

【机械镀】

机械镀锌层金相试样的制备技术

王胜民¹, 赵晓军¹, 何明奕¹, 刘丽²

(1. 昆明理工大学机电工程学院, 云南 昆明 650093; 2. 云南民族大学化学与生物技术学院, 云南 昆明 650031)

摘要: 机械镀锌层的物理结构特征不同于热浸锌层及电镀锌层, 其金相试样的制备是镀层组织、结构研究的关键。根据机械镀锌层的镀层特性, 介绍了镀层金相试样制备过程中取样、镶嵌、磨制、抛光和化学侵蚀等关键操作, 并指出了应注意的事项和操作要点。实践表明, 采用本文提出的机械镀锌层金相制备方法, 可快速制备高质量的金相试样。

关键词: 机械镀锌; 金相试样; 金相分析; 制备

中图分类号: TG115.21; TG178

文献标识符: A

文章编号: 1004-227X(2007)12-0021-04

Preparation technique of metallographic specimen of mechanically deposited zinc coating // WANG Sheng-min, ZHAO Xiao-jun, HE Ming-yi, LIU Li

Abstract: The physical structure characters of mechanically deposited zinc coating are different from that of hot-dipped zinc coating and zinc plating deposit. The preparation of metallographic specimen of mechanically deposited zinc coating is the key to study the coating tissue and structure. According to the characteristics of mechanically deposited zinc coating, some essential operations, such as sampling, inlaying, grinding, polishing and etching in the preparation of metallographic specimen of mechanically deposited zinc coating were introduced and notices and key points in operation were indicated. Practice showed that by using the preparation method of metallographic specimen of mechanically deposited zinc coating mentioned in this paper, metallographic specimen with high quality can be quickly obtained.

Keywords: mechanical zinc plating; metallographic specimen; metallographic analysis; preparation

First-author's address: Research Institute of Material Protection, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China

收稿日期: 2007-07-06

基金项目: 昆明理工大学青年基金项目(校青 2006-10); 国家自然科学基金(50561003)。

作者简介: 王胜民(1977-), 男, 河北武邑人, 副教授, 博士研究生, 研究方向为金属表面的腐蚀与防护。

作者联系方式: (Email) wsmkm2000@sina.com。

1 前言

传统的镀锌工艺主要包括热浸镀和电镀。热浸镀锌的镀层形成时, 锌原子经过形核、长大形成镀层, 即经过结晶形层。形成镀层的锌首先由固态变为液态, 再在待镀基体表面上凝固结晶为固态。锌在钢铁件表面形核, 随后扩散生长, 发生了冶金结晶, 最终形成由 Γ 、 Γ_1 、 δ 、 ζ 、 η 等相组成的镀层组织, 镀层和基体之间为冶金结合^[1]。电镀锌过程是在外电场的作用下, 使锌离子在钢铁件表面还原为金属锌, 即形成电沉积结晶层, 镀层和基体之间为冶金结合。机械镀锌是利用金属锌粉在镀液环境中的聚集分散以及在基体表面的吸附沉积, 借助于冲击介质的冲击、摩擦作用形成金属镀层。其形成过程是把经过前处理(脱脂、除锈)的零件放入转动的滚筒中, 加入水和冲击介质(玻璃丸), 形成一个具有碰撞和搓碾作用的流态环境, 根据预定的镀层厚度加入金属锌粉和活化剂, 在药剂和机械碰撞的共同作用下在零件的表面逐渐形成镀层。机械镀锌层是在室温下, 没有外加电场, 也没有高温冶金反应, 金属锌粉在物理化学作用下在基体表面吸附、沉积成层, 再在冲击介质的力学作用下成为致密的金属镀层, 镀层属于非结晶过程形成层体, 或称为无结晶镀层^[2], 镀层和基体之间的结合以机械咬合为主。所以, 机械镀锌层结构特征与电镀锌层、热浸锌层有着根本的区别。近几年来, 随着机械镀锌小五金防腐领域的广泛应用, 机械镀锌及机械镀锌基复合镀层特征的研究也成为热点。而制备高质量的机械镀锌层金相试样是研究镀层特征的首要条件, 机械镀锌层的结合强度要稍低于电镀锌层和热浸锌层, 所以金相试样的制备与传统镀锌层或其它金属镀层有着明显的差别, 尤其在镶样、磨制、抛光时更有一些特殊的操作技巧。故本文介绍机械镀锌层金相试样准备的一些经验, 希望有助于机械镀锌工艺的研究和发展。

