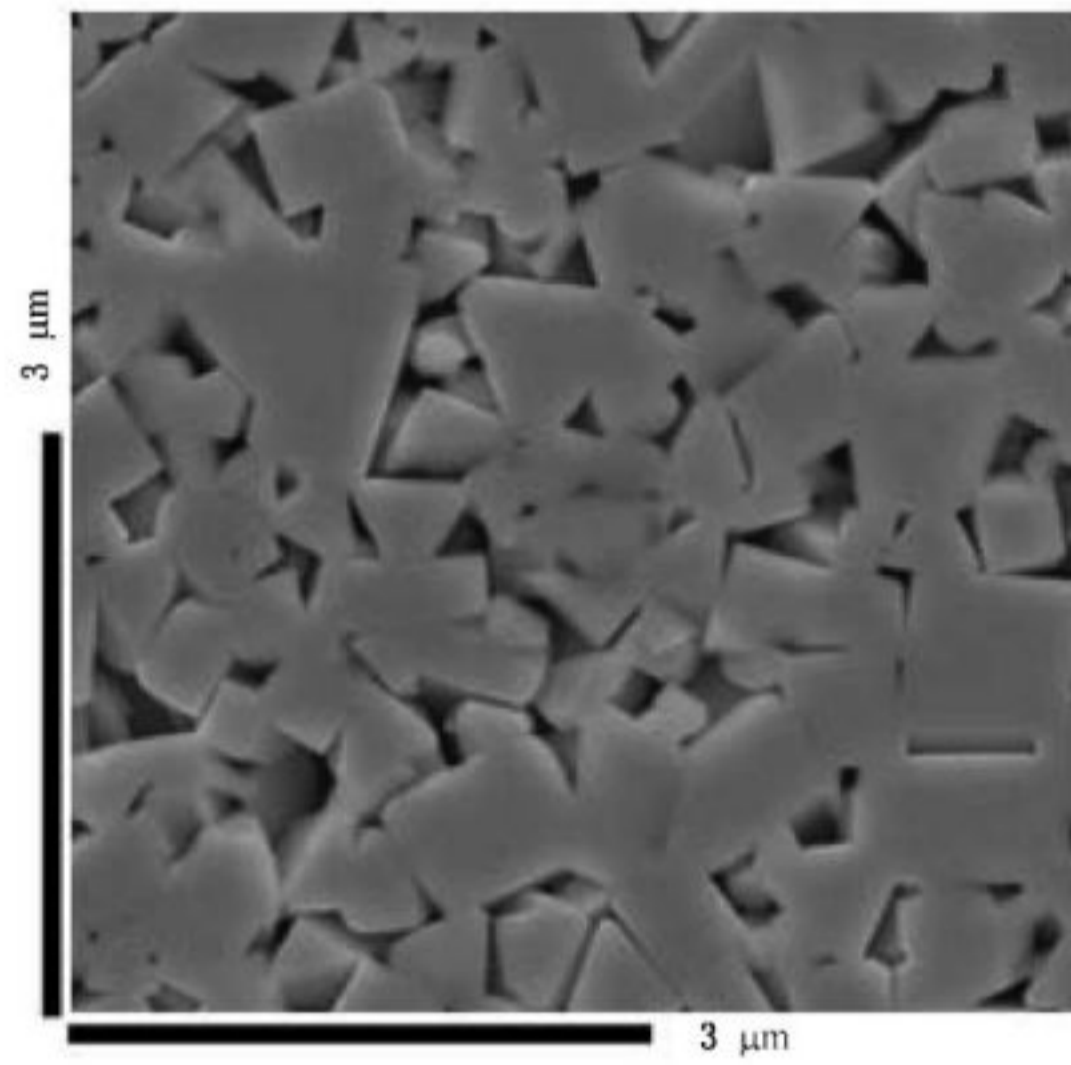
a) 纳米晶粒-光学



b) 纳米晶粒-扫描电镜

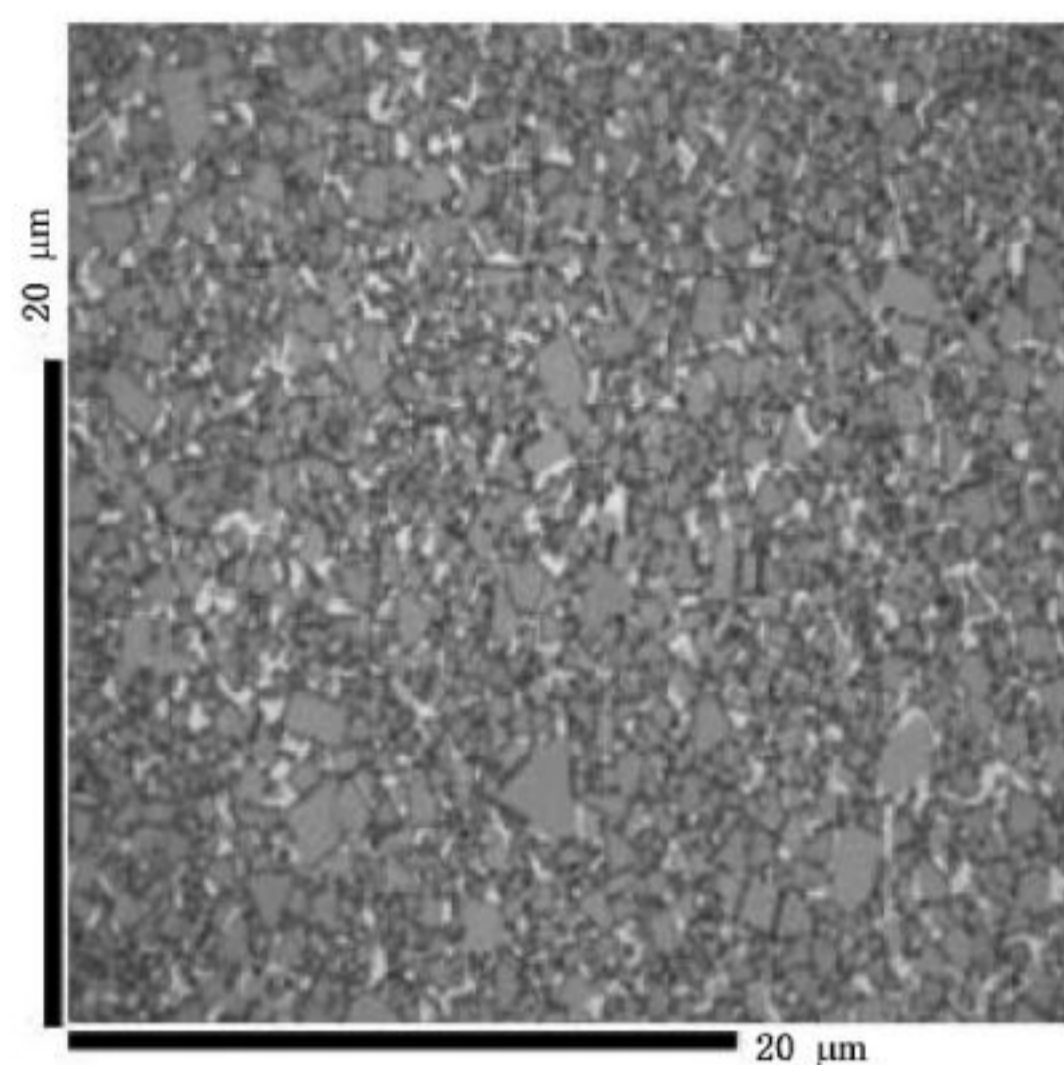


c) 超细晶粒-光学

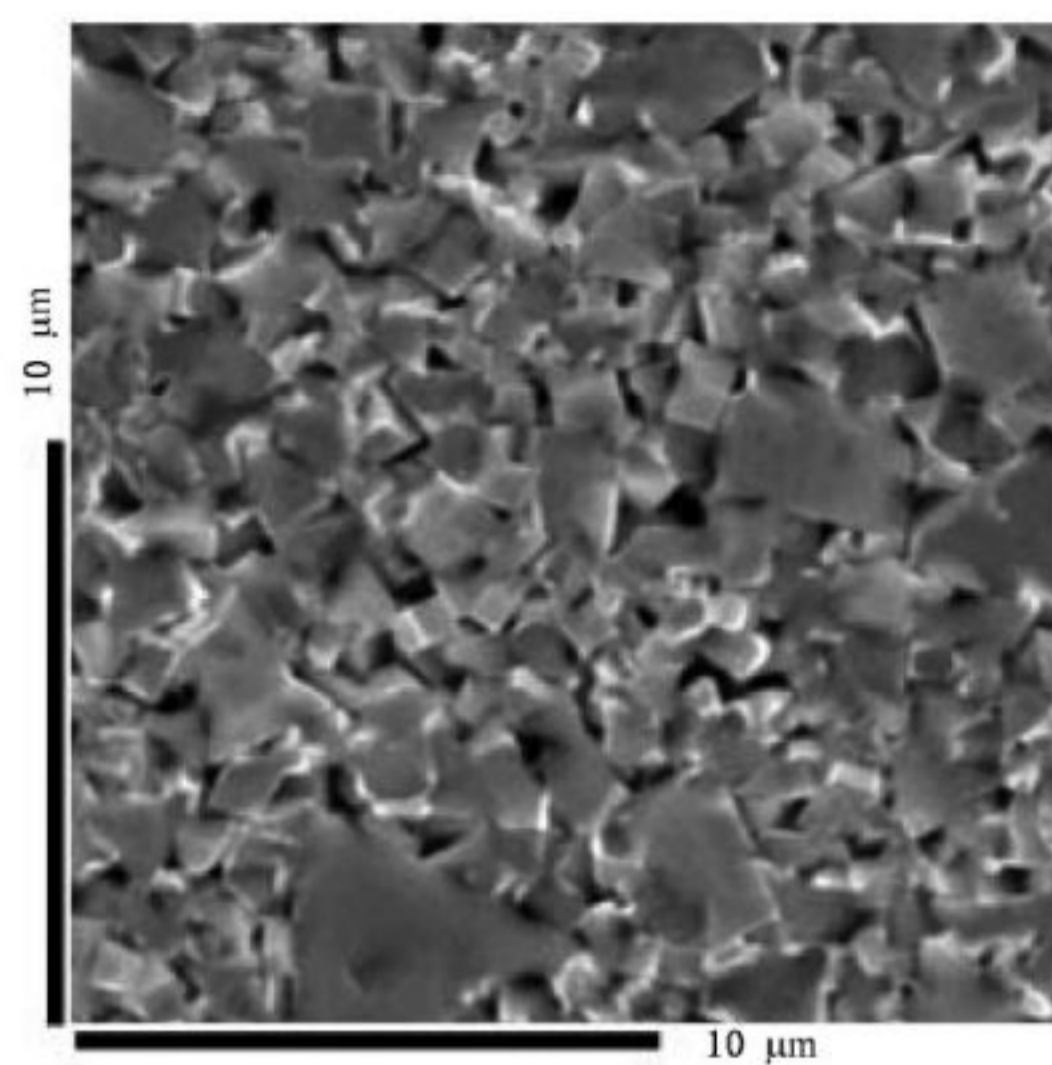


