

# 金属镀层金相试样的制备和显微分析

闫 洪

(昆明冶金研究院, 云南昆明, 650031)

**摘 要** 与一般金属材料不同, 金属镀层金相试样制备的技术难度要大得多。对此, 本文根据理论和实践, 阐述了金属镀层金相试样的制备方法和显微分析技术。

**关键词** 金属镀层; 试样制备; 金相分析

金相分析是控制金属镀层内在质量的重要手段。光学金相技术由于它具有观察范围大、使用方便、设备成本低等优点, 因此在镀层的分析中应用广泛。金相试样的制备在相当程度上是一个经验和技巧积累的过程, 同时, 由于新镀层和新技术的应用, 对金相检验方法也提出了进一步的要求。

## 1 金相试样的制备

### 1.1 试样的镶嵌

金属镀层许多性能与基体存在很大差异, 因而镀层金相试样的制备技术难度较高。试样在制备时, 如果不附加特有的保护措施, 便会在试样表层产生“倒角”, 即试样磨面的边缘为一弧形, 磨面和边缘镀层不呈平面状态, 在金相观察分析及显微拍照时难以对整个镀层统一聚焦而产生模糊不清的组织, 导致观察分析及显微拍照工作无法进行。金属镀层金相观察分析的重点在于试样表层, 采用合适的镶嵌方法, 既能防止试样边缘“倒角”, 又能得到尺寸适当和外形规则的试样, 以利于后续工序。镶嵌有如下几种方法:

#### (1) 机械夹持

机械夹持分为板形夹具和圆环形夹具夹持两种, 采用  $5\text{mm} \times 50\text{mm} \times 2\text{mm}$  两块钢板或其它金属材料, 每块板料各钻制二个对称的  $\phi 5\text{mm} - \phi 6\text{mm}$  的圆孔, 然后用  $\phi 5\text{mm} - \phi 6\text{mm}$  的螺钉固紧夹具和试样, 此种方法适用于有一个或多个具有平面金属镀层的试样。圆环形夹具可采用钢管、铜管和其它金属管

制成, 圆环形状的大小, 可根据被检验试样的大小而定, 一般采用外圆直径为  $\phi 20\text{mm} - \phi 30\text{mm}$ 、高度  $\phi 15\text{mm} - \phi 20\text{mm}$ 、壁厚  $4\text{mm} - 8\text{mm}$  的管料, 然后在圆环上攻内螺纹, 选用 M6 螺钉固紧试样, 该夹具适用于圆弧形表面的试样。夹具硬度与试样的硬度差别应很小, 否则, 试样在磨抛时会在试样与夹具之间造成台阶, 使夹具起不到保护试样边缘的作用。

#### (2) 热镶嵌

对于金属镀层等细小或不规则外形的金相试样, 磨抛时不易握持, 为防止边缘倒角, 就需要用粉末进行热镶嵌, 常用材料有电玉粉和胶木粉, 镶嵌时在压模内加热至  $130^\circ\text{C} - 160^\circ\text{C}$ , 同时加压到  $20\text{MPa} - 30\text{MPa}$ , 保温  $8\text{min} - 20\text{min}$ 。镶嵌机体积小, 操作方便, 温度能自行控制, 可基本满足需要。试样的几何尺寸实际上制约着样品在手工机械磨光和抛光过程中的平衡控制, 如果在进行磨光前镶嵌阶段多留意一下样品最终磨制时的高度, 会有效的提高工作效率; 一般情况下, 磨面越大, 试样高度越低, 稳定度就越大, 越有利于对试样的平衡控制, 镶嵌试样的直径为  $\phi 22\text{mm}$ , 其高度应控制在  $12\text{mm} - 15\text{mm}$ 。

#### (3) 冷镶嵌

冷镶嵌适用于不能受热和受压的金属镀层试样, 实践证明效果好的是用环氧树脂胶和胺类化合物固化剂, 并能在室温下固化。其用量应适当。常用的配方有环氧树脂  $100\text{g}$ 、乙二胺  $8\text{g}$ , 还有少量的添加剂。镶嵌时, 首先将试样磨面磨平, 置于放有一薄纸的平板上, 外部套以适当大小的套管, 按配方准

收稿日期: 2006-09-01

作者简介: 闫洪 (1961- ), 男, 江苏南京人, 大学本科学历, 高级工程师, 从事表面处理及性能检测研究, 出版专著 2 本, 发表论文数十篇。

确称量,搅拌均匀成糊状后浇注于套管内,然后让其凝固即成,套管可用钢管、铜管、铝管和塑料管等。

1.2 试样的磨光

磨光的目的是得到平整的磨面,这种磨面上还留有許多极细的磨痕,此痕在以后的抛光过程中消除。与金属材料的磨光不同,磨制金属镀层的金相试样时要特别注意使磨面垂直于表面镀层,避免产生倾斜,否则将会对表面镀层厚度以及组织的显示造成失真,得出错误的实验结果。另外还要避免磨制方向垂直于镀层表面,使二者呈 45° 角,以免产生崩裂和倒角现象。手工磨制是在由粗到细的金相砂纸上进行的,金相砂纸的规格见表 1。一般试样可在 W<sub>40</sub>— W<sub>5</sub> 金相砂纸之间由粗到细进行磨制,当砂纸在试样磨面上留下的划痕方向一致时,即可将试样稍转一定角度,然后更换下一道砂纸,试样应顺着—个方向磨制,不可来回磨制。

