



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 118225825 A

(43) 申请公布日 2024. 06. 21

(21) 申请号 202410605734.6

(22) 申请日 2024.05.16

(71) 申请人 辽宁材料实验室

地址 110000 辽宁省沈阳市浑南区全运路
109-1号

(72) 发明人 刘兆月 忻方海 王明 周杨韬

(74) 专利代理机构 北京中强智尚知识产权代理
有限公司 11448

专利代理师 刘影

(51) Int. Cl.

G01N 23/2202 (2018.01)

G01N 1/32 (2006.01)

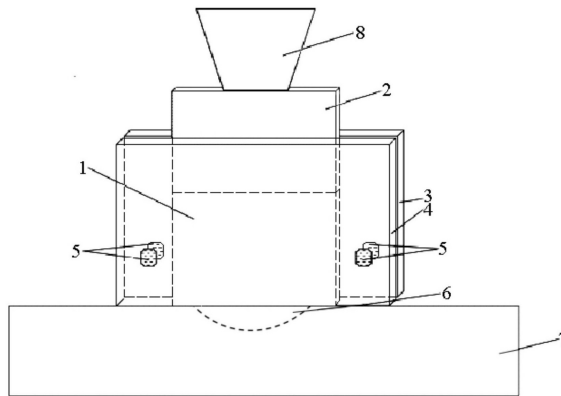
权利要求书2页 说明书11页 附图2页

(54) 发明名称

一种金属带材厚度端面的电解方法和应用

(57) 摘要

本发明公开了一种金属带材厚度端面的电解方法和应用,涉及金属带材分析技术领域。方法包括:通过夹具覆盖金属带材的轧制面,以使金属带材的待观测厚度端面与夹具的第一端面位于同一平面上;对所述金属带材的待观测厚度端面进行磨抛和清洗;将金属带材与电解设备进行导电处理,对所述金属带材的待观测厚度端面进行电解抛光或电解腐蚀。应用为:所述金属带材厚度端面的电解方法,用于金属带材厚度端面的分析。本发明通过夹具对待测金属带材的边部进行保护,有效获得了试样原始边部区域组织结构及第二相等微观信息,且方法简单可行。



1. 一种金属带材厚度端面的电解方法,其特征在于,包括:

通过夹具覆盖金属带材的轧制面(102),以使金属带材的第一厚度端面(101)与夹具的第一端面位于同一平面上;

对所述金属带材的第一厚度端面(101)进行磨抛和清洗;

将金属带材(1)与电解设备进行导电处理,对所述金属带材的第一厚度端面(101)进行电解抛光或电解腐蚀;

其中,所述金属带材的第一厚度端面(101)为所述金属带材(1)的待观测厚度端面。

2. 根据权利要求1所述的金属带材厚度端面的电解方法,其特征在于,所述夹具包括:

夹具主体,包括第一夹持件(3)和第二夹持件(4),所述第一夹持件(3)包括第一夹持件的第一端面(301)、第一夹持件的第一侧面(302)和第一夹持件的第二侧面(303),所述第二夹持件(4)包括第二夹持件的第一端面(401)、第二夹持件的第一侧面(402)和第二夹持件的第二侧面(403);所述第一夹持件的第一侧面(302)贴合并完全覆盖所述金属带材的第一轧制面,所述第二夹持件的第二侧面(403)贴合并完全覆盖所述金属带材的第二轧制面,使所述金属带材的第一厚度端面(101)、所述第一夹持件的第一端面(301)以及所述第二夹持件的第一端面(401)位于同一平面上;

固定件(5),用于将所述第一夹持件(3)、所述金属带材(1)和所述第二夹持件(4)固定。

3. 根据权利要求2所述的金属带材厚度端面的电解方法,其特征在于,

所述第一夹持件的第一侧面(302)在金属带材轧向的最小尺寸>金属带材的轧向尺寸,所述第一夹持件的第一侧面(302)在金属带材横向的最小尺寸>金属带材的横向尺寸;

所述第一夹持件的第二侧面(303)在金属带材轧向的最小尺寸>金属带材的轧向尺寸,所述第一夹持件的第二侧面(303)在金属带材横向的最小尺寸>金属带材的横向尺寸;

所述第二夹持件的第一侧面(402)在金属带材轧向的最小尺寸>金属带材的轧向尺寸,所述第二夹持件的第一侧面(402)在金属带材横向的最小尺寸>金属带材的横向尺寸;

所述第二夹持件的第二侧面(403)在金属带材轧向的最小尺寸>金属带材的轧向尺寸,所述第二夹持件的第二侧面(403)在金属带材横向的最小尺寸>金属带材的横向尺寸。

4. 根据权利要求3所述的金属带材厚度端面的电解方法,其特征在于,所述第一夹持件的第一侧面(302)和所述第一夹持件的第二侧面(303)之间最短距离为第一夹持件(3)的厚度,所述第一夹持件(3)的厚度不小于2mm;所述第二夹持件的第一侧面(402)和所述第二夹持件的第二侧面(403)之间最短距离为第二夹持件(4)的厚度,所述第二夹持件(4)的厚度不小于2mm。

5. 根据权利要求4所述的金属带材厚度端面的电解方法,其特征在于,所述第一夹持件(3)的电阻率不大于 $10^{-5}\Omega\cdot m$,所述第一夹持件(3)与所述金属带材(1)的接触区域的电阻率不大于 $10^{-5}\Omega\cdot m$;所述第二夹持件(4)的电阻率不大于 $10^{-5}\Omega\cdot m$,所述第二夹持件(4)与所述金属带材(1)的接触区域的电阻率不大于 $10^{-5}\Omega\cdot m$ 。

6. 根据权利要求5所述的金属带材厚度端面的电解方法,其特征在于,将所述金属带材(1)与电解设备进行导电处理,方法为:将导电片(2)置于所述第一夹持件(3)和所述第二夹持件(4)之间,所述导电片(2)的第一厚度端面覆盖所述金属带材的第二厚度端面(103),所述导电片(2)的第一厚度端面的对侧端面连接电解设备的电极,以使所述金属带材(1)通过所述导电片(2)与电解设备连接;

其中,所述金属带材的第二厚度端面(103)与所述金属带材的第一厚度端面(101)为相对面,所述导电片(2)的厚度不大于所述金属带材(1)的厚度,且相差不超过5%。

7.根据权利要求6所述的金属带材厚度端面的电解方法,其特征在于,所述导电片(2)的电阻率小于 $10^{-6} \Omega \cdot \text{m}$,所述导电片(2)与所述金属带材的第二厚度端面(103)的接触电阻率小于 $10^{-6} \Omega \cdot \text{m}$ 。

