

第 3 章 定量金相分析方法

要点:

定量金相的原理;

定量金相的应用。

目标:

了解定量金相在材料研究中的重要作用,掌握定量金相的原理,及定量金相表征的参数;重点掌握晶粒大小测量的方法;

了解图像处理在定量金相中的应用,通过一个实例分析了解定量金相分析的具体过程。

随着材料科学的发展,对材料中某些组织及相含量的要求越来越严格,因此,仅对显微组织形态做定性分析已远远不能满足要求,这就促使了定量金相技术的发展。

视频图像是通过采样和量化两步骤将摄像机(CCD)的电信号图像转换成二维矩阵存入计算机,并不断地将计算机内的数字图像转换成模拟信号在显示器上显示出来,使我们能对图像进行处理、测量和得到分析结果。定量金相技术中的一个主要困难是多数材料为不透明体,只能看到截面上的组织,也就是说显微组织是二维的,故组织中的一些三维参数只能从二维参数转换而来。100 年来,使用显微镜的各个学科,如矿物学、金相学、医学及生物学等,一直在努力探索如何能从二维截面或投影定量地推导出存在于三维空间的组织,这样就逐渐形成了一门横跨几个学科领域的新学科——体视学。它是一种由二维图像外推到三维空间或者说是対平面图像进行三维解释的科学。

另外,金属组织在微观上一般都不太均匀,因而任何一个参数都不能仅仅靠一个视场上的几个测量数据来确定,而需要用统计方法在足够多的视场下进行多次测量才能保证结果的可靠性。因此,定量金相测量是比较费事和需要耐心的工作。学习定量金相知识,系统掌握定量金相的操作方法,学会使用在普通光学显微镜中测算晶粒度和测算第二相晶粒大小及分布等,是图像分析所要完成的课题。图像分析技术可定义为从图像中提取特定几何形态和光密度数据的技术和方法。它能

够对材料的显微组织给出真实和统计可靠的定量描述。具体应用在如下几个方面：

- (1) 测量组成相的体积百分数,如钢和铸铁中磷化物、石墨等的含量。
- (2) 测量晶粒度。
- (3) 测量非金属夹杂物,如硫化物、氧化物的数量、形状、分布以及平均尺寸等。
- (4) 测量钢中碳化物的平均尺寸及平均间距等。
- (5) 测量高速钢中碳化物的带状偏析。
- (6) 研究再结晶过程。
- (7) 测量晶界总长度、总面积。

由于图像分析是通过区别灰度特征物来实现的,因此,制备足够衬度的试样是保证测量精度的主要条件。当试样表面有残留划痕、腐蚀过深致使晶界宽化或产生腐蚀坑等均会影响测量精度。因此,试样的制备质量比一般金相观察更加严格。

3.1 晶粒大小的测定

晶粒大小可用晶粒直径和晶粒度来表示。由于晶粒的外形不可能是一个球体,故常用平均截线长度来表示晶粒直径。平均截线长度是指随机截取三维物体时,在物体内截线长度的平均值,记作 L_3 。当测量次数足够多时,在二维平面上截取的平均截线长度 L_2 可认为和 L_3 相等。对于单相晶粒,其平均截线长度可用下式表示:

$$L_2 = \frac{L_T}{N} = \frac{1}{N_L} = \frac{1}{P_L} \quad (3-1)$$

式中, P_L 是单位测量线上的点数; N_L 是单位测量线上被测相的个数; N 是测试总个数。如果在显微照片上进行测量,则

$$L_2 = \frac{L_T}{PM} \quad (3-2)$$

式中, L_T 是测试线的总长度; P 是测试线与晶界总交点数; M 是显微组织的放大倍数。

也可用晶粒度来表示晶粒大小。此时可根据晶粒度的定义:

$$N_A = 2^{G-1} \quad (3-3)$$

式中, N_A 是放大 100 倍下每平方英寸 (1 in = 2.54 cm) 视域面积内的平均晶粒数; G 是晶粒度级别。把上式两边取对数得

$$G = (\lg N_A / \lg 2) + 1 \quad (3-4)$$

由此可以利用求得的 N_A 值评出晶粒的级别。

3.2 第二相颗粒的几何特性

在金相检验工作中,常需测定多相合金组织中各组成相(或组织)所占的相对量。例如,钢、铸铁、铝合金、铜合金等。许多合金强化是由弥散分布的第二相造成的,因此,第二相的数量大小和分布对合金的性能有很大的影响。