2 机械镀锌层金相试样制备要点

机械镀锌层试样的制备分为取样、镶嵌、磨制、抛光和化学浸蚀 5 个步骤。下面结合机械镀锌层的结构特点分别阐述以上 5 个步骤中应注意的技术问题。

2.1 取样

取样应根据要求,在关键部位之一处或多处选取。取样部位应根据研究目的而定。例如,如果想通过断面金相显微镜法确定镀层的厚度,最好选择镀件的中间部位,避开镀件的边缘、尖角、凹槽等部位,因为机械镀锌工艺特点决定了其镀层厚度在工件边缘、尖角、凹槽、浅孔、螺纹牙尖或根部等部位分布不均匀^[3]。如果研究螺牙部位镀层的覆盖情况,则必须在螺牙部位取样。

取样时一般采用应力弱的电火花切割或手工锯削取样,尽量不要采取砂轮片切割。因为机械镀锌层和基体之间以机械咬合为主,钢铁基体和锌层(锌粉颗粒堆积致密体)物理性能(如氧化性能、熔点、硬度、导热性能等)相差甚大,若采用砂轮片切割,镀层和基体钢铁之间热性能相差较大而导致镀层烧损或脱落。采用线切割取样,切割精度高,切削应力小,容易保证取样完整。但一般金相实验室不配备电火花切割设备,故手工锯削取样是常采用的较为便利的方法。手工取样时,为保证镀层免遭意外破损,用旧棉布将镀件某些部位包裹,然后夹持在台虎钳上,手工慢速锯削取样。

取样时要考虑镀层试样的尺寸大小。尺寸太小,不利于取样;取样太大,难以镶样,且镶样填料、固化剂消耗量大。因为机械镀锌层试样通常为镶嵌后握持磨样,一般直径或边长为 10~15 mm,高为 8~12 mm,尺寸不易选取过大。

2.2 镶嵌

镀层一般位于基体的表面,观察分析的部位往往是镀层的截面,在镀件的截面位置,镀层位于镀件截面的边缘,按常规的试样制备方法操作易导致试样边缘会出现倒边。机械镀锌镀层厚度只有几微米或几十微米,且处于易倒边的位置,无法用金相显微镜在此弧面上清楚地聚焦。如试样磨制或抛光掌握不好还会出现镀层与基体剥离。为了防止因制样造成的镀层倒边、剥离,机械镀锌镀层试样制备时要进行边缘保护和试样镶嵌。

在机械镀锌试样上要观察的镀层部位包裹至少几十微米厚度的保护层,此保护层材料的硬度应与被测

机械镀锌相近,二者的颜色也应有较好的对比度。此外,包覆保护层时要注意,不要损伤待测镀锌层,例如,划伤、浸蚀或形成合金化膜。根据经验可采用易拉罐皮作保护层,只需用强粘结剂(如 502 粘结剂)将裁剪成合适尺寸的易拉罐皮粘附在机械镀锌层的外表面(见图 1),然后将包覆有易拉罐皮的镀锌试样一同进行镶嵌。

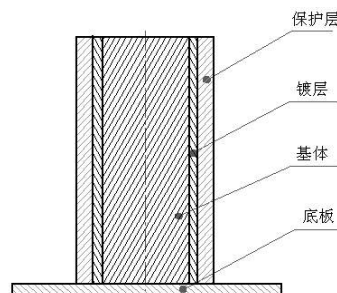


图 1 机械镀锌层试样的边缘保护
Figure 1 Edge protection of the specimen of mechanically deposited zinc coating

