

KOROZJA I POWŁOKI OCHRONNE	NORMA BRANŻOWA	BN-78 1071-06
	Ochrona przed korozją Określanie grubości powłok metalowych metodą kulometryczną	
	Grupa katalogowa III 09	

1 WSTĘP

1.1. Przedmiot normy Przedmiotem normy jest niszczące określanie grubości powłok metalowych metodą kulometryczną

1.2. Zakres stosowania normy Normę należy stosować przy określaniu miejscowej grubości powłoki

- jednowarstwowej elektrolitycznej chromowej, cynkowej, cynowej, miedzianej, kadmowej, niklowej i srebrnej o grubości do 50 μm ,
- jednowarstwowej chemicznej niklowej,
- wielowarstwowej elektrolitycznej miedź-nikiel lub miedź-nikiel-chrom,
- jednowarstwowej metalizacyjnej (natryskiwahej), nakładanych na metale lub materiały niemetalowe (ceramikę, tworzywa sztuczne)

Normy nie należy stosować przy określaniu grubości powłok dyfuzyjnych, powłok stopowych, jak mosiądz, brązy, cyna-ołow, nikiel-ołow oraz powłok cienkich silnie porowatych (chrom mikropękany)

1.3. Okreslenia

1.3.1. Czujnik - element przyrządu pomiarowego, służący do odbierania informacji o wielkości mierzonej, ustawiany na badanej powłoce

1.3.2. Grubosc miejscowa powłoki - grubosc powłoki w μm , wyznaczona punktowo w dowolnym miejscu przedmiotu

1.3.3. Masa atomowa - liczba niemianowana określająca ile razy masa atomowa danego pierwiastka jest cięższa od $\frac{1}{12}$ części masy atomu izotopu węgla C-12

1.3.4. Materiał podłoża - materiał (metal, tworzywo sztuczne, ceramika) znajdujący się pod powłoką lub przeznaczony do pokrycia powłoką

1.3.5. Anodowa gęstość prądu - stosunek całkowitej natężenia prądu w A do całkowitej powierzchni anody w dm^2

1.3.6. Potencjał metalu względem roztworu - potencjał

elektryczny w V charakterystyczny dla danego metalu i roztworu

Potencjały różnych metali względem tego samego roztworu są różne

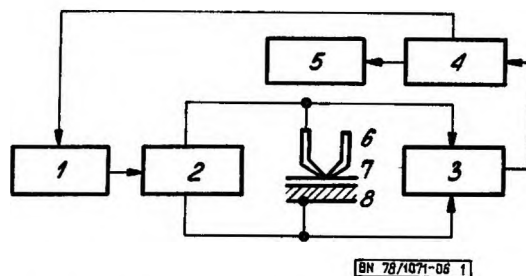
1.3.7. Skok potencjału - zmiana potencjału zachodząca w chwili zakończenia rozpuszczania się powłoki i zetknięcia się roztworu z podłożem Skok potencjału sygnalizuje zakończenie procesu anodowego rozpuszczania powłoki

2 METODA BADANIA

2.1. Zasada metody Określanie grubości powłok metalowych metodą kulometryczną polega na pomiarze ilości elektryczności potrzebnej do elektrolitycznego anodowego rozpuszczania badanej powłoki ze ściśle określonej powierzchni Zakonczenie rozpuszczania się powłoki jest sygnalizowane skokiem potencjału

2.2. Aparatura, przyrządy

a) Czujnik warstwowierza kulometrycznego składa się z obudowy, metalowego naczynka elektrolitycznego, mieszadła i uszczelki Czujnik oraz przedmiot z badaną powłoką połączone są przewodami z elektronicznym układem pomiarowym Schemat blokowy połączeń w czasie pomiaru - wg rys 1



Rys 1 Schemat blokowy warstwowierza kulometrycznego
1 - zasilacz, 2 - układ czasownika, 3 - układ przekaznika, 4 - układ automatyki pomiaru, 5 - wskaźnik odczytu, 6 - naczynko elektrolityczne, 7 - badana powłoka, 8 - podłoże