表 1 金相砂纸的规格

粒度号	粒度尺寸,μm	粒度号	粒度尺寸,μm
320( W <sub>40</sub> )	28— 40	1400( W <sub>3.5</sub> )	3. 0— 3. 5
400( W <sub>28</sub> )	20— 28	1600( W <sub>3</sub> )	2. 5— 3. 0
500( W <sub>20</sub> )	14— 20	1800( W <sub>2.5</sub> )	2. 0— 2. 5
600( W <sub>14</sub> )	10— 14	2000( W <sub>2</sub> )	1. 5— 2. 0
800( W <sub>10</sub> )	7— 10	2500( W <sub>1.5</sub> )	1. 0— 1. 5
1000( W <sub>7</sub> )	5— 7	3000( W <sub>1</sub> )	0. 5— 1. 0
1200( W <sub>5</sub> )	3. 5— 5	3500( W <sub>0.5</sub> )	0. 5 以下

1.3 试样的抛光

抛光是将试样磨制产生的磨痕和变形层去掉,使其成为光滑镜面的最后一道工序。机械抛光是在专用金相试样抛光机上进行,试样磨面应均衡地轻压在抛光盘上,同时,试样沿径向来回移动,并作轻轻转动。若长时间的固定在一个位置和方向抛光,不但使抛光织物局部磨损太快,而且还容易产生拖

尾现象。对于镍镀层中含有硬质相碳化硅的试样,必须采用上述措施才能使碳化硅质点有清晰的轮廓,抛光时可用毛呢、丝绒和帆布作为抛光织物,抛光粉有氧化铝、氧化铬和氧化镁粉等。

2 光学金相显微镜的类型和特点

金相显微镜有台式、立式和卧式三大类,它们都由光学系统(包括目镜、物镜)、照明系统、机械系统和摄影系统等四部分组成。台式金相显微镜属于小型金相显微镜,特点是结构简单、体积小、重量轻。立式显微镜为中型金相显微镜,结构要比台式复杂一些,精度也较高,光学系统作了较合理的调整,因而光的亮度增加,其使用性能和操作方法更加完善,如立式金相显微镜有明视场、暗视场、偏振光和摄影装置等,主要优点是体积小、节约地方、结构紧凑,使用方便。卧式金相显微镜是大型金相显微镜,其设计较为完善,制造精度高,图像质量佳,特别是照明光学系统采用了稳定的强光作为光源,此类显微镜广泛应用于金相试验研究工作中。

3 金属镀层的金相分析

3.1 化学镀镍磷合金层

将镀制的试样用金相砂纸打磨和抛光,经过清洗、吹干后,在光学显微镜下观察,横截面的显微组织特征是化学镀 Ni— P 合金镀层均匀致密,基本无孔隙和缺陷(见图 1)。因此,化学镀镍磷合金能有效地防护基体合金。另外,用金相显微镜对镀层的形貌进行观察,发现化学镀 Ni— P 合金的沉积形态为明显胞状,这是由于 Ni 原子和 P 原子的沉积是围绕基体上形核中心进行的,并以胞状形式生长,沉积

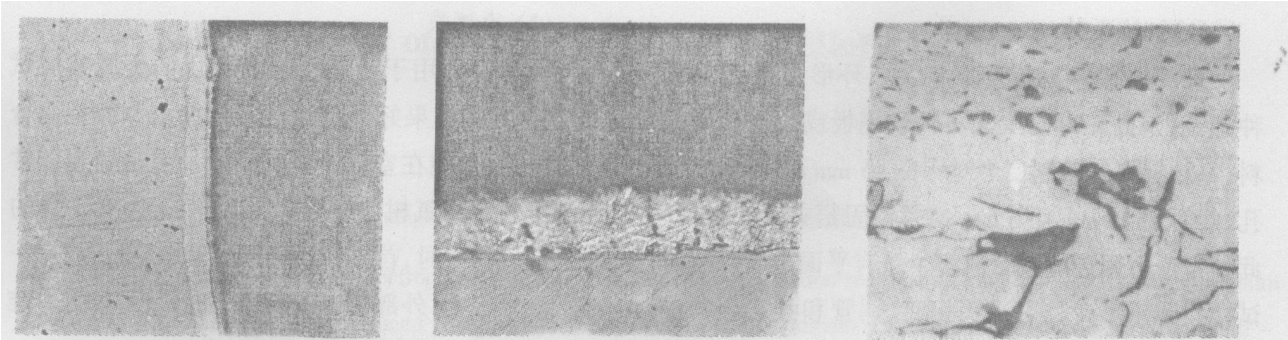


图 1 化学镀 Ni— P 合金镀层的金相图片 (500×) 图 2 热浸镀锌铝合金层的金相图片 (200×) 图 3 Ni— P— SiC 复合镀层的金相图片 (400×)

