



中华人民共和国国家标准

GB/T 6462—2005/ISO 1463:2003
代替 GB/T 6462—1986

金属和氧化物覆盖层 厚度测量 显微镜法

Metallic and oxide coatings—
Measurement of coating inckness—Microscopical method

(ISO 1463:2003, IDT)

2005-06-23 发布

2005-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准等同采用 ISO 1463:2003《金属和氧化物覆盖层 厚度测量 显微镜法》(英文版)。

本标准等同翻译 ISO 1463:2003。

为了便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

- a) ‘本国际标准’一词改为‘本标准’;
- b) ‘该国’一词改为‘国家’;
- c) 用小数点‘.’代替作为小数点的逗号‘,’;
- d) 删除国际标准的前言。

本标准代替 GB/T 6462—1986《金属和氧化物覆盖层 横断面厚度显微镜测量方法》。与 GB/T 6462—1986相比主要变化如下:

- 标准名称改为《金属和氧化物覆盖层 厚度测量 显微镜法》;
- 增加了测量方法的适用范围(第 1 章);
- 增加了规范性引用文件(第 2 章);
- 增加了局部厚度定义(第 3 章);
- 增加了附录 B。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 为资料性附录。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国金属与非金属覆盖层标准化技术委员会(SAC/TC 57)归

本标准负责起草单位:武汉材料保护研究所、宁波永新光学股份有限公司。

本标准主要起草人:张德忠、曾丽珠、陈晓帆、王成。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 6462—1986。

金属和氧化物覆盖层 厚度测量 显微镜法

1 范围

本标准规定了运用光学显微镜检测横断面,以测量金属覆盖层、氧化膜层和釉瓷或玻璃搪瓷覆盖层的局部厚度的方法。

警告:应用本标准可能涉及到危险的材料、操作和装置的使用。本标准没有提出使用过程中的任何健康危害和安全问题。在运用本标准前,使用者有责任根据国家或当地的规定制定合适的健康和安全条例,并采取相应的措施。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 12334 金属和其他非有机覆盖层 关于厚度测量的定义和一般规则(idt ISO 2064)

3 术语和定义

GB/T 12334 确立的以及下列术语和定义适用于本标准。

局部厚度 local thickness

在参比面内进行规定次数厚度测量的平均值。

4 原理

从待测件上切割一块试样,镶嵌后,采用适当的技术对横断面进行研磨、抛光和浸蚀。用校正过的标尺测量覆盖层横断面的厚度。

注:有经验的金相学家对这些技术很熟悉,对于经验不足的操作者,第5章和附录A中给出了一些指南。

5 影响测量不确定度的因素

5.1 表面粗糙度

如果覆盖层或覆盖层基体表面是粗糙的,那么与覆盖层横断面接触的一条或两条界面线是不规则的,以致不能精确测量(见A.5)。

5.2 横断面的斜度

如果横断面不垂直于待测覆盖层平面,那么测量的厚度将大于真实厚度。例如:垂直度偏差 10° ,将产生1.5%的误差。

注:附录B中B.1提供了关于倾斜横断面的指南。

5.3 覆盖层变形

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

5.4 覆盖层边缘倒角

如果覆盖层横断面边缘倒角,即覆盖层横断面与边缘不完全平整,采用显微镜测量则得不到真实厚度。不正确的镶嵌、研磨、抛光和浸蚀都会引起边缘倒角,因此在镶嵌之前,待测试样常要附加镀层,这

样可使边缘倒角减至最小。(见 A. 2)

5.5 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,常在待测试样上附加镀层。在附加镀层前的表面准备过程中,覆盖层材质的除去将导致厚度测量值偏低。

5.6 浸蚀

适当的浸蚀能在两种金属的界面线上产生细而清晰的黑线;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。

5.7 遮盖

不适当的抛光或附加镀覆软金属会使一种金属遮盖在另一种金属上,造成覆盖层和基体之间的界面线模糊。为了减轻遮盖的影响,可反复制备金属镀层的横断面,直至厚度测量(见 A. 3 和 A. 5)出现重现,或附加镀覆较硬的金属。