金相试样镶嵌一般有 3 种方法^[4]: (1) 机械夹持法。根据镀件试样的形状可分为板形夹具和环形夹具,环形夹具适合于柱形表面镀层试样,制作繁杂,难以保证镀层试样的质量,故较少采用。板形夹具,适合于板状表面镀层试样,常采用合适尺寸和厚度的两块钢板将板状镀件夹持在中间,然后在钢板上钻孔,最后采用螺栓紧固;因为螺栓作用力的不均匀性,故难以使钢板—镀件—钢板紧密接触,进而难以保证镀层试样的质量。(2) 热镶嵌。常采用电木粉为填料,在专用镶嵌机上加热、加压,使包覆在镀件样外围的填料熔化,致密化,冷却。采用热镶嵌时,要考虑镀层试样是否受加热、加压的影响。(3) 冷镶嵌。利用填料和固化剂在室温下的化学作用机理使试样周围的填料固化来制备试样,适用于不能受热的金属镀层试样。机械镀锌层试样一般形状不规则,不像铸铁、铸钢、钢铁件那样可方便从工件上割取,且镀层不是纯锌金属致密体,而是锌粉颗粒构成的致密性层体,所以镶嵌时尽量避免对镀层加热、加压,否则可能影响镀层的结构分析。实践证明,采用冷镶嵌比较适合于机械镀锌层的制样。多次试验证明,冷镶嵌采用医用自凝造牙粉作为填料,自凝牙脱水作为固化剂,试样的固定比较牢固,并且磨制后没有镀层倒边、剥离现象。镶嵌时,首先将试样截面较平的一端倒置在平整的薄纸板(作为底板)上,采用适合管径的不锈钢、铝合金管或 PVC 管作为外套管,将外套管罩住纸板的试样;按配方将自凝造牙粉和自凝牙脱水混合并调整到粘稠

状, 缓慢倒入套管中直至填满套管中空隙 (见图 2), 放置几分钟后待填料固化即可。

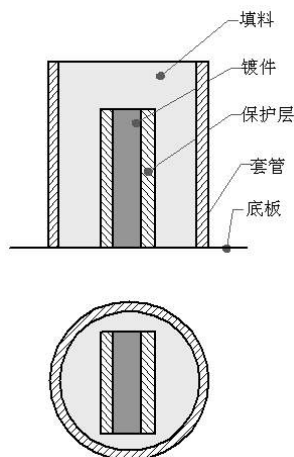


图 2 机械镀锌镀层试样的冷镶嵌

Figure 2 Cold inlaying of the specimen of mechanically deposited zinc coating

2.3 磨制与抛光

机械镀锌层试样的磨制目的是将镀件截面表面磨至光滑、平整, 使工件和镀层在截面上保持同一高度, 容易在金相显微镜下分析镀层的厚度和组织结构特征。磨制过程可分为粗磨和细磨两步。粗磨的目的主要是修整试样表面, 使其平整, 可在 1 号金相砂纸上手工磨制。尽量不要采用砂轮粗磨, 否则易造成镀层的烧损、崩落, 且不容易将试样磨平。细磨时采用金相砂纸从 02 号手工磨至 06 号。磨制时要保证手用力均匀, 试样整个截面同时磨制。磨制方向尽量不要垂直镀层截面平行方向, 也不要与镀层截面平行方向相互平行, 磨制方向应与镀层截面平行方向成一合适夹角 (见图 3), 保证镀层和工件基体之间不分离 (当基体两平行表面都有镀层时要选择靠近磨制方向的镀层作为分析对象)。当以镀层厚度、镀层厚度均匀性或镀层/基体之间结合力为研究对象时, 可以不考虑基体截面上的微条纹, 只要保证镀层和基体在同一水平面上即可。