在研究金属材料的强度及其他机械性能与显微组织的关系时,常常要用到一个重要的几何参数,叫做平均自由程 λ ,即任一直线切割第二相颗粒后,在两颗粒之间的距离,如图 3.1 所示。如果用 N_L 表示单位长度测试线段上第二相颗粒所占的次数, L_L 表示单位长度测试线段上第二相颗粒的线段长度,那么 λN_L 和 $(1-L_L)$ 就都表示单位长度测试线段中第二相颗粒间线段总长度,即

$$\lambda N_L = 1 - L_L = 1 - V_V \quad (3-5)$$

因此

$$\lambda = (1 - V_V) / N_L \quad (3-6)$$

λ 是一个极为有用的几何参数,因为它对第二相的大小、形状、复杂性和位置都没有做出限制。此外,虽然 λ 是从抛光的平面试样得出的,但它却是一个真正的三维量,因为试样的平面原则上代表了许多截面的平均值。

葛兰德(Gurland)从许多文献发表的试验数据中看到,Hall-Petch 方程式:

$$\sigma_y = \sigma_0 + K_y \lambda^{-1/2} \quad (3-7)$$

不仅适用于低碳钢的晶界强化,而且也适用于经球化或回火处理过的碳钢的第二相的强化。

在 Hall-Petch 方程式中, σ_y 为屈服强度; σ_0 及 K_y 为试验常数。 λ 是一个距离参数,在低碳钢中,平均自由程就相当于铁素体晶粒的平均弦长;在经过球化或回火处理的碳钢中, λ 就是渗碳体颗粒间的平均自由程。

有时还使用第二相颗粒的平均间距 σ 这一参数,它表示第二相颗粒中心与中心的平均距离。

$$\sigma = L_T / N = 1 / (N / L_T) = 1 / N_L \quad (3-8)$$

σ 的优越性是特别容易测量,因为只需要求出测试线段与第二相颗粒相交次数即可。

此外,第二相颗粒的平均弦长 L_3 也与 λ 有关:

$$\lambda = \sigma - L_3 \quad (3-9)$$

式中, $L_3 = L_L / N_L$,它适用于任何尺寸和形状的颗粒。

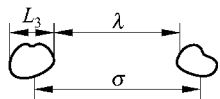


图 3.1 与第二相颗粒有关的几何参数

L_3 与 λ 是一对相关的参数, λ 为基体的平均截线距离, L_3 为第二相颗粒的平均弦长, 在一个 α 相颗粒状的两相合金中, λ 与 L_3 的关系如下:

$$\begin{aligned}\lambda &= (1 - V_V) / N_L = (1 - V_V) / (L_L / L_3) \\ &= L_3 (1 - V_V) / L_L\end{aligned}\quad (3-10)$$

由于 $L_L = V_V$, 因此

$$\lambda = L_3 \left[\frac{1 - V_V}{V_V} \right] \quad (3-11)$$

这个关系式还可用来验证两相合金中的体积分数 V_V 。例如, 在一个铍铝两相合金中, 通过热处理可以改变第二相的大小和形状, 但是体积分数不变, 因此, λ 与 L_3 之间存在线性关系。若以 λ 为纵坐标, L_3 为横坐标, 则此直线的斜率为 $(1 - V_V) / V_V$, 由此可以求得体积分数值。