8.根据权利要求6所述的金属带材厚度端面的电解方法,其特征在于,

所述电解抛光或电解腐蚀的方法为:恒电压法或恒电流法,所述电解抛光或电解腐蚀过程中,所述金属带材、电解液以及电解设备之间导电性良好,以使所述金属带材的第一厚度端面(101)的电流密度稳定;

所述电解设备为浸没式电解设备或带有面罩的喷涌式电解设备,要求所述金属带材的第一厚度端面(101)接触电解液,所述金属带材的第二厚度端面(103)不接触电解液。

9.根据权利要求1所述的金属带材厚度端面的电解方法,其特征在于,对于带有涂层的金属带材,还包括:去除金属带材的涂层;要求将金属带材的涂层去除干净,并且去除涂层后,金属带材基体厚度的单侧降低量不超过 $5\mu\text{m}$ 。

10.一种金属带材厚度端面的电解方法的应用,其特征在于,权利要求1~9任一项所述金属带材厚度端面的电解方法,用于金属带材厚度端面的分析。

一种金属带材厚度端面的电解方法和应用

技术领域

[0001] 本发明涉及金属带材分析技术领域,尤其涉及一种金属带材厚度端面的电解方法和应用。

背景技术

[0002] 电解法是制备显微分析试样的重要手段之一,相对于其他方法具有高效、快速、设备结构简单且价格低廉的优势,因而在金属材料显微分析试样制备领域得到了广泛的应用。一般而言,电解法根据制样需求分为电解抛光和电解腐蚀两种方法。其中,电解抛光能够对导电材料进行抛光光亮处理,去除表面因加工或磨抛引起的应力,获得平整、无应力且新鲜的表面,是金属材料EBSD分析的一种非常常用且有效的制样方式;电解腐蚀方法则是对材料进行腐蚀处理,其优势在于,相对于传统化学腐蚀方法,利用腐蚀电位差异可以避免对第二相析出物的腐蚀,试样腐蚀速率较快且易于控制,因此得到了广泛应用。

[0003] 因自身原理,电解法容易在试样边缘和尖端处形成较高的电场浓度,导致局部区域电流密度增加,进而引起局部过度腐蚀现象。该现象对于制备表面或者面积较大的试样不构成显著影响,但是对于金属带材厚度端面的影响较大,这是因为带材的厚度尺寸一般较小,边部的过度腐蚀将导致该区域组织或析出相等信息大量丢失,因而无法全面、有效表征材料特性。已发表的文献和专利中,一般的解决方式是进行镶嵌,但会存在一些问题,首先是镶嵌后试样难以取出,操作麻烦、引起污染甚至损伤试样;其次,镶嵌料内部存在缝隙,边缘仍有可能腐蚀,同时后续观测时容易造成电镜的污染;另外,还可能因镶嵌试样过大,导致分析困难等问题。

发明内容

[0004] 本发明旨在至少解决现有技术或相关技术中存在的技术问题之一。

[0005] 为此,本发明的第一方面,提供了一种金属带材厚度端面的电解方法,包括:

通过夹具覆盖金属带材的轧制面,以使金属带材的第一厚度端面与夹具的第一端面位于同一平面上;

对所述金属带材的第一厚度端面进行磨抛和清洗;

将金属带材与电解设备进行导电处理,对所述金属带材的第一厚度端面进行电解抛光或电解腐蚀;

其中,所述金属带材的第一厚度端面为所述金属带材的待观测厚度端面。

[0006] 在一种可行的实施方式中,所述夹具包括:

夹具主体,包括第一夹持件和第二夹持件,所述第一夹持件包括第一夹持件的第一端面、第一夹持件的第一侧面和第一夹持件的第二侧面,所述第二夹持件包括第二夹持件的第一端面、第二夹持件的第一侧面和第二夹持件的第二侧面;所述第一夹持件的第一侧面贴合并完全覆盖所述金属带材的第一轧制面,所述第二夹持件的第二侧面贴合并完全覆盖所述金属带材的第二轧制面,使所述金属带材的第一厚度端面、所述第一夹持件的第

一端面以及所述第二夹持件的第一端面位于同一平面上；

固定件,用于将所述第一夹持件、所述金属带材和所述第二夹持件固定。

[0007] 在一种可行的实施方式中,所述第一夹持件的第一侧面在金属带材轧向的最小尺寸>金属带材的轧向尺寸,所述第一夹持件的第一侧面在金属带材横向的最小尺寸>金属带材的横向尺寸；

所述第一夹持件的第二侧面在金属带材轧向的最小尺寸>金属带材的轧向尺寸,所述第一夹持件的第二侧面在金属带材横向的最小尺寸>金属带材的横向尺寸；

所述第二夹持件的第一侧面在金属带材轧向的最小尺寸>金属带材的轧向尺寸,所述第二夹持件的第一侧面在金属带材横向的最小尺寸>金属带材的横向尺寸；

所述第二夹持件的第二侧面在金属带材轧向的最小尺寸>金属带材的轧向尺寸,所述第二夹持件的第二侧面在金属带材横向的最小尺寸>金属带材的横向尺寸。

[0008] 在一种可行的实施方式中,所述第一夹持件的第一侧面和所述第一夹持件的第二侧面之间最短距离为第一夹持件的厚度,所述第一夹持件的厚度不小于2mm;所述第二夹持件的第一侧面和所述第二夹持件的第二侧面之间最短距离为第二夹持件的厚度,所述第二夹持件的厚度不小于2mm。

[0009] 在一种可行的实施方式中,所述第一夹持件的电阻率不大于 $10^{-5}\Omega\cdot m$,所述第一夹持件与所述金属带材的接触区域的电阻率不大于 $10^{-5}\Omega\cdot m$;所述第二夹持件的电阻率不大于 $10^{-5}\Omega\cdot m$,所述第二夹持件与所述金属带材的接触区域的电阻率不大于 $10^{-5}\Omega\cdot m$ 。

[0010] 在一种可行的实施方式中,将所述金属带材与电解设备进行导电处理,方法为:将导电片置于所述第一夹持件和所述第二夹持件之间,所述导电片的第一厚度端面覆盖所述金属带材的第二厚度端面,所述导电片的第一厚度端面的对侧端面连接电解设备的电极,以使所述金属带材通过所述导电片与电解设备连接；

