

铝合金表面元素浓度分布分析* —高压火花光源运动电极法

初真林 顾正鸿 郭永廉

摘要:本文提出了一种简便的合金表面元素浓度分布分析的方法。用火花发射光谱,将下电极改装为运动方式,使样品在运动中扫描激发,分析了铜、银、镁三元素在铝合金表面的分布。

一、前 言

固体材料的性能不仅决定于它的整体组成和结构,而且更决定于它的组成和结构的不均匀性。材料某种指定性能,往往是表面处理,诸如在材料表面进行渗层、镀层及涂层等。如何反映材料表面的组成情况,以了解和研究材料的性能,给分析工作者提出了进行表面薄层分析的课题。对于火花发射光谱运动电极法进行光学膜层及金属表层内的整体成份分析,我们曾作过报道^{[1][2]},本文提出的是应用电极往复运动方式,对铝合金表面作大区域的元素浓度分布分析,同时进行合金表面元素分布的均匀性检查。由于此种方法的特点是电极在运动中放电激发,所以限制了火花取样的斑痕深度,如果将样品作机械或电化学剥离的话,可逐层分析不同深度元素的分布特性,从而得到三维方向的元素浓度值。我们的实验是在块状样品表面的横、纵两个方向上划分等间隔区域,每一区域内,光谱电极在连续运动中取样,通过测定激发谱线的强度得到该区域的元素含量。

二、实验方法及条件

1. 实验方法

下电极架是专门制作的活动电极架,电极架的放样部分为硬塑平板,由微电机带动齿条载放样板做横向往复运动,由一台稳压电源控制电机转速,使样品运动速度连续可调。标样为铸造铝合金,加工成 $56 \times 56 \times 12$ (mm)方块状,表面光滑。样品与标样加工成相同形状。上电极固定不动,放样架载样品与上电极作相对运动,在运动中扫描激发。为避免样品向透镜方向运动中遮挡部分光路,将放样架置于偏斜状态而不与导轨平行,使整个放电光源处于光学系统的正常接收之中。样品与标样在横纵两个方向上按 5mm 等间隔划分,每间隔内从头至尾匀速曝光,摄若干条谱线取平均值。

2. 实验装置及条件

摄谱仪: WLP-J3中型石英摄谱仪。狭缝宽度: $10\mu\text{m}$ 。光学系统: 三透镜均匀照明。

* 国家自然科学基金资助课题

遮光板: 全圆。光源: WPF-3型火花发生器, 复杂线路。电容: $0.01\mu\text{F}$ 。电感: 0。辅助间隙: 3.5mm。分析间隙: 1mm。电流: 1.6A。对电极: 石墨, $\phi 6 \times 40$, 锥角 22° 。下电极: 块状铝合金样品。运动电极控制电压: 11.5V。单次曝光时间: 2.3s。叠加曝光时间: 4.6s。感光板: ORWO UV1型。显影液: D-11配方。定影液: F-5配方。显影温度: $20 \pm 1^\circ\text{C}$ 。显影时间: 3.5min。定影时间: 15min。测微光度计: Zeiss III型。测光电压: 12V。灯丝电流: 4.1A。狭宽: $200\mu\text{m}$ 。标尺: S尺。

三、实验结果及讨论

按照上述条件, 测得 Cu、Mg、Ag 在样品表面不同区域内的含量如表 1, 相应于表 1 的曲线如图 1、图 2 和图 3。

图 1 中, 曲线 (1) 和 (2) 为 2* 样品, 曲线 (3) 和 (4) 为 3* 样品, 可以看出, 铜在样品的横向分布是均匀的, 在纵向分布的曲线表现出一点离散性。这可能与表面的光滑程

表 1 铝合金表面被测元素浓度分布

分布方向	分布宽度	分 布 浓 度					
		2*-Mg	3*-Mg	2*-Ag	3*-Ag	2*-Cu	3*-Cu
横 向	1	0.16	0.45	0.26	0.44	4.57	3.71
	2	0.14	0.59	0.24	0.44	4.57	3.71
	3	0.15	0.52	0.23	0.45	4.40	3.74
	4	0.14	0.46	0.25	0.42	4.55	3.86
	5	0.14	0.46	0.24	0.52	4.44	3.65
	6	0.14	/	0.24	/	4.66	/
纵 向	1	0.16	0.42	0.25	0.48	4.47	3.52
	2	0.13	0.43	0.20	0.34	4.49	2.83
	3	0.15	0.41	0.20	0.23	4.05	/
	4	0.16	0.42	0.22	0.35	4.62	3.09
	5	0.15	0.45	0.22	/	4.54	3.72
	6	0.16	0.41	0.22	0.28	4.36	2.77