3.3 定量金相应应用举例

采集或打开一张金相图像后, 首先进行以下步骤的图像处理:

(1) 灰度分割和二值图像

灰度分割是把灰度图像转化成为二值图像, 即只有黑(灰度为零)和白(灰度为 255)两种灰度的图像, 其中要测量的对象是白的, 而背景是黑的。如果在灰度分割时产生的测量对象是黑的, 则可以用灰度反转的处理把它变成白的。

灰度分割是依靠设定阈值来实现的。例如, 我们可以规定一个灰度值 T ($0 < T < 255$) 作为阈值。图像中任何一个像素, 若其灰度大于或等于 T , 则用 255(白色)来代替它原来的灰度; 若小于 T , 则用 0(黑色)来代替原来的灰度。通过这个步骤可以把灰度图像转化为二值图像。阈值的选择依赖于要测量的对象的灰度值的范围。

上面提到的灰度反转是灰度变换的一种, 变换形式为

$$g(x, y) = 255 - f(x, y) \quad (3-12)$$

如果原图像是二值图像, 则经过上述变换后将产生黑白的反转。

(2) 填充

在产生二值图像时, 可能会有一些粒子的中间存在洞, 即其周围是白的, 但中间有一些小区域是黑的。对这样的二值图像在进行粒度测量时将导致错误。这时可以用“填洞”的处理, 把每个粒子所在的区域都填充成白色, 只有完成了这一处理后, 粒度的测量才能正确地进行。

(3) 滤波

滤波之一是使二值图像中的物体(白色)收缩的一种滤波方法。先设定一个一

定大小(例如, 3×3)的矩阵,令此矩阵在图像的每个像素上移动,若矩阵的中心点在物体内,则一切不变;若矩阵中心点在背景(黑色)上,则位于其他矩阵元素下的属于物体的像素点均被擦除(由白色变成黑色),这就是腐蚀。执行这种滤波操作的结果是物体的边缘收缩了一个像素点,如果物体中有洞,则洞的边缘扩大了一个像素点,小于矩阵大小的物体将被完全去掉。

滤波之二是以上所述的反滤波,即若矩阵的中心点在物体之外,一切不变;若在物体之内,所有矩阵元素下属于物体的像素点保持不变,而属于背景的像素点转变为物体的像素点。执行这种滤波操作的结果,物体的边缘扩大一个像素点,而物体内小于矩阵大小的洞则会收缩而完全消失。

(4) 分离

在显微图像中一些物体颗粒可能互相连接在一起,因而不可能正确测量其大小。这时可以采用分离的方法把这些相互连接的颗粒分开,并保持其原有的正确大小。分离实际上是两种滤波的结合。图 3.2 是普通钢分离滤波的例子,对于有些颗粒相互连接在一起,经过若干次滤波导致相互分离,可以进行粒度测量。