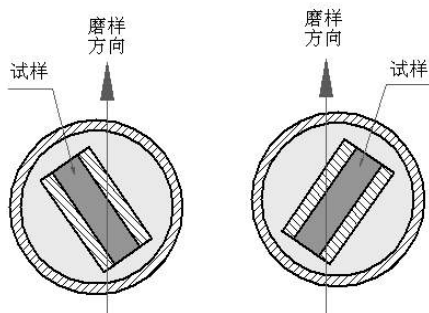


图 3 机械镀锌层试样的磨制方向

Figure 3 Grinding direction of the specimen of mechanically deposited zinc coating

图 4 为金相显微镜下分析镀层厚度时的试样照片, 图中基体、镀层均清晰可见, 虽然试样截面存在有明显的微条纹痕迹, 但这并不影响镀层的厚度分析, 镀层厚度可根据带标尺目镜计算。图 5 为金相显微镜下分析镀层/基体结合界面的试样照片。图中基体和镀层之间存在明显的界面, 没有发现过渡层存在, 镀层和基体之间可明显观察到机械咬合状态。

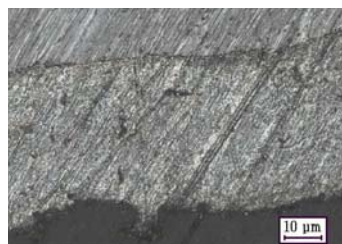


图 4 机械镀锌层金相照片

Figure 4 Metallographic image of mechanically deposited zinc coating

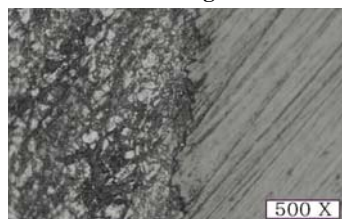


图 5 机械镀锌层镀层/基体结合界面的金相照片

Figure 5 Metallographic image of interface between mechanically deposited zinc coating and substrate

抛光是机械镀锌层试样制备成功与否的关键, 因为机械镀锌层和基体材质的电化学特性相差太大, 不适于选择电解抛光处理, 所以机械镀锌层试样选择机械抛光。抛光时要掌握 3 个要点: 一是抛光时间要尽量短, 只要将试样截面上的磨制条纹消除 (或大部分消除) 即可。否则, 随着抛光时间的延长, 试样截面上镀层和基体会产生高度差, 金相显微镜下难以观察镀层和基体的结合界面。所以, 抛光过程要随时用显微镜观察, 防止试样的过抛光。二是尽量不使用抛光剂, 尤其是不要使用三氧化二铝等硬质颗粒作为抛光剂。经验表明, 使用干净自来水抛光可获得平整、光滑的截面。三是选择合适的抛光方向, 抛光时, 镀层的平行方向不要和抛光盘转动切向平行或垂直, 而是成一锐角或钝角 (见图 6); 抛光过程中试样不要频繁更换方位, 以免造成镀层脱落。总之, 抛光时要做到连续加清水短时抛光。

2.4 化学浸蚀

机械镀锌层形成过程没有电镀过程的电解沉积, 也没有热浸锌过程的高温冶金反应; 镀层是由微

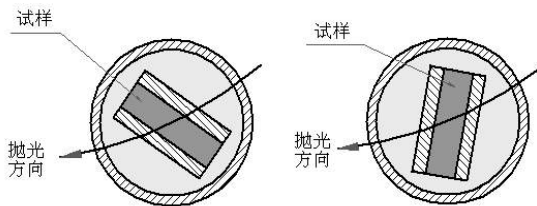


图6 机械镀锌层试样的抛光

Figure 6 Schematic diagram of the polishing direction of the specimen of mechanically deposited zinc coating

