

# 金属和氧化物覆盖层 横断面厚度显微镜测量方法

本标准详细说明了运用金相显微镜对金属镀层、氧化物覆盖层的局部厚度作横断面显微测量的方法。

本标准还可以测量釉瓷或搪瓷覆盖层的局部厚度及测量薄的厚度。用金相显微镜进行测量,其绝对精度可达到  $0.8\mu\text{m}$ 。

本方法可作为金属镀层、氧化层厚度测量的仲裁方法

本标准等效采用国际标准 ISO 1463—1982《金属和氧化物覆盖层 横断面厚度显微镜测量方法》

注:局部厚度:在试样上指定的部位内,作规定次数的测量。其厚度取平均值。

## 1 方法概述

从待测件上指定的位置切割一块试样,镶嵌后,对横断面进行适当的研磨、抛光和浸蚀,用校正过的标尺测量覆盖层横断面的厚度。

## 2 影响测量精度的因素

### 2.1 表面粗糙度

若覆盖层或覆盖层的基体表面是粗糙的,则与覆盖层横断面接触的一条或两条界面线也是不规则的,以致不能精确测量〔见附录 A(补充件)中 A·4〕

### 2.2 横断面的斜度

横断面必须垂直于待测覆盖层,若有偏差,则测得的厚度将大于真实厚度。如垂直度偏差  $10^\circ$ ,则测量值比真实厚度大  $1.5^\circ$ 。

### 2.3 覆盖层变形

镶嵌试样和制备横断面的过程中,过高的温度和和压力将使软的或低熔点的覆盖层产生变形,在制备脆性材料横断面时,过度的打磨也同样会产生变形

### 2.4 覆盖层边缘倒角

制备试样时,不正确的镶嵌、研磨、抛光和浸蚀都会引起覆盖层横断面的边缘倒角,或者不平整,采用显微镜测量则得不到真实厚度,因此在镶嵌之前,试样常要附加镀层。这样可使边缘倒角减至最小(见 A.1)

### 2.5 附加镀层

在制备横断面时为了保护覆盖层的边缘,以避免测量误差。常应在试样上附加镀层。附加镀层前,应注意不要损坏待测量的镀层并避免因除油、酸洗或形成合金而使镀层减薄。

### 2.6 浸蚀

适当的浸蚀能在两种金属的界面线上产生暗细而清晰的界面线;过度的浸蚀会使界面线不清晰或线条变宽,使测量产生误差。

### 2.7 遮盖

不适当的抛光会使一种金属遮盖在另一种金属上,造成两种金属的真实界面线模糊或不规则,达不到平直分明的要求。为了证实遮盖是否存在,可反复地进行抛光、浸蚀和测量厚度。若测量结果有比较明显的变

化,则说明测量中存在遮盖。

### 2.8 放大倍数

对于待测定的任何一个覆盖层厚度,测量误差一般是随放大倍数减小而增大。一般选择放大倍数时应使视场直径为覆盖层厚度的 1.5 至 3 倍。

### 2.9 载物台测微计的标定

载物台测微计若未经比较严密的标定,则会产生百分之几的误差,而测微计标定的误差都将反映到试样的测量中。常用的标定方法是:以满标尺的长度为正确,然后使用螺丝游动测微计测量每格长度。根据比例算出每格刻度值。

### 2.10 目镜测微计的标定

螺丝游动测微计可提供精确的测量结果。目镜的标定应高于测量精度,目镜的标定应由测量厚度的操作者完成

目镜测微计重复标定误差应小于 1%。标定载物台测微计的两条线的间距应在  $0.2\mu\text{m}$  或 0.1% 以内(有些载物台测微计的精度是经制造厂验证过的;有些载物台测微计在测量距离为 2 mm 时,误差为 1 或  $2\mu\text{m}$ 。当测量距离为 0.1mm 和 0.01mm 时,其误差为  $0.4\mu\text{m}$  或者更大。若载物台物测微计未作精度验证,则应标定)。