速度不同, 胞状颗粒的大小不同, 这直接影响到镀层的表面质量<sup>[1]</sup>。

### 3.2 热浸镀锌铝合金层

对试样进行金相观察, 热浸镀锌铝合金层与基体结合良好, 比较均匀, 组织细密; 镀锌铝的钢件由外层镀锌铝层和铁锌铝的扩散层两部分组成, 镀层与钢基体之间的扩散层为金属间化合物层, 该中间层使基体与镀层之间成为冶金结合, 具有很强的结合力(见图 2)。说明在热浸镀过程中, 当锌铝液和钢件接触时, 钢基体与锌铝之间的相界面反应在分界面上生成  $ZnAlFe$  相金属间化合物。

### 3.3 复合镀层

如图 3 所示, 当化学复合镀工艺合理时, 在  $Ni-P-SiC$  复合镀层的金相组织中,  $SiC$  颗粒弥散分布均匀, 镀层与基体结合良好, 由于  $SiC$  镶嵌在镀层中, 起到了弥散强化的作用, 因此, 复合镀层的硬度和耐磨性增加。镀层中  $SiC$  颗粒的复合量随镀液中  $SiC$  颗粒含量的增大而增加, 通过控制镀液中  $SiC$  颗粒的含量, 可获取不同微粒复合量的  $Ni-P-SiC$  复合镀层。

采用光学显微镜对镀层磨痕进行形貌观察, 结果表明, 纯  $Ni$  镀层表面粗糙不平, 边缘有少量磨屑, 中心部位呈严重黏着状态; 而电刷镀  $Cu/Ni$  纳米复合多层镀层的磨痕表面较为平整, 中心区域出现少量黏着磨损的痕迹。表面分析表明, 纯  $Ni$  镀层的磨痕程度比  $Cu/Ni$  复合镀层要严重的多, 纯  $Ni$  镀层的磨痕表面有许多犁沟出现, 其磨损机制为磨屑磨损; 而  $Cu/Ni$  多层膜的磨痕表面较为平整, 呈现明显的黏着疲劳磨损形貌; 这是因为在多层膜与钢球对磨损的过程中, 软金属  $Cu$  层的对偶件表面转移黏着, 形成转移膜, 使摩擦发生在镀层与转移膜之间, 形成

黏着疲劳磨损<sup>[2]</sup>。

### 3.4 电镀铬层

在 100–200 倍的显微镜下观察, 电镀铬呈现互相联通、纵横交叉的网状裂纹, 这些裂纹不但能够贮油、润滑、减摩, 而且能提高镀层硬度, 微裂纹电镀铬工艺已在轿车减振器中应用, 获得良好效果。但是, 用金相显微镜观察失效模具的表面, 发现镀铬层局部表面存在网状裂纹, 形成的主裂缝沿着原始网状裂纹而扩展。这是因为铬层具有很高的硬度而且很脆。在模具受力的过程中, 由于局部的形变造成应力集中的地方, 是裂缝萌生源。当局部应力大于抗拉强度时, 导致镀层上原有的网状裂纹进一步扩展开裂成为裂缝, 因此, 镀铬层表面存在的网状裂纹是导致模具表面出现微裂缝的主要原因<sup>[3,4]</sup>。

## 4 结语

金属镀层的许多性能与金相组织有密切的联系, 金相分析技术也是建立在对镀层微观组织认识的基础上。随着金属镀层应用的日益广泛和研究的深入, 镀层的金相检验方法越来越受到重视, 在合金镀层的发展中, 金相分析技术将在生产和应用领域发挥更加重要的作用。

### 参 考 文 献

- [1] 曹文博, 任晨星, 关绍康. 高锌镁合金化学镀镍磷初始沉积特征的研究[J], 材料保护, 2006, 39(2): 11–13
- [2] 杨红军, 谭俊, 郭文才等. 电刷镀  $Cu/Ni$  纳米复合多层膜的微动磨损性能[J], 电镀与涂饰, 2006, 25(6): 1–3
- [3] 朱自华. 浅析微裂纹工艺[J], 电镀与精饰, 2000, 22(2): 27–28
- [4] 张勃, 杨怡春. GCr15 钢冲模失效原因分析[J], 材料保护, 2005, 38(8): 64–66

## Preparation and Microscopic Analysis of Metallic Coating Sample

Yan Hong

(kunming metallurgy research institute, Kunming, 650031)

**Abstract** Preparation of coating microscopic sample is very difficult than general metal material. Therefore, on the basis of theory and practice, Preparation and microscopic analysis of metallic coating samples are described in this paper.

**Key words** metallic coating; sample preparation; microscopic analysis