细锌粉颗粒在镀液环境中吸附、沉积，然后致密化成层的，所以，镀层结构主体是由锌粉颗粒致密堆积而成^[5]。可将镀层和基体视为层状复合材料^[6]，在这种层状复合材料中钢和锌的物化性能不同，尤其是电化学性能相差太大，所以不适于选择电解浸蚀方法，最好选择化学浸蚀。化学浸蚀的方法简单易行，但选择合适的浸蚀剂是浸蚀操作的关键。经验表明，大多数情况下机械镀锌层试样化学浸蚀时选用4% HNO₃酒精浸蚀剂即可。

化学浸蚀时间的长短与试样的研究目标有关，研究目标的差异决定着化学浸蚀的程度以及是否对试样浸蚀。机械镀锌层试样通常的研究目标包括：镀层的厚度及其均匀性，镀层中锌粉的分布以及尺寸不等颗粒的填充情况，镀层和基体之间的结合界面分析，镀层中锌粉颗粒的变形情况。例如，当研究镀层的厚度及其均匀性时，需保证镀层完整性，同时要能清晰观察到镀层/基体的界线。此时，镀层要短时轻抛光，用自来水冲洗短时浸蚀或不浸蚀，这样可以避免镀层遭到破坏或变形。当研究镀层中锌粉颗粒的变形情况时，要保证浸蚀过程将锌粉颗粒的边界显示出来，同时还要防止锌粉颗粒之间因大塑性变形而发生金属键结合

的部位被浸蚀剂腐蚀掉，故浸蚀时要把握好时间。

根据上述制样操作要点，笔者在机械镀锌层试样的制备过程中，从取样、镶嵌、磨制、抛光到化学浸蚀都采用了相应的操作方法，成功地制备出所需要的镀层金相试样，均能达到预期的分析目的。

3 结语

机械镀锌的物化性能与镀层的组织、结构有着密切的联系，只有制备出高质量的金相试样才能在研究工作中得出正确的组织分析结果。机械镀锌层试样一般都要经历取样、镶嵌、磨制、抛光和化学浸蚀步骤，但在金相分析时要做到具体问题具体分析，针对不同的研究目标合理调整试样制备过程的操作要点，制备出满足金相分析要求的镀层试样。随着机械镀工艺应用的日益广泛和研究的逐步深入，镀层试样的制备方法越来越受到重视，尤其是在机械镀合金或复合镀层的发展中，金相制备技术将在研究和应用领域发挥更加重要的作用。

参考文献：

- [1] 张启富，刘邦津，黄建中. 现代钢带连续热镀锌[M]. 北京：冶金工业出版社，2007：114-116.
- [2] 何明奕，王胜民，刘丽，等. 无结晶金属微粉形成镀层——机械镀[J]. 金属热处理，2006，31 (2): 16-19.
- [3] BROOKS A. Mechanical plating [J]. Met Finish, 1983, 81 (8): 53-57.
- [4] 林丽华，章国英，腾清泉，等. 金属表面渗层与覆盖层金相组织图谱[M]. 北京：机械工业出版社，1998：8-10.
- [5] 王胜民，何明奕，赵晓军，等. 机械沉积无结晶锌镀层的致密性研究[J]. 功能材料，2007，38 (1): 151-153.
- [6] 周俊杰，庞玉华，苏晓莉，等. 异种金属层状复合材料金相试样的制备技术[J]. 理化检验—物理分册，2005，41 (10): 501-504.

【编辑：彭元芳】

《电镀与涂饰》杂志已开通网上投稿

该方式摆脱了电子邮件对附件大小的限制，投稿作者只需点击网站首页（www.plating.org）左侧“网上投稿”按钮，即可进入相关页面。

投稿时，请将各项信息全部填写。编辑部在收到稿件后的几日内会以邮件形式回复，请作者注意查收。

由于上传稿件窗口为弹出窗口，因此安装了控制弹出窗口软件的作者，请暂时将其关闭。上传稿件时，按照提示操作即可，请勿多次上传同一稿件。

感谢各位作者对《电镀与涂饰》杂志的信任与支持！