d) 超细晶粒-扫描电镜

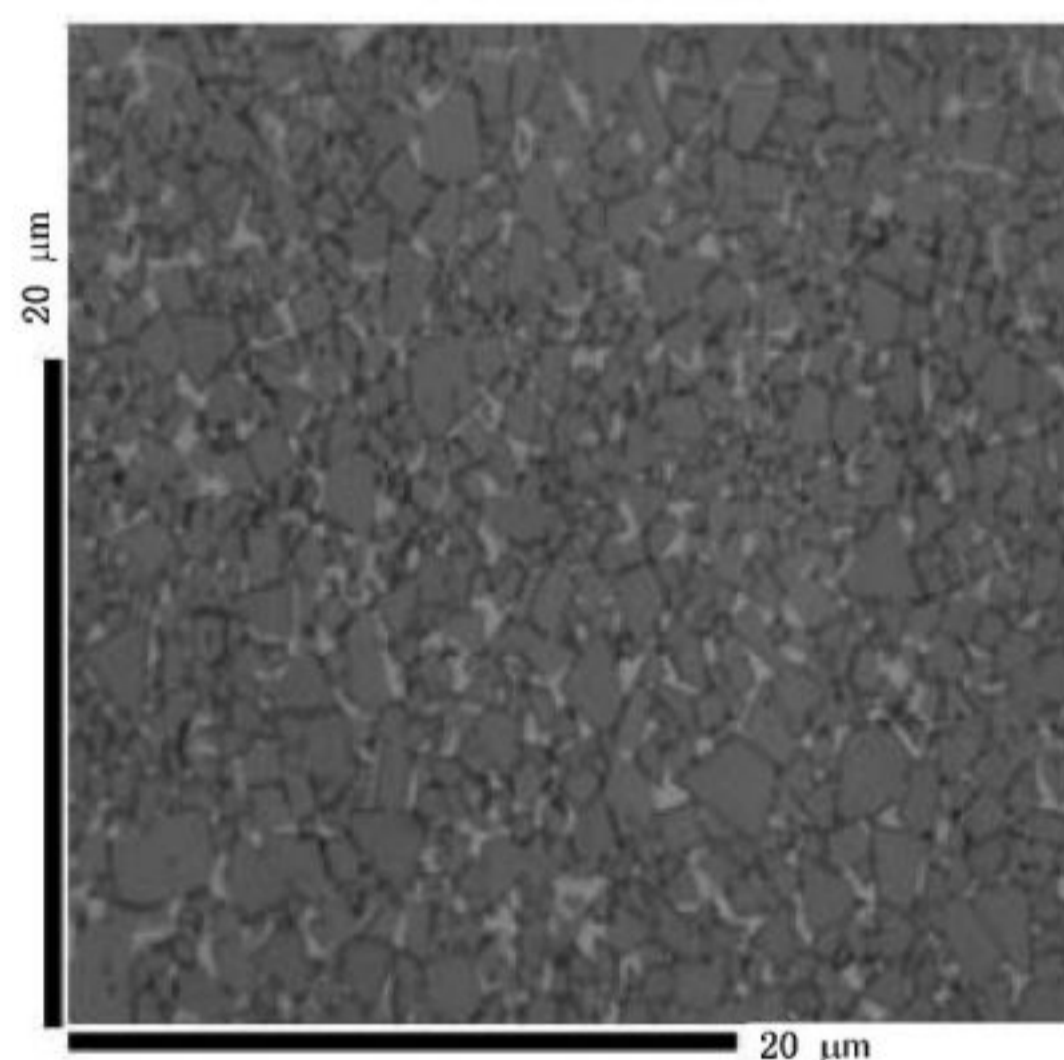
图 1  $\alpha$ -相(碳化钨)纳米晶粒和超细晶粒光学和扫描电镜照片



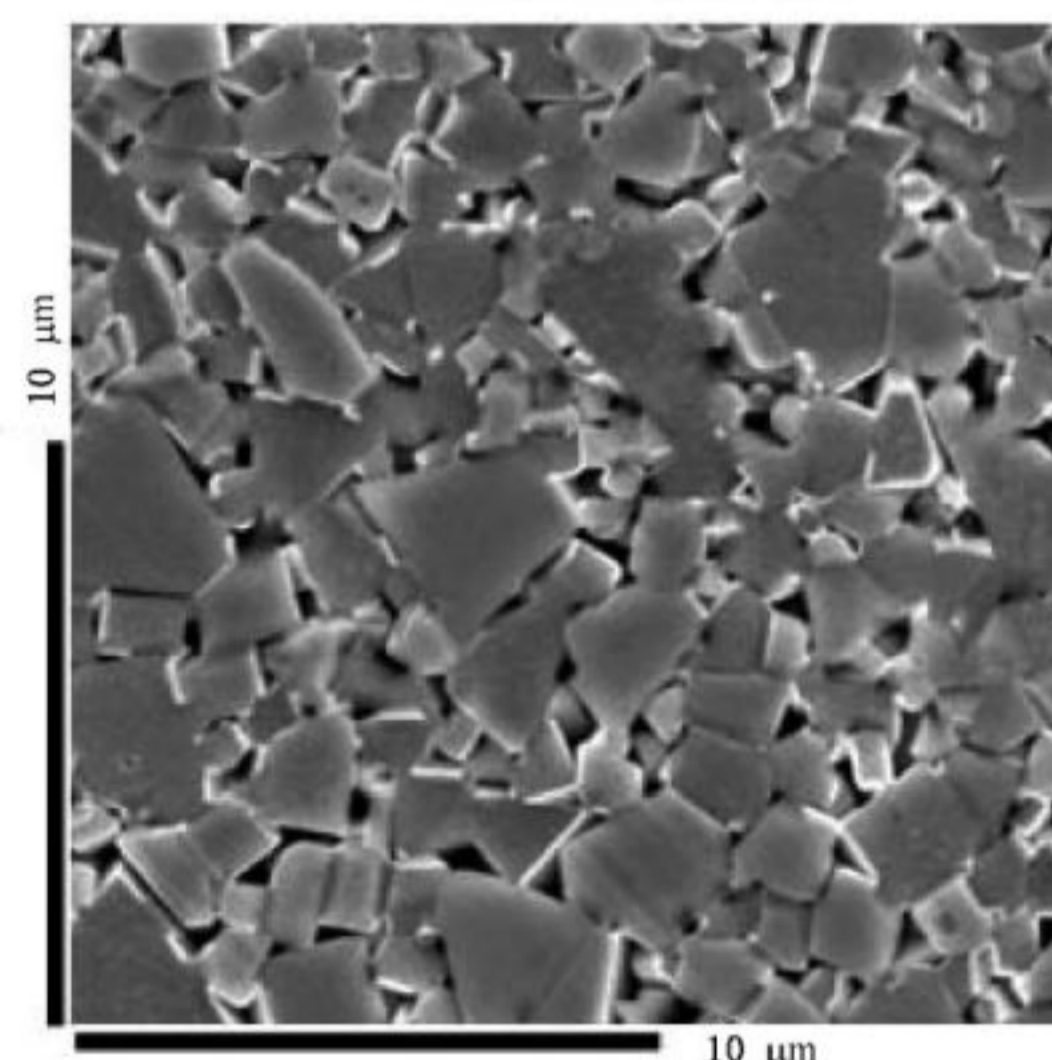
a) 亚细晶粒-光学