目镜测微计其有非线性特征,也能使短距离的测量误差达 1%。

### 2.11 对位

目镜测微计移动的回程间隙也能引起测量误差。若在对位过程中,始终朝同一方向移动,该误差就会消除。

### 2.12 放大倍数的一致性

放大倍数在整个视场内可能不一致,因此如果没有将界面处于光轴中心,就对视场的同一段进行标定和测量,也会出现误差。

### 2.13 透镜的质量

图象不清晰也是产生不正确测量值的因素之一。质量差的透镜难于作出精确的测量。可用单色光束改善图象清晰度。

### 2.14 目镜的方位

目镜的准线在对线时移动的过程中必须与覆盖层横断面的界面线垂直,若偏离 10 其误差为 1.5%。

### 2.15 镜筒的长度

镜筒长度的变化会引起放大倍数的变化,若此变化发生在标定和测量过程中,则测量不准。

目镜在镜筒内重新定位时,改变目镜镜筒焦距时,以及在进行显微镜微调时,镜筒长度均可能发生变化。

## 3 横断面的制备

在镶嵌、研磨、抛光、浸蚀试样过程中其要求为:

3.1 横断面垂直覆盖层;

3.2 覆盖层表面平整,其图象的整个宽度应在测量时所取的放大倍数下同时聚焦;

3.3 由于切割和制备横断面所引起的变形材料要清除掉。

3.4 覆盖层横断面上的界面仅由外观反差就能明显地确定或由一条易于分辨的细线确定。

制备横断面的方法除上述内容外,在附录 A 中有详细叙述。一些典型的浸蚀剂列于附录 B(补充件)。

## 4 测量

4.1 应注意第 2 章和附录 A 中所列的各种因素对测量的影响。

4.2 用验证或标定过的载物台测微计校准显微镜及其测量装置。

4.3 测量覆盖层横断面图象的宽度,在显微断面上,沿长度至少取五点测量。

## 5 精度要求

对于显微镜及其附件的使用与标定,以及横断面的制备方法都应加以选择,使待测覆盖层厚度的误差在  $1\mu\text{m}$  或真实厚度的 10% 中较大的一个值之内,在良好的条件下,使用一台金相显微镜,本法能得到  $0.8\mu\text{m}$  的绝对测量精度,当厚度大于  $25\mu\text{m}$  时,合理的误差均为 5% 或者更小。

## 6 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a. 所取横断面在镀件上的位置;
- b. 每点上测量的厚度(见 4.3)以微米计,若大于 1mm 以毫米计;
- c. 局部厚度,根据测量值计算的算术平均值;
- d. 横断面上测量点分布的长度。

## 附录 A

### 关于横断面制备及测量厚度的指南

#### (补充件)

试样的制备和覆盖层厚度的测量受各个工序的影响很大。适用的工艺方法很多,仅仅规定采用某工艺方法是不合理的。但是要包括所有运用的工艺方法也不可能。本附录中叙述的技术只是作为一种指南。供金相工作者作覆盖厚度测量时使用。

#### A.1 镶嵌

为了防止覆盖层横断面边缘倒角,应支撑覆盖层的外表面。覆盖层与支撑物之间不应留间隙。为此,常在试样上镀覆硬度与覆盖层硬度相近的一种金属,作为附加镀层,厚度至少为  $10\mu\text{m}$ 。对于硬的,脆的覆盖层(如氧化物或铬镀层),镶嵌前可将试样样紧紧地裹上一层软铝箔。

如果覆盖层较软,测不能附加更软的金属镀层,因为金属越软就越容易被抛光掉。

锌和镉镀层上不能附加铜镀层,因为在浸蚀过程中,铜会被溶解沉积到锌和镉镀层上。锌镀层上应附加镀锡,反之亦然。

#### A.2 研磨和抛光

保持镶嵌的横断面与覆盖层垂直是一个关键。塑料镶嵌时,在外表面边缘处必须夹持几片相似金属的薄片。

研磨前,在镶嵌好的边缘刻上一考标记,就容易测定出偏离水平的倾斜度。研磨操作方向与覆盖层表面成  $45^\circ$  角,每更换一次砂纸,研磨方向应与前次方向成  $90^\circ$ 。研磨时间不宜过长,压力应保持最小。