5.8 放大率

对于待测的任何一个覆盖层厚度,测量误差一般随放大率减小而增大。选择放大率时应使显微镜视野为覆盖层厚度的 1.5 倍~3 倍。

5.9 载物台测微计的校正

载物台测微计校正时的误差将反映到试样的测量中。标尺必须经过严密的校正或验证,否则会产生百分之几的误差。常用的校准方法是:以满标尺的长度为准确值,然后使用线性测微计测量每格长度,根据比例算出每格刻度值。

5.10 测微计目镜的校正

线性测微计目镜可提供最满意的测厚方法。目镜经校准,测量将更为准确。因校准与操作者的人为因素有关,因而目镜应由测量操作者进行校准。

重复校正测微计目镜可希望得到小于 1% 的误差。校转载物台测微计的两条线的间距应在 $0.2\ \mu\text{m}$ 或 0.1% 中较大一个的范围内。若载物台测微计未作精度验证,则应校正。

注:有些载物台测微计的测量不确定度是经制造厂验证过的;另外,有些载物台测微计在测量距离为 2 mm 时,误差为 $1\ \mu\text{m}$ 或 $2\ \mu\text{m}$;当测量距离为 0.1 mm 和 0.01 mm 时,其误差为 $0.4\ \mu\text{m}$ 或者更大。

有些测微计目镜图像放大具有非线性特征,因而即使短距离测量其误差也可达到 1%。

5.11 对位

测微计目镜移动时的齿间游移也能引起测量误差。为消除这种误差,应保证对位过程中准线最后移动始终朝同一方向。

5.12 放大率的一致性

放大率在整个视野内不一致就会出现误差,因此,要保证将待测界面置于光轴中心,并且在视野的同一位置进行校准和测量。

5.13 透镜的质量

图像不清晰将产生测量不确定度,因而要保证使用优质的透镜。

注:有时,可用单色光束提高图像清晰度。

5.14 目镜的方位

保证目镜的准线在对线时移动的过程中与覆盖层横断面的界面线垂直。例如:偏离 10° ,其误差为 1.5%。

5.15 镜筒的长度

镜筒长度的变化会引起放大率的变化,若此变化发生在校准和测量之间,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,注意避免镜筒长度发生变化。

6 横断面的制备

制备、镶嵌、研磨、抛光、浸蚀试样要求为:

- a) 横断面垂直于覆盖层；
- b) 横断面表面平整,其图像的整个宽度应在测量时所取的放大率下同时聚焦；
- c) 由于切割和制备横断面所引起的变形材质要去掉；
- d) 覆盖层横断面上的界面线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。

注：第 5 章和附录 A 中给出了详细指南。一些典型的浸蚀剂列于附录 C。

7 测量

- 7.1 应当注意第 5 章和附录 A 中所列的各种因素。
- 7.2 用验证或校准过的载物台测微计校准显微镜及其测量装置。
- 7.3 测量覆盖层横断面图像的宽度时,沿显微断面长度至少取五点测量。

注：附录 B 给出了横断面的斜度和齿状结构覆盖层的测量指南。

8 测量的不确定度

对显微镜及其附件、显微镜及其附件的使用与校准的方法以及横断面制备的方法都应加以选择,使待测覆盖层厚度测量的不确定度在 $1\ \mu\text{m}$ 或真实厚度的 10% 中较大的一个值之内。本方法能得到 $0.8\ \mu\text{m}$ 的绝对测量不确定度,当厚度大于 $25\ \mu\text{m}$ 时,合理的测量的不确定度应为 5% 或者更小(见 B.3)。在良好的条件下,仔细地制备试样,并使用合适的仪器,本方法能得到 $0.4\ \mu\text{m}$ 的测量不确定度。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本标准的编号,即 GB/T 6462—2005；
- b) 待测试样的特性；
- c) 测量结果说明：
 - 1) 所取横断面在待测试样上的位置；
 - 2) 每点测量的厚度,以微米计(若大于 1 mm 以毫米计)(7.3);横断面上测量点分布的长度；
 - 3) 局部厚度,即厚度测量值的算术平均值。
- d) 来自指定过程的任何偏差；
- e) 在测试过程中观察到的任何不正常的特征(异常现象)；
- f) 检测日期。