其中,所述金属带材的第二厚度端面与所述金属带材的第一厚度端面为相对面,所述导电片的厚度不大于所述金属带材的厚度,且相差不超过5%。

[0011] 在一种可行的实施方式中,所述导电片的电阻率小于 $10^{-6}\Omega\cdot m$,所述导电片与所述金属带材的第二厚度端面的接触电阻率小于 $10^{-6}\Omega\cdot m$ 。

[0012] 在一种可行的实施方式中,所述电解抛光或电解腐蚀的方法为:恒电压法或恒电流法,所述电解抛光或电解腐蚀过程中,所述金属带材、电解液以及电解设备之间导电性良好,以使所述金属带材的第一厚度端面的电流密度稳定;所述电解设备为带有面罩的喷涌式电解设备,要求所述金属带材的第一厚度端面101接触电解液,所述金属带材的第二厚度端面103不接触电解液。

[0013] 在一种可行的实施方式中,对于带有涂层的金属带材,还包括:去除金属带材的涂层;要求将金属带材的涂层去除干净,并且去除涂层后,金属带材基体厚度的单侧降低量不超过 $5\mu m$ 。

[0014] 本发明的第二方面,提供上述金属带材厚度端面的电解方法的应用,所述金属带材厚度端面的电解方法,用于金属带材厚度端面的分析。

[0015] 相比现有技术,本发明至少包括以下有益效果:

本发明的金属带材厚度端面的电解方法,通过夹具对待测金属带材的边部进行保护,相对于直接电解抛光或电解腐蚀方法,本发明的试样边部可以得到有效保护,进而有效

获得试样原始边部区域组织织构及第二相等微观信息,且方法简单无需其他工具或材料;相较于进行镶嵌处理后再电解抛光或电解腐蚀,本发明不仅简单可行,在后续的分析过程中也避免了镶嵌料导电差、电镜可能的污染以及分析困难等问题,简化了操作流程的同时也提升了分析效果。

附图说明

[0016] 通过阅读下文优选实施方式的详细描述,各种其他的优点和益处对于本领域普通技术人员将变得清楚明了。附图仅用于示出优选实施方式的目的,而并不认为是对本申请的限制。而且在整个附图中,用相同的参考符号表示相同的部件。在附图中:

图1为本发明实施例提供的一种金属带材厚度端面的电解方法中的金属带材的结构示意图。

[0017] 图2为本发明实施例提供的一种金属带材厚度端面的电解方法中的金属带材、夹具以及电解设备连接的结构示意图。

[0018] 图3为本发明实施例提供的一种金属带材厚度端面的电解方法中的金属带材和夹具的端面结构示意图。

[0019] 图4为本发明实施例提供的一种金属带材厚度端面的电解方法中的第一夹持件和第二夹持件在夹持固定金属带材试样时的位置结构示意图。

[0020] 图5a为本发明实施例1提供的对硅钢冷轧试样厚度端面进行电解抛光后待观测面显微分析照片。

[0021] 图5b为本发明对比例1提供的对硅钢冷轧试样厚度端面进行电解抛光后待观测面显微分析照片。

[0022] 图中:1、金属带材;101、金属带材的第一厚度端面;102、金属带材的轧制面;轧制面的第一边1021;轧制面的第二边1022;103、金属带材的第二厚度端面;2、导电片;3、第一夹持件;301、第一夹持件的第一端面;302、第一夹持件的第一侧面;303、第一夹持件的第二侧面;4、第二夹持件;401、第二夹持件的第一端面;402、第二夹持件的第一侧面;403、第二夹持件的第二侧面;5、固定件;6、面罩;7、电解液;8、电极。

具体实施方式

[0023] 为了更好的理解上述技术方案,下面通过附图以及具体实施例对本申请实施例的技术方案做详细的说明,应当理解本申请实施例以及实施例中的具体特征是对本申请实施例技术方案的详细的说明,而不是对本申请技术方案的限定,在不冲突的情况下,本申请实施例以及实施例中的技术特征可以相互组合。

[0024] 本发明实施例的第一方面,提供了一种金属带材厚度端面的电解方法,如图1~图3所示,包括:

通过夹具覆盖金属带材的轧制面102,以使金属带材的第一厚度端面101与夹具的第一端面位于同一平面上;

对所述金属带材的第一厚度端面101进行磨抛和清洗;

将金属带材1与电解设备进行导电处理,对所述金属带材的第一厚度端面101进行电解抛光或电解腐蚀;

其中,所述金属带材的第一厚度端面101为所述金属带材1的待观测厚度端面。

[0025] 本发明实施例提供的金属带材厚度端面的电解方法(电解方法包括电解抛光和电解腐蚀),通过夹具对待测金属带材的边部进行保护,相对于直接电解抛光或电解腐蚀方法,本发明的试样边部可以得到有效保护,进而有效获得试样原始边部区域组织织构及第二相等微观信息,且方法简单无需其他工具或材料;相较于进行镶嵌处理后再电解抛光或电解腐蚀,本发明不仅简单可行,在后续的分析过程中也避免了镶嵌料导电差、电镜可能的污染以及分析困难等问题,简化了操作流程的同时也提升了分析效果。

[0026] 在一些实施例中,如图2~4所示,所述夹具包括:

夹具主体,包括第一夹持件3和第二夹持件4,所述第一夹持件3包括第一夹持件的第一端面301、第一夹持件的第一侧面302和第一夹持件的第二侧面303,所述第二夹持件4包括第二夹持件的第一端面401、第二夹持件的第一侧面402和第二夹持件的第二侧面403;所述第一夹持件的第一侧面302贴合并完全覆盖所述金属带材的第一轧制面,所述第二夹持件的第二侧面403贴合并完全覆盖所述金属带材的第二轧制面,使所述金属带材的第一厚度端面101、所述第一夹持件的第一端面301以及所述第二夹持件的第一端面401位于同一平面上;

固定件5,用于将所述第一夹持件3、所述金属带材1和所述第二夹持件4固定。

[0027] 需要说明的是,图1中金属带材的轧制面102为两个,分别是金属带材的第一轧制面和金属带材的第二轧制面,轧制面的第一边1021为轧向,轧制面的第二边1022为横向,金属带材的第一厚度端面101为待观测厚度端面;图2是按照图1和图4所示的方向,将图1的金属带材用图4的第一夹持件3和第二夹持件4固定。

[0028] 在一些实施例中,如图1~4所示,所述第一夹持件的第一侧面302在金属带材轧向的最小尺寸>金属带材的轧向尺寸,所述第一夹持件的第一侧面302在金属带材横向的最小尺寸>金属带材的横向尺寸;

