

钢帘线黄铜镀层物相分析

XRD-035

摘要：钢帘线在热扩散电镀黄铜过程中，可能会形成硬脆的 β -黄铜相，当 β -黄铜相含量较高时，极易导致在后续的湿拉过程中出现断丝。本文使用岛津 XRD-7000 测试了某钢帘线样品，对钢帘线镀层进行了物相解析，并对得到的谱图进行了 Rietveld 精修，拟合结果良好， R_{wp} 为 5.4%，通过精修给出了镀层中各物相的含量。这些结果对于指导钢帘线电镀工艺优化或镀层质量评价有着重要意义。

关键词：钢帘线 黄铜镀层 物相定量 XRD

钢丝是橡胶制品尤其是汽车子午线轮胎理想的骨架材料。相较于传统的斜交胎（使用聚酯帘线或尼龙帘线等作为骨架材料），选用钢帘线作为骨架材料的子午线轮胎具有使用寿命长、行驶速度快、耐穿刺、弹性好、安全舒适、节约燃料等优点。

为了改善钢丝与橡胶间的粘合问题，钢帘线通常需要在钢丝表面进行镀层处理。当前主流的镀层方式为热扩散法电镀黄铜，即钢丝先后镀一定量的铜、锌单金属，然后在高温条件下进行热扩散，使铜、锌原子相互扩散到对方的金属结构中，最终形成铜锌合金的黄铜镀层。

研究发现，在热扩散电镀过程中，如果热扩散不充分，钢丝表面镀层除了会形成塑性变形能力良好的 α -黄铜外，还可能会形成硬脆的 β -黄铜相，当 β -黄铜相含量过高时，由于其硬脆性较大，镀层与钢丝的塑性变形受阻，极易导致在后续的湿拉过程中出现断丝。因此，精确的对钢帘线黄铜镀层中的物相进行定性及定量分析，对于指导钢帘线电镀工艺优化或镀层质量评价具有重要意义。

本文以某钢帘线样品为例，利用岛津 X 射线衍射仪进行了测试，对黄铜镀层中物相组成进行了定性分析，利用 Rietveld 精修对镀层各物相含量进行了精确定量。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 X 射线衍射仪 XRD-7000



1.2 分析条件

表 1 测试参数

仪器	: XRD-7000	发散狭缝	: 1°
激发源	: CuK α , $\lambda=0.15406$ nm	防散射狭缝	: 1°
单色化	: 石墨单色器	接收狭缝	: 0.3 mm
管压 / 管流	: 40 kV / 40 mA	步长 / 时间	: 0.02° / 5 s
扫描模式	: 步进扫描 $\theta/2\theta$ (Step-scan)	角度范围	: 38-140°