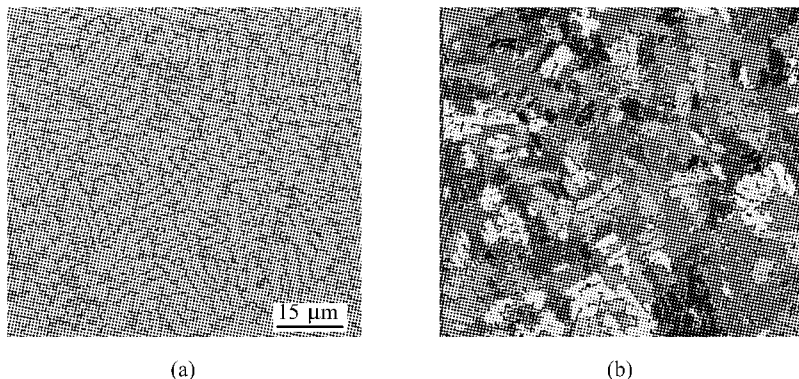


图 3.2 普通钢定量金相图像

(a) 普通钢原始金相图片; (b) 经分割等处理后图片

测量结果有数据列表、直方图等几种表示形式。其中直方图能够形象地表示出一幅图像的灰度分布的动态范围,如果它集中在某一个狭窄的灰度范围内,则可以肯定这个图像的对比度是很低的,需要作对比度增强处理。处理后的图像是否合乎要求,也可以再次从它的直方图作出判断。测量的基本参量有:每个特征物的面积、周长、等效直径等,还可进一步求出特征物的面积体积、周长体积、长径、短径、长短比和形状因子等参数。如图 3.3 所示是以上普通钢晶粒的等效直径与面积分布直方图。表 3.1 是以上视场的分析结果。

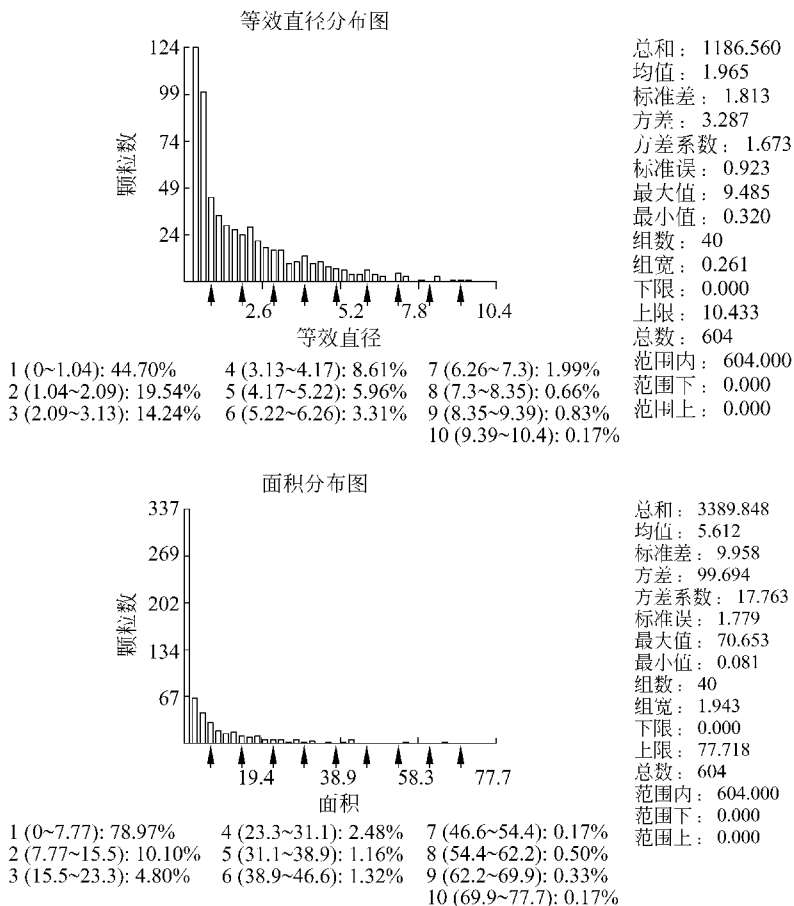


图 3.3 等效直径与面积直方图

表 3.1 视场统计值

参量	面积	周长	等效直径	面积体积	周长体积	长短比	形状因子
最小值	0.08062	0.4918	0.3204	0.01722	0.002028	1	0.2387
最大值	70.65	116.6	9.485	446.7	2.7e+004	2e+005	15.3
总和	3390	6119	1187	1.129e+004	1.9e+005	1.191e+006	987.9
平方和	7.924e+004	2.015e+005	4316	1.691e+006	1.707e+009	1.8e+011	3665
均值	5.612	10.13	1.965	18.7	314.6	1972	1.636
方差	99.69	230.9	3.287	2450	2.727e+006	2.941e+008	3.393
标准差	9.985	15.2	1.813	49.5	1652	1.715e+004	1.842