所述第一夹持件的第二侧面303在金属带材轧向的最小尺寸>金属带材的轧向尺寸,所述第一夹持件的第二侧面303在金属带材横向的最小尺寸>金属带材的横向尺寸;

所述第二夹持件的第一侧面402在金属带材轧向的最小尺寸>金属带材的轧向尺寸,所述第二夹持件的第一侧面402在金属带材横向的最小尺寸>金属带材的横向尺寸;

所述第二夹持件的第二侧面403在金属带材轧向的最小尺寸>金属带材的轧向尺寸,所述第二夹持件的第二侧面403在金属带材横向的最小尺寸>金属带材的横向尺寸。

[0029] 可以理解的是,第一夹持件3和第二夹持件4的形状不限,可以为梯形体、长方体等等,优选为第一夹持件3和第二夹持件4为相同的长方体,进一步优选为第一夹持件3和第二夹持件4在金属带材轧向的尺寸大于金属带材的轧向尺寸,第一夹持件3和第二夹持件4在金属带材横向的尺寸大于金属带材的横向尺寸,夹持件尺寸大于金属带材可在研磨抛光过程中有效保护金属带材边部,且方便手持,在后续电解处理过程中也便于放置。固定件5可以为螺丝螺母,将第一夹持件3、金属带材1和第二夹持件4固定。

[0030] 在一些实施例中,如图4所示,所述第一夹持件的第一侧面302和所述第一夹持件的第二侧面303之间最短距离为第一夹持件3的厚度,所述第一夹持件3的厚度不小于2mm;所述第二夹持件的第一侧面402和所述第二夹持件的第二侧面403之间最短距离为第二夹持件4的厚度,所述第二夹持件4的厚度不小于2mm。

[0031] 具体的,通过夹具夹持金属带材1时,第一夹持件3的厚度方向、第二夹持件4的厚度方向和金属带材的厚度方向一致,第一夹持件的第一侧面302和第一夹持件的第二侧面303之间最短距离为第一夹持件3的厚度,第二夹持件的第一侧面402和第二夹持件的第二侧面403之间最短距离为第二夹持件4的厚度,要求第一夹持件4的厚度不小于2mm,且第二夹持件4的厚度不小于2mm,保证在研磨抛光及电解过程中能够对金属带材的待观测厚度端面边部有效保护和固定。

[0032] 在一些实施例中,所述第一夹持件3的电阻率不大于 $10^{-5} \Omega \cdot m$,所述第一夹持件3与所述金属带材1的接触区域的电阻率不大于 $10^{-5} \Omega \cdot m$;所述第二夹持件4的电阻率不大于 $10^{-5} \Omega \cdot m$,所述第二夹持件4与所述金属带材1的接触区域的电阻率不大于 $10^{-5} \Omega \cdot m$ 。

[0033] 在该技术方案中,要求第一夹持件3和第二夹持件4的电阻率不大于 $10^{-5} \Omega \cdot m$,材质可以选择低碳钢或不锈钢等。第一夹持件的第一侧面302贴合并完全覆盖金属带材的第一轧制面,第二夹持件的第二侧面403贴合并完全覆盖金属带材的第二轧制面,要求第一夹持件3和第二夹持件4分别与金属带材1的接触区域的电阻率不大于 $10^{-5} \Omega \cdot m$,即要求第一夹持件3和第二夹持件4与金属带材1可导电,此操作可以保证后续电解处理过程中,金属带材的待观测端面的边部无电流密度显著升高现象。

[0034] 在一些实施例中,如图2所示,将所述金属带材1与电解设备进行导电处理,方法为:将导电片2置于所述第一夹持件3和所述第二夹持件4之间,所述导电片2的第一厚度端面覆盖所述金属带材的第二厚度端面103,所述导电片2的第一厚度端面的对侧端面连接电解设备的电极,以使所述金属带材1通过所述导电片2与电解设备连接;

其中,所述金属带材的第二厚度端面103与所述金属带材的第一厚度端面101为相对面,所述导电片2的厚度不大于所述金属带材1的厚度,且相差不超过5%。所述导电片2的电阻率小于 $10^{-6} \Omega \cdot m$,所述导电片2与所述金属带材的第二厚度端面103的接触电阻率小于 $10^{-6} \Omega \cdot m$ 。

[0035] 在该技术方案中,金属带材的第二厚度端面103表面无覆盖物,裸露出金属基体,在金属带材的第二厚度端面103上覆盖的导电片2,导电片2的第一厚度端面覆盖所述金属带材的第二厚度端面103,可以理解的是,如图2所示,导电片2覆盖金属带材1后,导电片2露出夹具,便于导电片2与电极8连接,导电片2的第一厚度端面的对侧端面与电解设备电极接触良好,将保证电解设备电极、金属带材的第一厚度端面101及电解液形成导电良好的回路,从而成功实现电解处理。

[0036] 可以理解的是,采用导电片2对待观测厚度端面与电解设备电极进行导电处理,导电片2为固态,其本身电阻率、以及导电片2和金属带材试样接触部位的电阻率应小于 $10^{-6} \Omega \cdot m$,即能够与待测试样保持良好的导电性,且在电解抛光过程中能够保持固定并稳定的连接电解电极和待观测厚度端面的对侧端面。

[0037] 在一些实施例中,所述电解抛光或电解腐蚀的方法为:恒电压法或恒电流法,所述电解抛光或电解腐蚀过程中,所述金属带材、电解液以及电解设备之间导电性良好,以使所述金属带材的第一厚度端面101的电流密度稳定。

[0038] 可选的,电解设备为带有面罩的喷涌式电解设备,要求金属带材的第一厚度端面101接触电解液,金属带材的第二厚度端面103不接触电解液。具体的,当电解设备为带有面罩的喷涌式电解设备时,金属带材1的厚度小于面罩在金属带材厚度方向的尺寸,确保待观

测的厚度端面的观测部位的厚度方向能够全部接触到电解液,且要避免电解液将整个待观测试样浸没;当电解设备为浸没式电解设备时,金属带材的第一厚度端面101浸没在电解液中,金属带材的第二厚度端面103不能浸没在电解液中,否则可能造成导电片2腐蚀,甚至出现短路现象。

[0039] 在一些实施例中,对于带有涂层的金属带材,还包括:去除金属带材的涂层;要求将金属带材的涂层去除干净,并且去除涂层后,金属带材基体厚度的单侧降低量不超过 $5\mu\text{m}$ 。