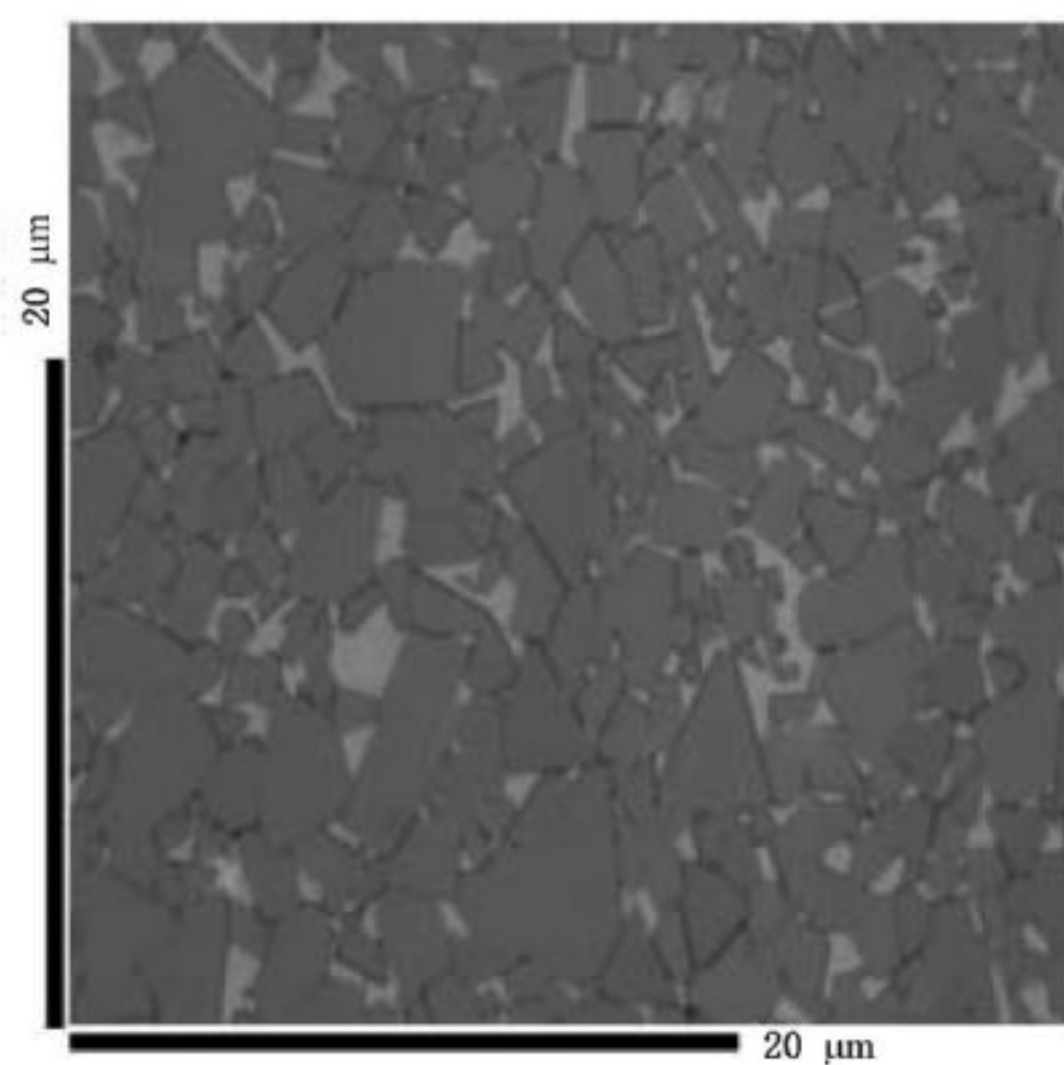
b) 亚细晶粒-扫描电镜



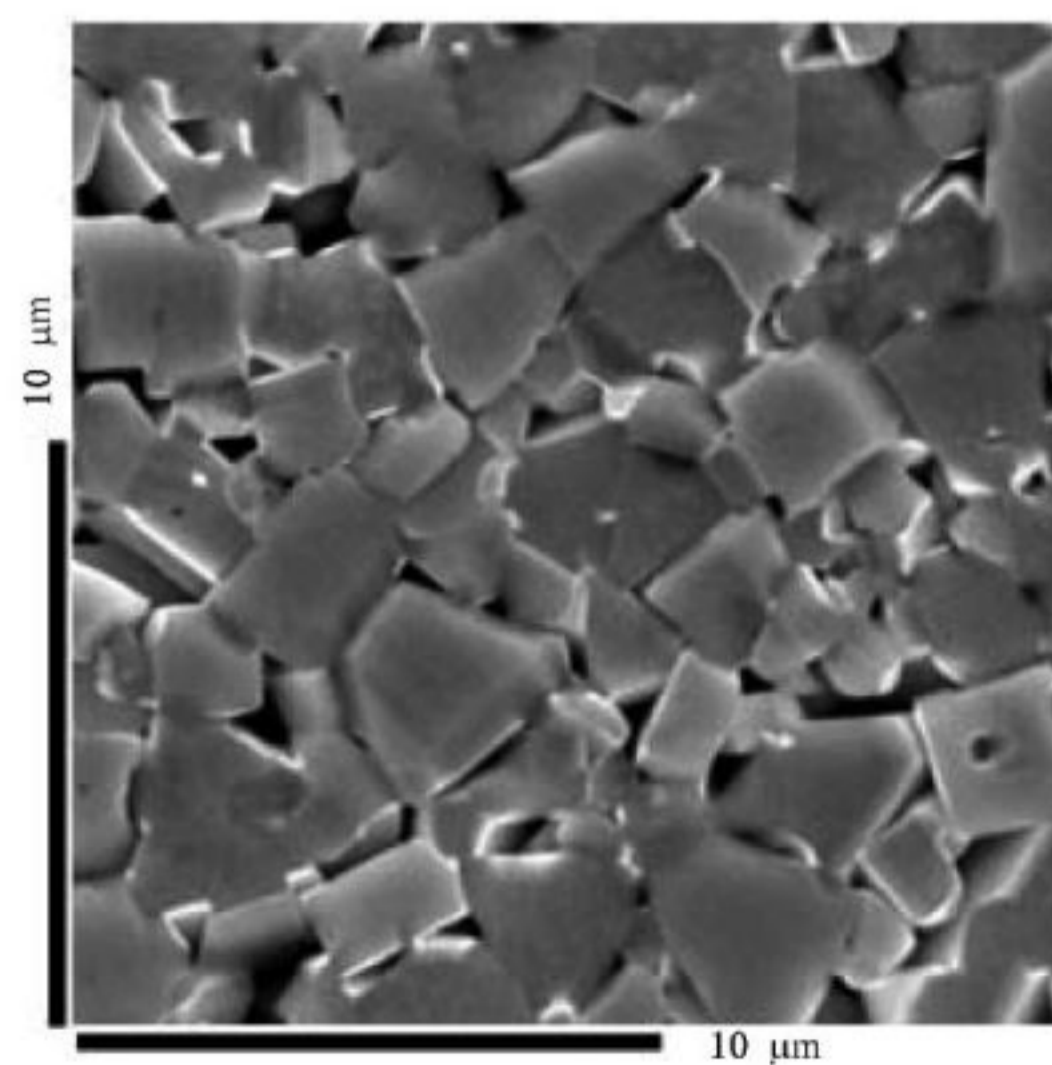
c) 细晶粒-光学



d) 细晶粒-扫描电镜



e) 中晶粒-光学



f) 中晶粒-扫描电镜

图 2  $\alpha$ -相(碳化钨)亚细、细和中晶粒光学和扫描电镜照片