附录 A

(资料性附录)

关于横断面制备和测量的指南

A.1 引言

试样的制备和覆盖层厚度测量很大程度取决于个人技术,并且适用的技术多种多样。仅规定采用某一技术是不合理的,要包含所有适用的技术也是不现实的。本附录叙述的技术作为一种指南,供没有经验的金相工作者进行覆盖层厚度测量时参考。

A.2 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,以使覆盖层与支撑物之间不留间隙。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(如氧化膜或铬镀层),镶嵌前可将试样紧紧地裹上一层软铝箔。

如果覆盖层较软,附加更软的金属镀层将使抛光更为困难,因为金属越软就越容易被抛光掉。锌和镉镀层上附加铜镀层将带来困难,因为在后面的浸蚀过程中,溶解的铜趋向于沉积到锌和镉镀层上。锌镀层上附加镉镀层较好,反之亦然。

A.3 研磨和抛光

保持镶嵌的横断面与覆盖层垂直极为关键。塑料镶嵌时在外边缘处另夹持几片金属片,定期改变研磨方向(旋转 90°),以及保持研磨时间、压力最小,都有利于保持横断面的垂直。研磨前,如果在镶嵌好的边缘上刻上参考记号,就容易测定出与水平面的倾斜度。

镶嵌试样的研磨应选用合适的砂纸,使用水和无水酒精之类的润滑剂,并用最小的压力防止表面变斜。研磨初期应选用 100 号或 180 号砂纸,使试样真实的轮廓显现出来,并除去变形的部位,然后依次使用 240、320、500、600 号的砂纸进行研磨,每次时间不超过 $30\ \text{s}\sim 40\ \text{s}$;每更换一次砂纸应使研磨方向改变 90° ,最后在抛光轮上抛光 $2\ \text{min}\sim 3\ \text{min}$,以消除划痕,便于最后观测。抛光轮上应涂抹金刚砂粒为 $4\sim 8\ \mu\text{m}$ 的研磨膏和无水酒精润滑剂。如对表面抛光等级要求特别高,可选用金刚砂粒约为 $1\ \mu\text{m}$ 的研磨膏进行抛光。

在制备很软的金属试样时,研磨过程中研磨膏砂粒容易被嵌入试样表面。这时应在研磨过程中将砂纸全部浸入润滑剂,或采用大量流动的润滑剂,从而使嵌入量最小。如果砂粒已被嵌入,清除的方法是:在研磨后和金刚砂精抛前,采用短时间的轻微手工抛光或进行一次或几次浸蚀、抛光交替循环处理。

A.4 浸蚀

为了提高金属层间的反差,除去金属遮盖痕迹,并在覆盖层边界处显示一条清晰的细线,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 C。

A.5 测量

测量仪器一般采用线性测微计或测微计目镜,后者精度较差。目镜放大图像有利于粗糙基体表面的薄覆盖层的测量。将图像投影到毛玻璃板上的测量方法通常不能令人满意,因为投影可见时,图像和标尺的读数的清晰度比较差。

测量仪器在测量前和测量后至少要标定一次,除非重复实验另有要求。

校准和测量都应由同一操作者进行。载物台测微计和覆盖层应置于视野中央,每测量一点至少要

进行两次,并取其平均值。

对于关键的仲裁性测量,制备横断面和测量覆盖层厚度的所有步骤,从使用 600 号或更粗的砂纸研磨开始直到测量,都要进行两次。采用先进的技术和精密仪器制备平滑的覆盖层和基体表面,其重现性在 2% 或 $0.5\ \mu\text{m}$ 中较大的一个数值以内。

某些显微镜容易发生载物台相对于物镜的自发移动,这可能是光源热效应不均匀引起的。测量厚度过程中选用高倍放大率时,这种移动会产生测量误差。快速完成测量,或每一间隔测量两次,一次从左到右,一次从右到左,可使误差减至最小。