[0040] 具体的,如果金属带材试样表面有绝缘层等涂层,在尽可能保护试样的前提下,采用机械研磨、化学溶解或者电解脱膜等方法去除涂层。带有涂层的金属带材的总厚度为涂层厚度+金属带材基体厚度,涂层涂覆在金属带材的两个轧制面上,要求将金属带材轧制面的涂层去除干净,且去除涂层后金属带材基体厚度的单侧减小量不超过 $5\mu\text{m}$,故金属带材基体厚度的总减小量不超过 $10\mu\text{m}$,以避免试样严重损伤;涂层的去除目的是有效保护待测厚度端面边缘,避免电解过程中边部腐蚀及涂层脱落在待观测面上引发污染。

[0041] 综上所述,总结本发明实施例提供的一种金属带材厚度端面的电解方法,包括:

步骤1:如果金属带材表面带有绝缘层或涂层,需去除绝缘层或涂层。

[0042] 步骤2:对金属带材试样进行夹持固定,使待观测厚度端面与夹具的厚度端面在同一平面上。

[0043] 步骤2解决在电解制样过程中,因边缘电流密度过大引起的金属带材待观测厚度端面的边部位置过度腐蚀,导致局部区域组织织构及第二相等信息大量丢失的问题。对试样进行夹持固定的夹持材料应为金属或其他耐磨且具有一定塑性和强度的材料,能保证在2000目以下砂纸研磨时不发生显著的形状改变或断裂,且能够进行加工如切割、钻孔等。选取适当的固定工具如螺钉和螺母,能够保证在研磨和加工时有效保护材料且易于拆卸。

[0044] 步骤3:对固定后的待观测厚度端面进行机械磨抛处理。

[0045] 步骤4:磨抛完成后对含固定夹具的金属带材试样进行充分清洗。

[0046] 经过步骤3和步骤4,对夹持固定后的金属带材试样进行机械磨抛和彻底清洗,完成时待观测端面应裸露出新鲜光亮的金属表面,无明显划痕和氧化污染痕迹,确保后续电解处理能够获得符合观测要求的表面。

[0047] 步骤5:对含固定夹具的试样待观测端面与电解设备电极之间进行导电处理。

[0048] 步骤6:对含固定夹具的试样的待观测端面进行电解抛光或电解腐蚀,完成后清洗、拆卸夹具并清洗干燥处理。电解处理时,采用恒电压或者恒电流法进行电解抛光或腐蚀,电流或电压应稳定的达到预期值,即金属带材试样、电解液及电解设备电极即主机之间具有良好的导电性。

[0049] 本发明实施例的第二方面,提供上述金属带材厚度端面的电解方法的应用,所述金属带材厚度端面的电解方法,用于金属带材厚度端面的分析。

[0050] 下面通过具体实施例对本发明的技术方案进一步说明。

[0051] 实施例1 一种对无涂层硅钢冷轧试样厚度端面进行电解抛光的方法

如图1~图4所示,一种对硅钢冷轧试样厚度端面进行电解抛光的方法,试样为:硅钢冷轧试样,无涂层,厚度为 0.20mm 。具体步骤如下:

步骤1:试样的夹持固定:对硅钢冷轧试样,尺寸为 15mm (长边-轧向) $\times 10\text{mm}$ (短边-

横向) $\times 0.20\text{mm}$ (厚度), 厚度端面试样进行夹持固定, 待观测面为长边厚度端面, 夹具为不锈钢, 牌号为06Cr19Ni10, 尺寸为 25mm (相对试样轧向固定) $\times 20\text{mm}$ (相对试样横向固定) $\times 3\text{mm}$ (相对试样厚度方向), 在夹具上打孔, 采用固定件5 (螺母螺丝) 固定。

[0052] 步骤2: 试样夹持固定后机械磨抛: 对固定后的试样待观测厚度端面进行机械磨抛处理, 处理步骤为: 600#砂纸-800#砂纸-1000#砂纸-1500#砂纸- $1\mu\text{m}$ 金刚石抛光剂抛光至无肉眼可见划痕。

[0053] 步骤3: 磨抛后清洗: 磨抛完成后对含夹具的试样进行充分清洗, 清洗步骤为: 抛光后采用流水清洗, 之后放置在无水乙醇中超声波震荡清洗5min, 最后用冷风吹干。

[0054] 步骤4: 待观测厚度端面与电解设备电极进行导电处理: 采用同等厚度的不锈钢, 牌号为06Cr19Ni10, 尺寸为 15mm (长边) $\times 10\text{mm}$ (短边) $\times 0.20\text{mm}$ (厚度) 作为导电片2, 将其长边厚度端面一侧放置在待观测厚度端面的对侧端面上方, 另一侧与电解设备电极接触, 利用电极重量压制导电片2, 将其固定在试样和电极8之间;

步骤5: 电解抛光: 采用带面罩的喷涌式电解设备对含固定夹具的试样的待观测厚度端面进行电解抛光, 面罩液体出口为圆形, 直径 10mm 。电解液为10%的高氯酸-乙醇溶液, 室温条件下, 采用恒电压法, 电压为30V, 电解时间30s, 完成后采用无水乙醇清洗3遍, 拆卸夹具并采用无水乙醇冲洗2遍, 冷风吹干。

[0055] 实施例1的金属带材试样的待观测厚度端面, 经过电解抛光后的待观测厚度端面显微分析照片如图5a所示。

[0056] 实施例2 一种对带有涂层的无取向硅钢的厚度端面电解抛光的方法

如图1~图4所示, 一种带有涂层的无取向硅钢的厚度端面电解抛光的方法, 试样为: 表面涂覆树脂类绝缘涂层的无取向硅钢, 无取向硅钢的厚度为 0.50mm , 涂层厚度为 $0.50\mu\text{m}$ 。具体步骤如下:

步骤1: 去除涂层: 对 0.50mm 无取向硅钢钢板进行强碱(NaOH)洗处理, 温度为 $200\sim 300^{\circ}\text{C}$, 浸泡时间为30s, 然后刷洗去除涂层残留物, 完成后采用千分尺测量无取向硅钢试样厚度为 0.497mm 。

[0057] 步骤2: 试样的夹持固定: 对去除涂层后的无取向硅钢试样的厚度端面进行夹持固定, 无取向硅钢试样尺寸为 15mm (长边-轧向) $\times 10\text{mm}$ (短边-横向) $\times$ 试样厚度, 待观测厚度端面为长边厚度端面, 夹具为不锈钢, 牌号为06Cr19Ni10, 第一夹持件3和第二夹持件4的尺寸均为 25mm (相对试样轧向固定) $\times 20\text{mm}$ (相对试样横向固定) $\times 3\text{mm}$ (相对试样厚度方向), 在第一夹持件3和第二夹持件4上打孔, 采用固定件5 (螺母螺丝) 固定。