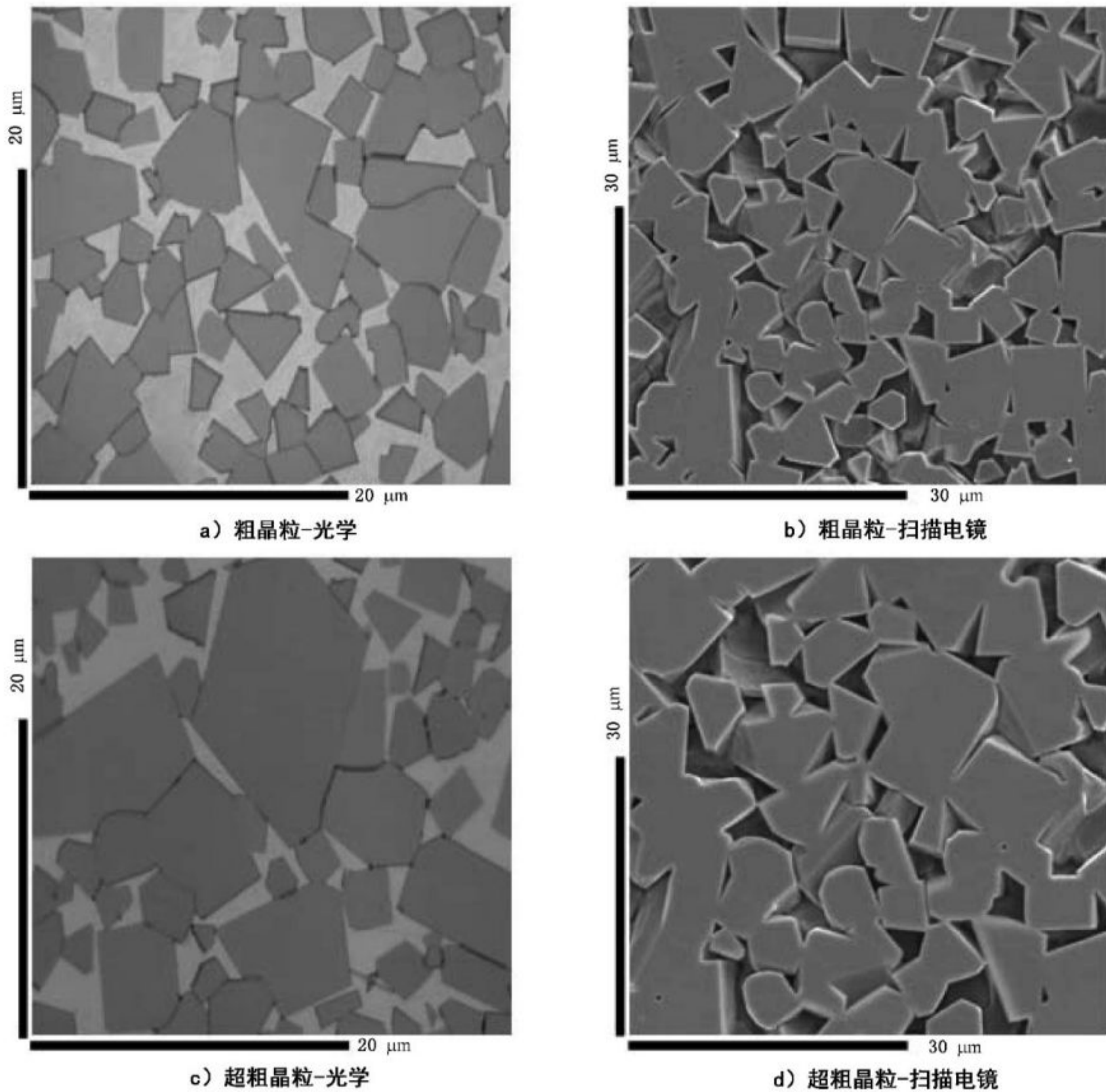


图3  $\alpha$ -相(碳化钨)粗晶粒和超粗晶粒光学和扫描电镜照片

6.2.3 试样磨面用表1中工艺2的B(浓盐酸)进行腐蚀来测定 $\beta$ -相,此相呈白色。