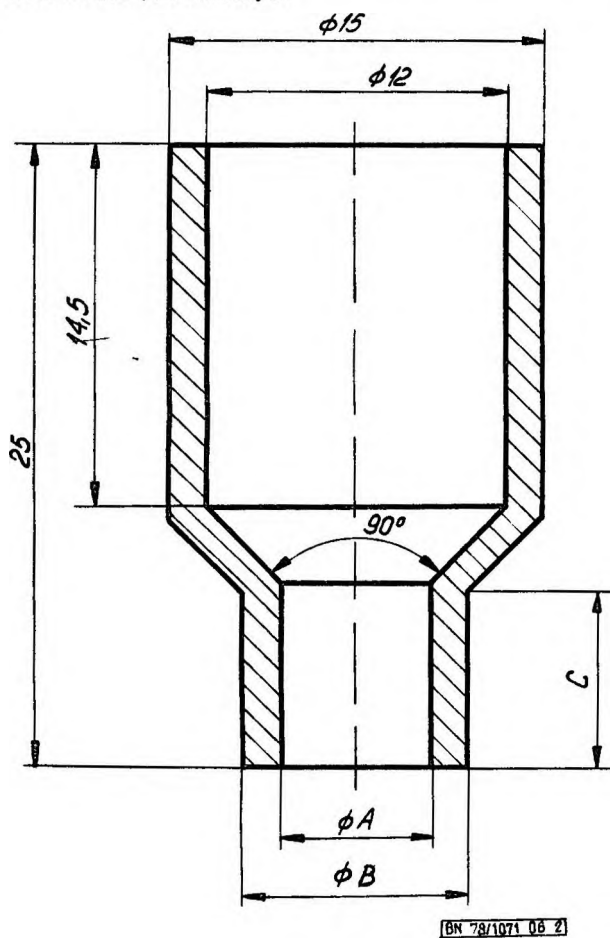
W czasie pomiaru utworzony zostaje obwód elektryczny prądu stałego, w którym przedmiot z badaną powłoką

Zgłoszona przez Instytut Mechaniki Precyzyjnej
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Urządzeń Technologicznych TECHMA dnia 24 marca 1978 r
jako norma obowiązująca od dnia 1 listopada 1978 r
(Dz Norm i Miar nr 10/1978 poz 51)

stanowi anodę, zaś katodą jest znajdujące się w czujniku naczynko elektrolityczne z uszczelką, napełnione odpowiednim roztworem

b) Elektroniczny układ pomiarowy Zespół zawierający stabilizowany zasilacz prądu stałego, człony regulacji, czasownik oraz miernik analogowy lub cyfrowy wyskalowany w μm

c) Naczynko elektrolityczne z uszczelką Zależnie od wielkości i kształtu przedmiotu z badaną powłoką, do pomiaru grubości metodą kulometryczną wybrać jedno z dwu naczynek wykonanych ze stali 1H18N9T. Kształt i wymiary naczynek wg rys. 2. Naczynko nr 1 stosowane jest do pomiarów na dużych powierzchniach płaskich, a naczynko nr 2 do pomiarów na powierzchniach małych oraz powierzchniach profilowanych

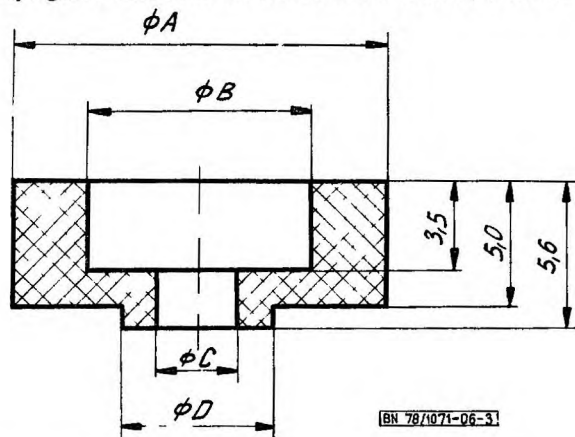


Nr	mm		
1	6	9	7
2	4	6,5	5

Rys. 2 Naczynko elektrolityczne

Na dolną końcówkę naczynka elektrolitycznego należy nałożyć uszczelkę. Kształt i wymiary uszczelki wg rys. 3. Uszczelka powinna być wykonana z chemicznie odpornej gumy lub chemicznie odpornego tworzywa sztucznego. Two-

rzywo to powinno być elastyczne, aby zapewnić ściśle przyleganie uszczelki do powierzchni badanej powłoki