■ 样品处理

将钢帘线剪成约 20 mm 不等的多个小段，利用橡皮泥固定于镂空的铝制样品槽，并保证钢帘线表面与铝制样品槽上表面平齐，然后上机测试。

■ 结果与讨论

3.1 测试谱图

图 1 为该钢帘线样品实测衍射谱图，衍射峰峰形尖锐，表明结晶良好。

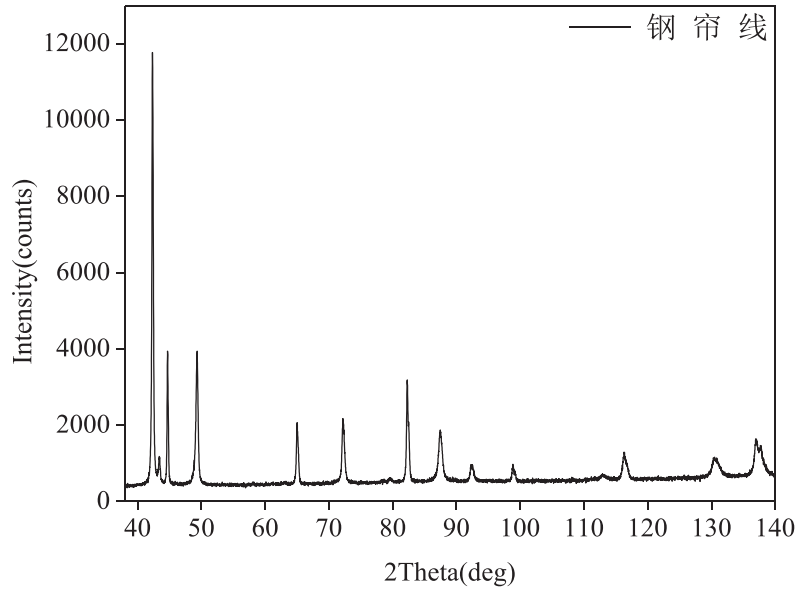


图 1 钢帘线样品衍射谱图

3.2 物相定性分析

对照 ICDD-PDF 卡片库进行检索匹配，对样品衍射谱图进行物相鉴定，结果如图 2 所示。

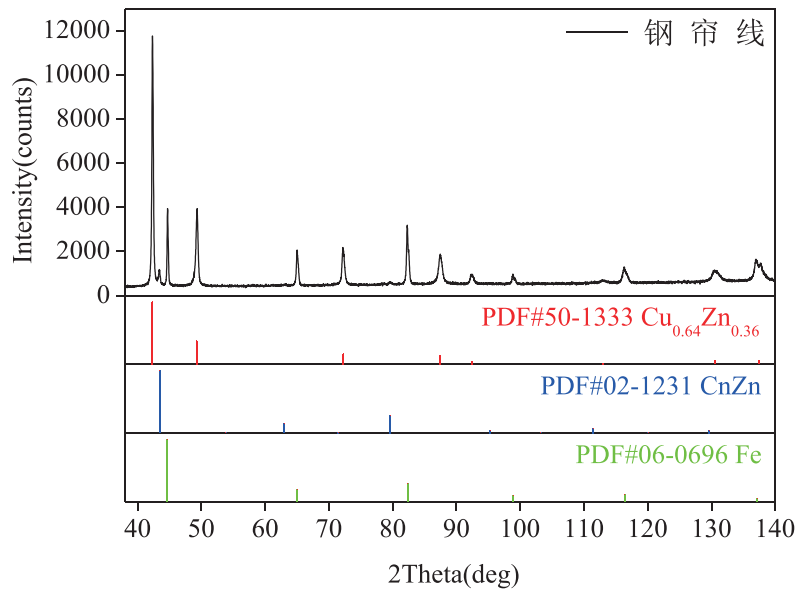


图 2 钢帘线样品物相鉴定结果

物相鉴定结果显示, 检出 α -黄铜 ($\text{Cu}_{0.64}\text{Zn}_{0.36}$)、 β -黄铜 (CuZn) 及 α -Fe 等 3 种物相。其中 α -黄铜及 β -黄铜为钢帘线表面镀层中物相, 而 α -Fe 为钢帘线芯部钢丝的物相。

α -Fe 相的检出, 表明 X 射线已经将较薄的镀层击穿, 换言之, 测得的衍射谱图能够表征镀层全厚度的物相信息。

3.3 物相定量分析

使用 MAUD 软件对上述数据进行 Rietveld 精修, 依次调整标度因子、背景函数、晶格常数、峰形参数、原子坐标、温度因子等参数, 使得计算谱与实测谱基本重合。图 3 给出了该钢帘线样品的全谱拟合结果。可以看出, 误差线较为平直, 整体拟合较好 ($R_{wp}=5.4\%$)。

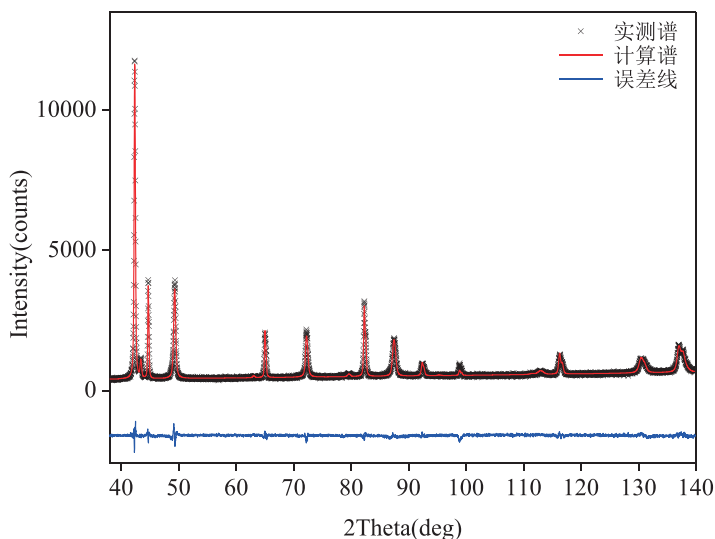


图 3 钢帘线样品 Rietveld 精修结果

精修完成后, 由 MAUD 软件直接读出各物相含量, 结果见表 2。

表 2 MAUD 软件精修结果——物相含量 (wt%)

	α -黄铜	β -黄铜	α -Fe	合计
钢帘线样品	61.5%	2.8%	35.7%	100%

由于 α -Fe 并非镀层中的物相, 所以需要去除 α -Fe 相含量, 重新归一化, 即可得到钢帘线镀层中各物相含量, 结果见表 3。

表 3 镀层中物相含量 (wt%)

	α -黄铜	β -黄铜	合计
钢帘线样品	95.6%	4.4%	100%

■ 结论

本文使用岛津 XRD-7000 测试了某钢帘线样品, 对钢帘线镀层进行了物相解析, 结果显示镀层含有 α -黄铜、 β -黄铜两种物相; 对得到的谱图进行了 Rietveld 精修, 拟合结果良好, R_{wp} 为 5.4%, 通过精修给出了镀层中各物相的含量, 该方法对于指导钢帘线电镀工艺优化或镀层质量评价有着重要意义。

岛津应用云