度有关, 有时铸造出的样品表面有麻点。但总的趋势看, 铜在铝合金表面的纵向分布也是均匀的。图 2 中, 3* 样品的镁在横向 10mm 处严重偏高, 10mm 至 20mm 区间呈斜线降低, 银在 25mm 处偏高。由此可见, 3* 样品表面, 合金元素镁和银的分布是不均匀的。图 3 中, 3* 样品的银在纵向分布表现出大起大落的状况, 分布十分不匀。根据这些我们可以判定, 在合金熔铸过程中, 存在着, 由于温度或原子量等差异引起偏析以及其它产生不均匀的可能因素。而对于材料研究或应用部门来说, 可以寻找出材料在机械性能或物化性能上产生不同以及出现事故的原因。

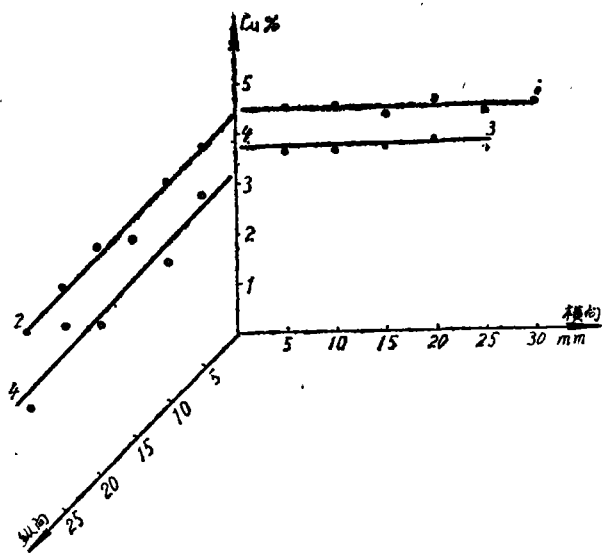


图1 铜在铝合金表面的分布

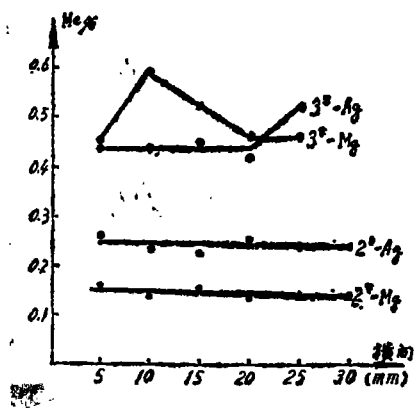


图2 镁和银在铝合金表面的横向分布

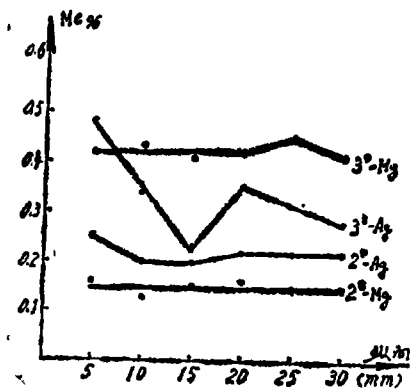


图3 镁和银在铝合金表面的纵向分布

此方法在合金表面的横纵向存在着交叉扫描现象，即当横向扫描后进行纵向扫描时，少量扫描点在横向斑痕点附近发生。不过这些点在整个扫描轨迹上只占有极少部分，因此不会对分析结果表现出影响。

以上是对铝合金表面进行的元素浓度分布分析。此种方法，在电极运动的情况下，样品均匀地进入放电间隙，放电冲击的每一点都是一个新的界面，具有取样均匀性和界面更新性，不受蒸发速度影响。本方法的误差，通过对16个标准样品的测试结果统计，标准偏差为0.19，变动系数为6.8%。实际测定表明，此种方法可以检查合金成份的均匀性，和做浓度分布分析。如果是金属镀层或渗层的话，将表层按等间隔由表及里逐层剥离分析，可得到横、纵、深三个方向上的分布轮廓。方法简便、快速、容易实现。

参 考 文 献

- [1] 郭永廉,理化检验通讯, 1, 32, 1964.
- [2] 初真林, 郭永廉; 光谱学与光谱分析, 6, 6, 43, 1986.

Distribution Analysis of Elements Concentration in Aluminium Alloy Surface

Chu Zhenlin Gu Zhenghong Guo Yonglian

Abstract

A simple and convenient method of distribution analysis of elements concentration in alloy surface is developed. Distributions of copper, silver and magnesium in the aluminium alloy surface are determined by spark emission spectrometry with the moving electrode, and scanning and exciting the samples in moving.