附录 B
(资料性附录)

横断面的斜度和齿状结构覆盖层的测量

B.1 横断面的斜度

如果试样方位偏离垂直面(见图 B.1),则测量值就会偏高(见 5.2)。

覆盖层厚度 d 可按公式(B.1)计算:

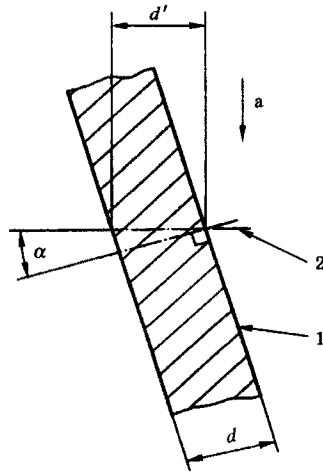
$$d = d' \cdot \cos\alpha \quad \dots\dots\dots(B.1)$$

式中:

d —— $\alpha=0$ 时的覆盖层厚度;

α ——横断面与覆盖层表面的垂直面的偏离度,用度表示;

d' —— $\alpha \neq 0$ 时覆盖层厚度的测量值。



- 注: 1——覆盖层表面;
- 2——断面;
- a 观测方向。

图 B.1 横断面偏离角 α

B.2 齿状结构覆盖层的测量

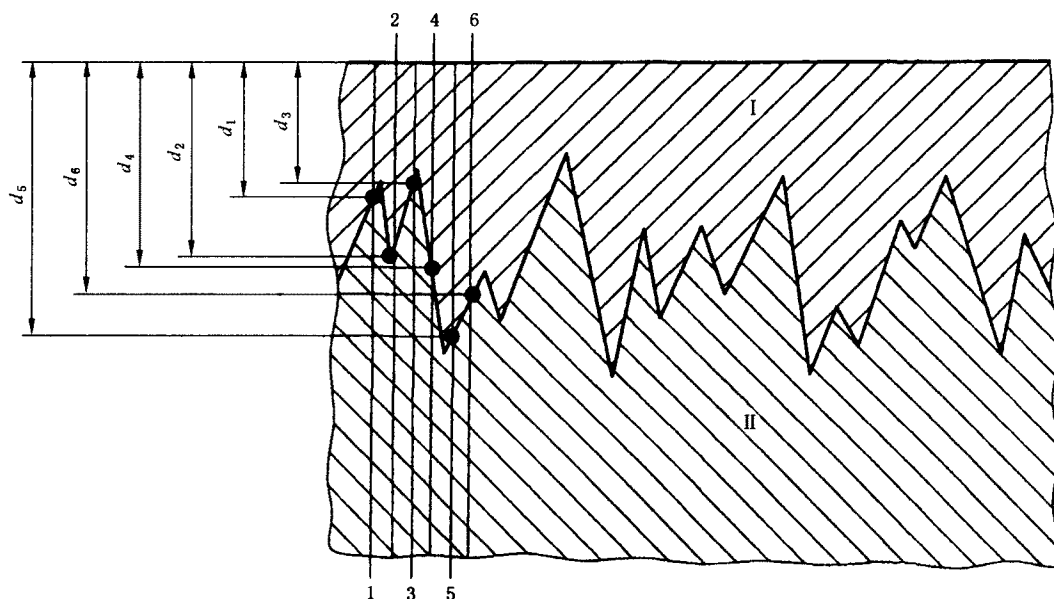
B.2.1 原理

本方法可用来测量齿状结构覆盖层的局部厚度,例如,由热化学产生的氮化硼覆盖层。

覆盖层厚度放大 200 倍,然后用位于覆盖层两边界线间相距 2 mm 的屏线进行测量,直至超过适当总长,如 100 mm(见图 B.2)。

B.2.2 数值计算

齿状结构覆盖层的算术平均值由单个数值计算得来,标准偏差给出了分界面不规则性(齿状结构的角度的表示方法)。



注：I —— 覆盖层；
 II —— 基体。

图 B.2 齿状结构覆盖层厚度的测量

B.3 通过使用轻巧显微镜获得的测量标准偏差的经验值

可重复条件下,标准偏差(σ)为 $0.3 \mu\text{m}$ 。对比条件下,标准偏差为 $0.8 \mu\text{m}$ 。

对于给定标准偏差,表 B.1 列出覆盖层局部厚度的可靠区间,表中按公式(B.2)(简化式)计算出来的数值具有 95%的统计学可靠性。

$$q = \pm \frac{1.96}{\sqrt{n}} \cdot \sigma \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