[0058] 步骤3: 试样夹持固定后机械磨抛: 对固定后的试样待观测面进行机械磨抛处理, 处理步骤为: 600#砂纸-800#砂纸-1000#砂纸-1500#砂纸- $1\mu\text{m}$ 金刚石抛光剂抛光至无肉眼可见划痕。

[0059] 步骤4: 磨抛后清洗: 磨抛完成后对含固定夹具的试样进行充分清洗, 清洗步骤为: 抛光后采用流水清洗, 之后放置在无水乙醇中超声波震荡清洗5min, 最后用冷风吹干。

[0060] 步骤5: 待观测端面与电解设备电极进行导电处理: 采用不锈钢, 牌号为06Cr19Ni10, 尺寸为 15mm (长边) $\times 10\text{mm}$ (短边) $\times 0.49\text{mm}$ (厚度) 作为导电片2, 将其长边厚度端面一侧放置在待观测厚度端面的对侧端面上方, 导电片2的另一个长边厚度端面与电解设备电极接触, 利用电极重量压制导电片2, 将其固定在试样和电极之间;

步骤6:电解抛光:采用带面罩的喷涌式电解设备对含夹具的试样的待观测端面进行电解抛光,面罩液体出口为圆形,直径10mm。电解液为10%的高氯酸-乙醇溶液,室温条件下,采用恒电压法,电压为40V,电解时间30s,完成后采用无水乙醇清洗3遍,拆卸夹具并采用无水乙醇冲洗2遍,冷风吹干。

[0061] 实施例3 一种对无涂层无间隙原子钢试样厚度端面的电解腐蚀方法

如图1~图4所示,一种对无间隙原子钢试样厚度端面的电解腐蚀方法,试样为:无间隙原子钢,无涂层,厚度为1mm,具体步骤如下:

步骤1:试样的夹持固定:对无间隙原子钢试样,尺寸为15mm(长边-轧向)×10mm(短边-横向)×1mm(厚度),厚度端面进行夹持固定,待观测面为长边厚度端面,夹具为低碳钢,碳含量:0.12%,尺寸为25mm(相对试样轧向固定)×20mm(相对试样横向固定)×2mm(相对试样厚度方向),在距离试样两端相同距离位置在夹具上打孔并用螺母螺丝固定。

[0062] 步骤2:试样夹持固定后机械磨抛:对固定后的试样的待观测厚度端面进行机械磨抛处理,处理步骤为:600#砂纸-800#砂纸-1000#砂纸-1500#砂纸-1 μ m金刚石抛光剂抛光至无肉眼可见划痕。

[0063] 步骤3:磨抛后清洗:磨抛完成后对含固定夹具的试样进行充分清洗,清洗步骤为:抛光后采用流水清洗,之后放置在水乙醇中超声波震荡清洗5min,最后用冷风吹干。

[0064] 步骤4:待观测端面与电解设备电极进行导电处理:采用同等厚度的不锈钢板,尺寸为15mm(长边)×15mm(短边)×1mm(厚度方向),作为导电片2,将其长边厚度端面一侧放置在待观测厚度端面的对侧端面上方,另一侧与电解设备电极夹子接触,固定在试样和电极之间;

步骤5:电解腐蚀:采用浸没式的电解设备对含固定装置的试样的待观测端面进行电解腐蚀,利用导电夹子保持试样浸没液体高度为1mm左右。采用10%乙酰丙酮+1%四甲基氯化铵+甲醇电解液,室温条件下电流密度为15~30mA/cm²,时间2min,磁力搅拌器进行搅拌。完成后采用甲醇清洗2遍,拆卸夹具并采用甲醇冲洗2遍,冷风吹干。

[0065] 表1为不同电流密度下的试样电解区实际厚度,厚度测量方法为,电子显微镜测量:100倍放大,随机三点厚度平均值。从表1中可知,在满足制样效果(合适的电解参数)前提下,不同电流密度15~30mA/cm²时试样待测面边部均未发生腐蚀,说明夹具可在电解腐蚀时有效保护试样边部。

[0066] 表1 不同电流密度下的试样电解区实际厚度

电流密度 (mA/cm ²)	未电解	15	20	25	30
试样厚度 (μ m)	1007	1005	1004	1010	1009

[0067] 实施例4 使用不同材质夹具对硅钢冷轧试样厚度端面进行电解抛光

本实施例的试样为:无涂层,厚度为0.20mm的硅钢冷轧试样

为保证有效对比,本实施例中试样取自同一批次,尺寸和加工方式均相同,侧面平整。除采用不同材质的夹具外,各步骤工艺条件及夹具尺寸等参数与实施例1完全相同。

[0068] 表2为采用不同材质夹具时,电解抛光后试样电解区域的厚度信息,测量方法为:电子显微镜测量,200倍放大,随机三点厚度平均值。

[0069] 表2 采用不同材质夹具电解抛光后试样电解区域的厚度信息

夹具材质	低碳钢	不锈钢	低碳钢 (表面有氧化皮)	环氧树脂	无夹具
试样厚度(μm)	196	198	185	171	163

[0070] 从表2中可以看到,当夹具本身电阻率过高(环氧树脂电阻率高于 $10^8 \Omega \cdot \text{m}$)时或夹具与待测试样接触区域的电阻率较高(低碳钢本身电阻率为 $10^{-8} \Omega \cdot \text{m}$,但表面的氧化皮电阻率大于 $10^{-4} \Omega \cdot \text{m}$,表面有氧化皮的低碳钢与夹具的接触区域的电阻率较高,大于 $10^{-5} \Omega \cdot \text{m}$)时,电解过程中试样边缘的电流无法充分传导到夹具当中,使得边部电流密度下降缓慢,试样待测端面边部发生一定腐蚀,试样厚度降低。因此,在夹具导电良好的情况下(低碳钢电阻率为 $10^{-8} \Omega \cdot \text{m}$,不锈钢电阻率为 $10^{-7} \Omega \cdot \text{m}$),因试样边部电流较高,可快速传导到夹具上,从而使得边部电流与待测端面其他部分一致,电解制样效果可满足要求的同时且不发生腐蚀。

[0071] 所以,对夹具的电阻率要求是:第一夹持件3的电阻率不大于 $10^{-5} \Omega \cdot \text{m}$,第一夹持件3与金属带材1的接触区域的电阻率不大于 $10^{-5} \Omega \cdot \text{m}$;第二夹持件4的电阻率不大于 $10^{-5} \Omega \cdot \text{m}$,第二夹持件4与金属带材1的接触区域的电阻率不大于 $10^{-5} \Omega \cdot \text{m}$ 。