镶嵌试样的研磨应用选合适的砂纸和润滑剂,一般选用 100 号或 180 号砂纸、水和无色酒精。当磨去所有变形的部位,试样的真实轮廓显现出来时,就可依次换用 240、320、500、600 号的砂纸进行研磨。每次研磨时间不宜超过 30~40s。最后在抛光盘上抛光 2~3min 抛光盘上粘有金刚砂粒为  $1\sim 8\mu\text{m}$  的研磨膏。以无色酒精作润滑剂消除划痕,便于观察。如对表面抛光等级要求特别高时,可选用金刚砂粒为约为  $1\mu\text{m}$  的研磨膏进行抛光。

在制备很软的金属试样时,研磨过程中砂粒容易被嵌入金属表面,这时应将砂纸全部浸入润滑剂中。或

采用循环流动润滑剂,使嵌入量减至最小,如果砂粒已经嵌入,清除的方法是:在研磨后和金钢石精抛前这段时期,采用轻度短时间精工抛光。或进行几次浸蚀、抛光交替循环处理。

### A.3 浸蚀

为了提高金属层间的反差,除去金属遮盖的痕迹并在覆盖层界面处显示一条细线。采用浸蚀的方法通常是适宜的。一些典型的浸蚀剂列于附录 B。

### A.4 测量

测量仪器一般采用螺丝游动测微计或目镜测微计,后者精度较差。将图象投影到毛玻璃板上的测量方法通常是不能令人满意的。因为图象的清晰度和标定的读数都比较差。

测量仪器在测量前和测量后至少要标定一次,标定和覆盖层测量时,都应同一操作者完成。载物台测微计和覆盖应放在视场中央,每测量一点至少要进行两次。测量值取平均值。

对于严格的仲裁性的测量,必须采用最佳技术和精度高的仪器,并且制备平滑的覆盖层和基体表面的试样。制备横断面和覆盖层厚度测量的所有步骤,从粗砂纸研磨直到测量至少都应进行两次。其重现性在 2% 或  $0.5\mu\text{m}$  之内。

某些显微镜容易发生载物台相对于物镜的自发移动,一般是光源热效应的不均匀引起的,在测量厚度中选用中、高倍放大倍数时,这种移动会产生测量误差。消除误差的方法是每一间隔测两次,一次从左到右,一次从右到左,使误差减至最小,迅速完成整个测量。

## 附录 B

### 室温下使用的一些典型浸蚀剂

#### (补充件)

#### 浸 蚀 剂

浸蚀剂	适用范围和说明
B.1 硝酸溶液(比重 1.42g/mL);5 mL90%乙醇(V/V)溶液;95 mL	用于钢铁上的镍或铬镀层浸蚀钢这种浸蚀剂应是新配制的
B.2 六水合三氯化铁( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ );10g 盐酸溶液(比重 1.16g/mL);2 mL 95%乙醇(V/V)溶液;98 mL	用于钢、铜、铜合金基体上的金、银、镍和铜镀层 浸蚀钢、铜和铜合金
B.3 硝酸溶液(比重 1.42g/mL);50mL 冰醋酸;50 mL	用于钢和铜合金上镀多层镍,显示组织及分辨每一层镍浸蚀镍,过度腐蚀钢和铜合金
B.4 过硫酸铵;10g 氢氧化铵溶液(比重 0.8g/mL);2 mL 蒸馏水;90 mL	用于铜和铜合金上的锡和锡合金镀层 浸蚀铜和铜合金 这种浸蚀剂应是新配制的
B.5 硝酸溶液(比重 1.42g/mL);5 mL 氢氟酸溶液(比重 1.14 g/mL);2 mL 蒸馏水;93 mL	用于铝和铝合金的镍和铜镀层 浸蚀铝及其合金
B.6 铬酐( $\text{CrO}_2$ );20 g 硫酸钠;1.5 g 蒸馏水;100 g	用于钢上锌和镉镀层,以及锌合金上的镍和铜镀层 浸蚀锌、锌合金和镉
B.7 氢氟酸溶液(比重 1.14g/mL);2 mL 蒸馏水;98 mL	用于铝合金的阳极氧化 浸蚀铝及其合金

注:在制备、使用、贮运和清除这些浸蚀剂要小心谨慎。