n ——计算局部厚度的测量值的个数;

σ ——标准偏差。

因此,95%的测量结果在覆盖层局部厚度 $\pm q$ 范围内(见参考文献[1])。

表 B.1 95%统计学可靠性下覆盖层局部厚度的相对误差(%)

局部厚度 $q/\mu\text{m}$	可重复的条件 $\sigma=0.3 \mu\text{m}$		对比条件 $\sigma=0.8 \mu\text{m}$	
	$n=3$	$n=10$	$n=3$	$n=10$
1	34	20	90	50
5	7	4	18	10
10	4	2	9	5
50	0.7	0.4	1.8	1
100	0.4	0.2	0.9	0.5

附 录 C
(资料性附录)

室温下使用的典型的浸蚀剂

室温下使用的一些典型的浸蚀剂见表 C.1。

警告: 制备、使用、搬运和排放这些浸蚀剂时要小心谨慎。

表 C.1

序号	浸蚀剂	应 用
1	硝酸溶液($\rho=1.42\text{ g/mL}$);5mL; 乙醇溶液(体积分数 95%);95 mL 警告:本混合物不稳定,可爆炸,加热时尤为如此。	用于钢铁上的镍和铬镀层,浸蚀钢铁, 这种浸蚀剂应是新配制的
2	六水合三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$);10 g; 盐酸溶液($\rho=1.16\text{ g/mL}$);2 mL; 乙醇溶液(体积分数 95%);98 mL	用于钢铁、铜及铜合金上的金、铅、银、镍和铜镀层, 浸蚀钢、铜及铜合金
3	硝酸溶液($\rho=1.42\text{ g/mL}$);50mL; 冰醋酸溶液($\rho=1.16\text{ g/mL}$);50mL	用于钢和铜上的多层镍镀层的单层厚度测量, 通过显示组织来区分每一层镍, 浸蚀镍,过度腐蚀钢和铜合金
4	过硫酸铵;10 g; 氢氧化铵溶液($\rho=0.88\text{ g/mL}$);2 mL; 蒸馏水;93 mL	用于铜及铜合金上的锡和锡合金镀层, 浸蚀铜及铜合金, 本浸蚀剂须是新配制的
5	硝酸溶液($\rho=1.42\text{ g/mL}$);5mL; 氢氟酸溶液($\rho=1.14\text{ g/mL}$);2 mL; 蒸馏水;93 mL	用于铝及铝合金上的镍和铜镀层; 浸蚀铝及铝合金
6	铬酐(CrO_3);20 g; 硫酸钠;1.5 g; 蒸馏水;100 mL	用于锌合金上的镍和铜镀层, 也适用于钢铁上的锌和镉镀层, 浸蚀锌、锌合金和镉
7	氢氟酸溶液($\rho=1.14\text{ g/mL}$);2 mL; 蒸馏水;98 mL	用于阳极氧化的铝合金, 浸蚀铝及其合金

参 考 文 献

- [1] BARGHOORN. H. , Vergleichende Untersuchungen von Schichtdicke— Messverfahren Metalloberfläche, 1955, 7, pp. 8—11.
- [2] Ray, G. p. , Thickness testing of electroplated and related coatings, Electrochemical Publications Ltd. ,Asahi House, 10 Church Road, Port Erin, U. K. ,1993, ISBN 0 901150 27 4¹⁾

1) 可从金属精饰学会获得。Exeter House,48 Holloway Head,Birmingham B1 1NQ,U. K.