[0072] 对比例1 无夹具条件下对硅钢冷轧试样厚度端面进行电解抛光的方法

一种无夹具条件下对硅钢冷轧试样厚度端面进行电解抛光的方法,试样与实施例1相同,为硅钢冷轧试样,无涂层,厚度为0.20mm。具体步骤如下:

步骤1:试样的夹持:与实施例1相同。

[0073] 步骤2:试样夹持固定后机械磨抛:与实施例1相同。

[0074] 步骤3:磨抛和清洗:与实施例1相同。

[0075] 步骤4:将样品的待观测端面与电解设备电极进行导电处理:先将夹具拆卸,然后将设备电极与样品的待观测厚度端面的对侧端面接触,用电极重量压制待测样品,将其固定在试样和电极之间。

[0076] 步骤5:电解抛光:采用带面罩的喷涌式电解设备对试样的待观测厚度端面进行电解抛光,流程与实施例1相同。

[0077] 需要说明的是,为了避免因无夹具固定的试样在研磨过程中变形,所以除步骤4和步骤5外,其余步骤均含夹具。

[0078] 对比例1的金属带材试样的待观测厚度端面,经过电解抛光后的待观测厚度端面显微分析照片如图5b所示。

[0079] 从图5a和图5b可以看出,实施例1的试样电解抛光后保持了原始的厚度,无论是电解区还是电流不稳定区域(介于电解区和非电解区之间)的边部均保持平整且无腐蚀痕迹,厚度也与原始厚度一致。对比例1的试样经过电解抛光后厚度显著降低,且试样边部不平整,说明发生了明显的腐蚀现象。

[0080] 对比例2 一种对带有涂层的无取向硅钢的厚度端面电解抛光的方法

不去除表面绝缘层条件下,对表面涂覆树脂类绝缘涂层,厚度为0.50mm的无取向硅钢试样厚度端面进行电解抛光,具体方法如下:

为保证有效对比,对比例2和实施例2中试样取自同一批次,尺寸和加工方式均相

同。对比例2除不进行去除表面绝缘涂层操作外,各步骤工艺条件及夹具尺寸等参数与实施例2完全相同。

[0081] 表3为经过实施例2和对比例2不同操作流程下的电解抛光方法,电解抛光后试样电解区域的厚度信息,厚度测量方法为:电子显微镜测量,200倍放大,随机三点厚度平均值。

[0082] 表3 不同操作流程下电解抛光后试样电解区域的待测端面厚度情况

试验条件	原始	去除涂层 不电解	实施例2去除涂层 电解抛光后	对比例2未去除涂层 电解抛光后
试样厚度 (μm)	499	497	496	480

[0083] 从表3可以看出,实施例2去除涂层的试样电解区域厚度没有显著降低,对比例2未去除涂层的试样电解区域厚度显著降低,说明对比例2发生了明显的腐蚀现象。这是因为本实施例中的涂层具有绝缘性,电解过程中试样边部的电流无法快速有效的向夹具导出。

[0084] 对比例3 无导电片条件下对硅钢冷轧试样厚度端面进行电解抛光的方法
一种无导电片条件下对硅钢冷轧试样厚度端面进行电解抛光的方法,对比例3的试样与实施例1相同,为硅钢冷轧试样,无涂层,厚度为0.20mm。具体步骤如下:

步骤1-3:与实施例1相同。

[0085] 步骤4:导电处理:将电极8与第一夹持件的第一端面301相对的端面接触进行导电处理。

[0086] 步骤5:与实施例1相同。

[0087] 需要说明的是,一般情况下,为了有效保护样品待测厚度端面,夹具的尺寸明显大于试样的尺寸,即第一夹持件的第一侧面302,第一夹持件的第二侧303、第二夹持件的第一侧面402和第二夹持件的第二侧面403均分别明显大于待测金属带材的轧制面102的轧向和横向尺寸。因此,试样尺寸小于无法直接与电极接触,所以对比例3尝试将电极8与夹具接触导电。

[0088] 按照对比例3进行操作后发现试样几乎无电流通过,无法进行电解抛光,表4为实施例1和对比例3的电流情况。

[0089] 表4 不同操作流程下电解抛光后试样电解过程电流情况

试验条件	实施例1	对比例3
系统电流	0.02A	0.00A

[0090] 分析原因如下:尽管夹具本身及其与试样接触区域的导电性较好,但试样与夹具的接触电阻却较高。这是因为,虽然试样和夹具的接触面在宏观上表现的较为平整,但二者的表面均具有较高的粗糙度,这是常见的钢材加工过程所决定的。因此,采用固定件固定无法使试样与夹具的接触达到良好的状态,试样的待测端面无法到达预期的电流密度。而增加导电片2后可以实现试样的电解,随着试样边部电流的显著增加,该区域与夹具的接触电

阻会明显下降,边部电流顺利导出从而避免过度腐蚀。这也是本发明增加导电片的原因,如果将试样或夹具进行处理来降低二者的接触电阻,难度较大且会损伤样品,所以本发明通过增加导电片可有效导电,简易可行且效果较好。

[0091] 在本说明书的描述中,术语“一个实施例”、“一些实施例”、“具体实施例”等的描述意指结合该实施例或示例描述的具体特征、结构、材料或特点包含于本发明的至少一个实施例或示例中。在本说明书中,对上述术语的示意性表述不一定指的是相同的实施例或示例。而且,描述的具体特征、结构、材料或特点可以在任何的一个或多个实施例或示例中以合适的方式结合。

[0092] 以上仅为本发明的优选实施例而已,并不用于限制本发明,对于本领域的技术人员来说,本发明可以有各种更改和变化。凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