Nr	mm			
1	15	8,8	3,2	$\phi 5$
2	10	6,3	2,4	$\phi 5$

Rys. 3 Uszczelka

2.3 Roztwory i wzorce stałe

a) Roztwór stosowany w metodzie kulometrycznej powinien spełniać następujące warunki:

- nie może rozpuszczać metalu powłoki bez prądu,
- nie może trawić pod prądem metalu podłoża,
- powinien zapewnić stałą wydajność prądową procesu, wartość jej powinna być możliwie bliska 100%,
- skok potencjału albo spadek natężenia (gęstości) prądu przy końcu pomiaru powinien być na tyle duży, aby wyraźnie było widac zakończenie rozpuszczania lub aby następowało automatyczne wyłączenie aparatu

b) Typowe składy roztworów - wg tabl. 1

Tablica 1 Składy roztworów do kulometrycznego oznaczania grubości powłok metalowych

Nr roztworu	Skład chemiczny
1	860 g/l NH_4NO_3
2	180 g/l K_2CNS
3	400 g/l KJ
4	100 g/l Na_2SO_4
5	150 g/l NaOH
6	100 g/l KF
7	30 g/l NH_4NO_3 + 30 g/l NaCNS
8	200 g/l CH_3COONa + 200 g/l $\text{CH}_3\text{COONH}_4$
9	100 g/l Na_2SO_4 + 20 g/l ZnSO_4
10	100 g/l NaCl

Do sporządzania roztworów należy używać odczynników czystych oraz wody destylowanej lub dejonizowanej

c) Dobór roztworu do badanego zestawu powłoki i podłoża - wg tabl 2

Tablica 2 Dobór roztworów do kulometrycznego oznaczenia grubości powłok w zależności od rodzaju metalu powłoki i materiału podłoża

Powłoka	Podłoże					Specjalne zastosowanie
	Al	Cu	Fe niemetale	Cu-Zn	Ni	
Ag	1	2	1	2	2	
Cd	3	3	3	3	3	
Cr	4	5	4	5	4	4 stal stopowa
Cu	1	-	1	6	1	6 stopy cynku, kowar
Ni ¹⁾	7	7	7	7	-	
Pb	8	8	8	8	-	
Zn	9,10	9,10	9,10	9,10	9,10	
1) Cyfry oznaczają numer roztworu wg tabl 1 Dotyczy powłok osadzanych elektrolitycznie						

d) Wzorce stałe stanowią płytki materiału podłoża pokryte jednostronnie powłoką metalową, które należy stosować do wzorcowania warstwowierzy kulometrycznych

Dopuszczalne odchyłki grubości powłok na wzorcach nie powinny przekraczać

- dla zakresu (0,5 ± 2,0) ±0,05 μm,
- dla zakresu (2,1 ± 5,0) ±0,1 μm,
- dla zakresu (5,1 - 15) ±0,3 μm

2.4 Wielkość i kształt próbek do badań Minimalne wymiary próbek (przedmiotów) i najmniejszy dopuszczalny promień krzywizny określają instrukcje warstwowierzy

Miejscową grubość powłok należy określać na powierzchniach płaskich i wypukłych

2.5. Wielkość partii wyrobów, licznosc i rodzaj próbek - według norm przedmiotowych dla pokrywanych wyrobów. W przypadku braku norm przedmiotowych dopuszcza się, po uzgodnieniu między zamawiającym i producentem, badanie powłok nie pochodzących z wyrobu, lecz identycznych pod względem materiału i technologii nakładania

Punkty pomiarowe powinny znajdować się na powierzchniach istotnie ważnych

2.6 Przygotowanie próbek do badań Przed przystąpieniem do badania grubości należy

a) przygotować próbki do badań, stanowiące przedmioty z powłokami lub wycinki z tych przedmiotów,

b) odtłuścić próbki do badań, tzn przed badaniem próbki odtłuścić oraz usunąć z powierzchni zanieczyszczenia i wszelkie warstwy utrudniające przepływ prądu, tj warstewki chromianowe, fosforanowe, produkty korozji, naturalne warstewki tlenkowe