6.2.4 试样磨面用工艺2(见表1)腐蚀后测定 $\gamma$ -相。此相呈浅黄褐色,且具有典型的球状。观测腐蚀面时注意记录 $\gamma$ -相的存在情况。其晶粒大小可以参照ISO 4499-2截线法进行测量。

## 7 试验报告

试验报告应含有以下内容:

- 本部分标准编号;
- 鉴别试样所需的全部详细情况;
- 测定结果;
- 本部分标准未规定或被认为是附加的各种操作;
- 可能影响结果的任何细节。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
硬 质 合 金 显 微 组 织 的 金 相 测 定  
第 1 部 分 : 金 相 照 片 和 描 述  
GB/T 3488.1—2014/ISO 4499-1:2008

\*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行  
北 京 市 朝 阳 区 和 平 里 西 街 甲 2 号 (100029)  
北 京 市 西 城 区 三 里 河 北 街 16 号 (100045)

网 址 : [www.gb168.cn](http://www.gb168.cn)

服 务 热 线 : 400-168-0010

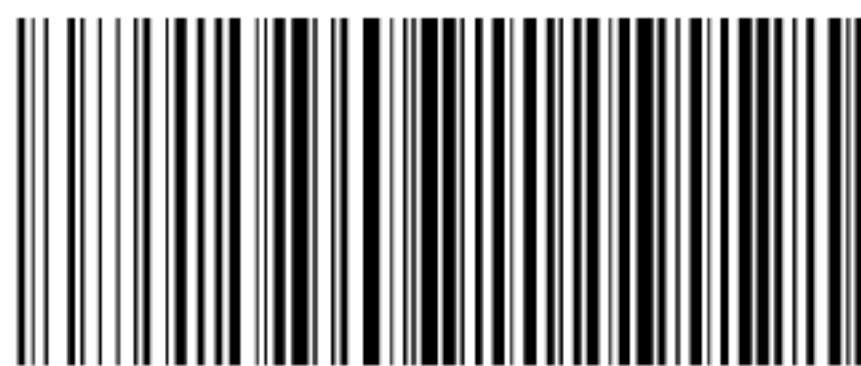
010-68522006

2014 年 12 月 第 一 版

\*

书 号 : 155066 · 1-50471

版 权 专 有 侵 权 必 究



GB/T 3488.1-2014