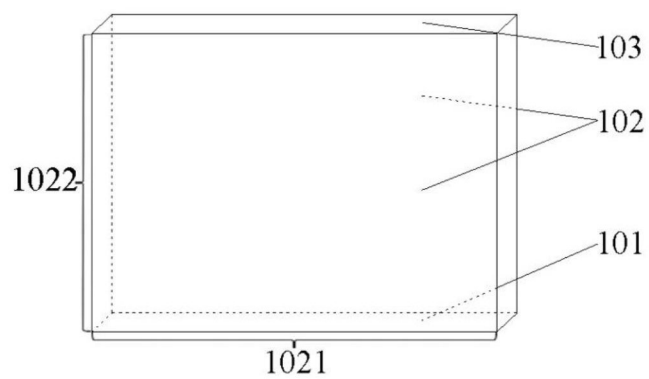


图1

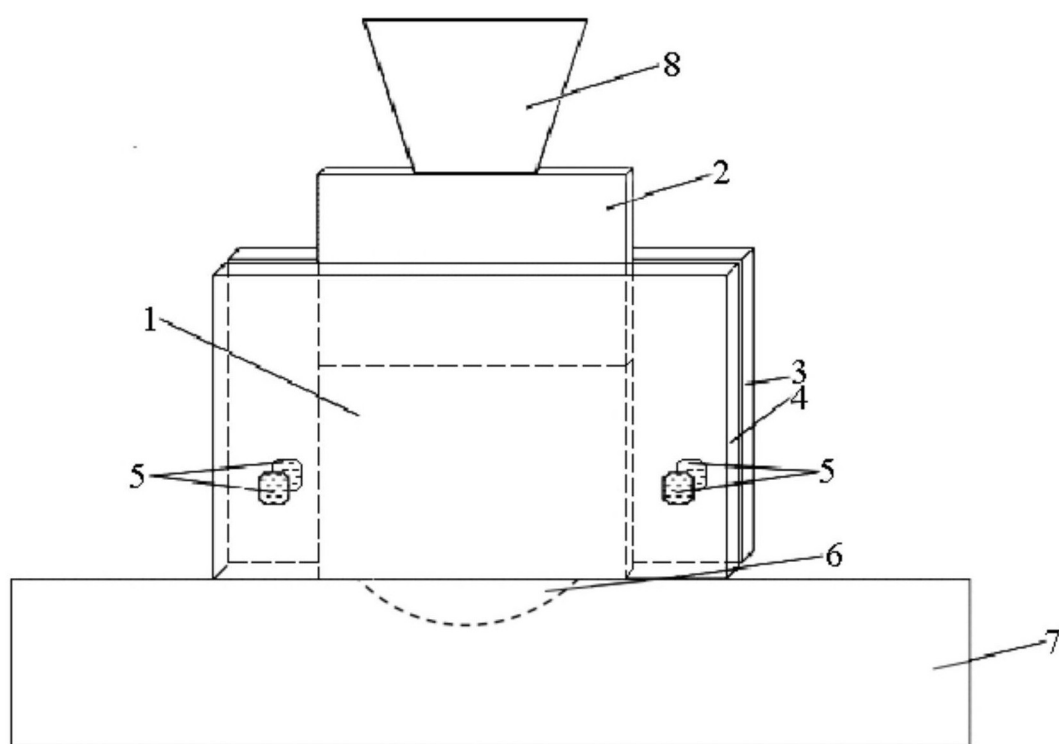


图2

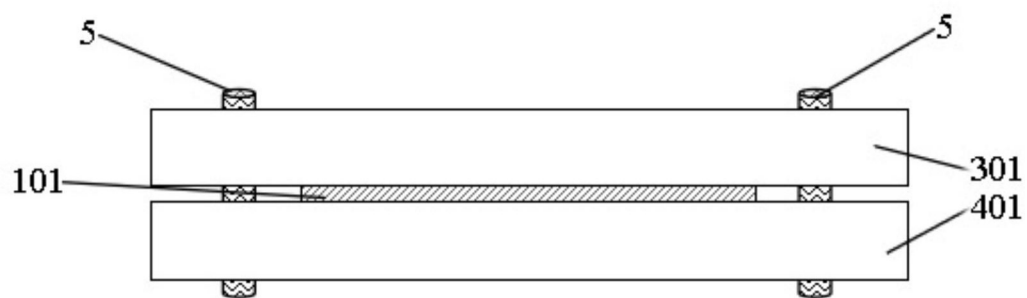


图3

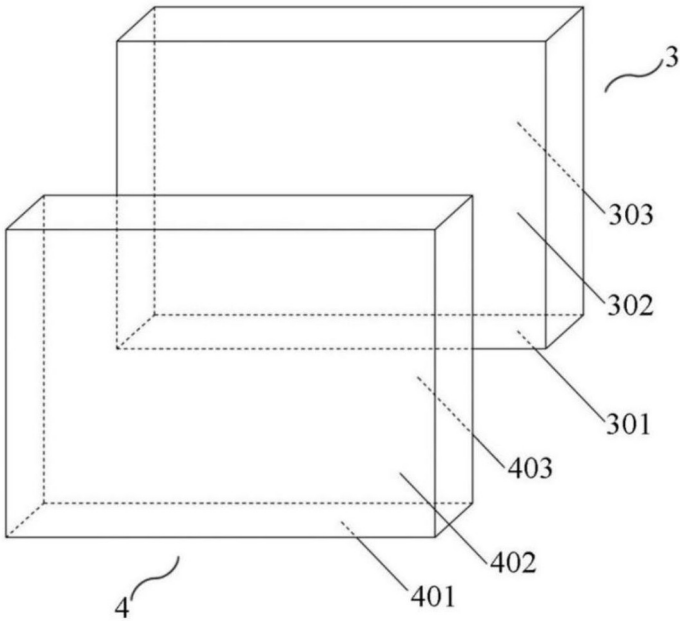


图4

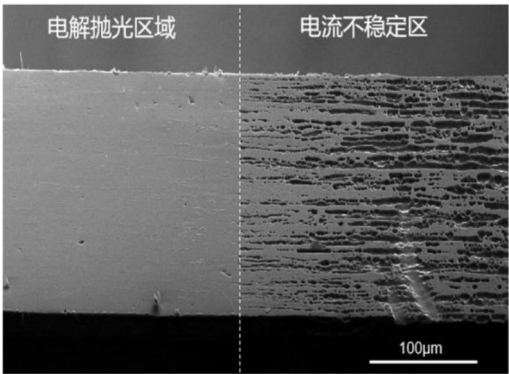


图5a

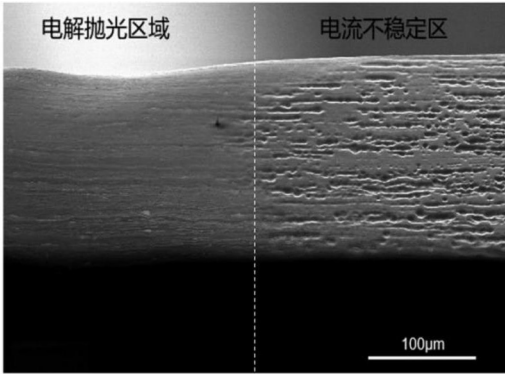


图5b