Naturalne warstewki tlenkowe usuwa się z powierzchni badanej za pomocą 5-procentowej wodnej zawiesiny tlenku glinu

2.7 Przygotowanie warstwowierza do badań Przed przystąpieniem do pomiaru, zależnie od kształtu próbki oraz rodzaju metalu powłoki i materiału podłoża należy wybrać odpowiednie

- a) naczynko wg 2 2c),
- b) uszczelkę wg 2 2c),
- c) wzorzec wg 2 3d),
- d) roztwór wg tabl 1 i 2

Następnie należy przeprowadzać wzorcowanie zgodnie z instrukcją warstwowierza

2.8 Sposób pomiaru

2.8.1. Metoda pomiaru bezpośrednia Sposób przeprowadzenia pomiaru obejmuje następujące czynności

- a) wybór i przygotowanie próbek do badań (2 4, 2 5 i 2 6),
- b) przygotowanie warstwowierza do badań (2 7a), b), d),

c) wykonanie pomiaru na próbce z badaną powłoką, przygotowaną wg 2 6, ustawić naczynko z uszczelką, po czym naczynko napełnić dobranym roztworem (tabl 1 i 2), powłokę badaną połączyć przewodem z układem elektronicznym, włączyć przyrząd i dokonać odczytu czasu rozpuszczania się powłoki przy stałej gęstości prądu oraz określonej powierzchni i wydajności prądowej,

d) obliczanie wyników grubość powłoki (X) obliczyć w μm wg wzoru

$$X = \frac{\eta \cdot t \cdot k}{d} \quad (1)$$

w którym

- η - wydajność prądowa rozpuszczania przy zastosowaniu zalecanych roztworów jest bliska 100%,
- t - anodowa gęstość prądu rozpuszczania, mA,
- t - czas rozpuszczania, min,
- d - powierzchnia rozpuszczania, cm²,
- k - współczynnik wg tabl 3 lub według następującego wyliczenia

$$k = \frac{A \cdot 0,167}{2,68 \cdot z}$$

przy czym

- A - masa atomowa rozpuszczanego metalu,
- z - wartościowość rozpuszczanego metalu,
- ρ - gęstość metalu, g/cm³

Tablica 3 Wartość współczynnika k dla różnych powłok z metali

Powłoka	Cr	Sn	Zn	Cd	Cu	Ni	Pb	Ag
Współczynnik k	0,008	0,029	0,051	0,040	0,022	0,020	0,057	0,064

e) ocenę wyników za wynik przyjmuje się średnią arytmetyczną co najmniej trzech pomiarów, błąd metody $\pm 10\%$ wartości określonej grubości powłoki

2.8.2. Metoda pomiaru porównawcza Sposób przeprowadzenia pomiaru obejmuje następujące czynności:

a) wybór i przygotowanie próbek do badań (2.4, 2.5 i 2.6),

b) przygotowanie warstwowierza do badań (2.7a),

c) wykonanie pomiaru na wzorcu stałym (2.3d) powłoki wykonanej z takiego samego metalu jak metal powłoki, na próbce, ustawić naczynko z uszczelką, po czym naczynko napełnić roztworem dobranym (tabl. 1 i 2), wzorzec stały połączyć przewodem z układem elektronicznym, włączyć przyrząd, dokonać odczytu wskazan w chwili zakończenia rozpuszczania się powłoki, wskazania nie powinny się różnić o 10% od nominalnej grubości powłoki na wzorcu stałym, zgodnie z instrukcją obsługi przyrządu przeprowadzić kompensację, po czym dokonać ponownego odczytu na wzorcu, przyrząd uznaje się za wy-

wzorcowany, jeżeli wskazania nie różnią się więcej niż $\pm 3\%$ od nominalnej grubości powłoki na wzorcu stałym, na próbce z badaną powłoką przygotowaną (2.6) ustawić naczynko z uszczelką, po czym naczynko napełnić roztworem (tabl. 1 i 2), powłokę badaną połączyć przewodem z układem elektronicznym, włączyć przyrząd i dokonać odczytu wskazan w chwili zakończenia rozpuszczania powłoki, porównując grubość powłoki badanej ze znaną grubością powłoki na wzorcu stałym,

d) obliczanie wyników grubość powłoki (X) obliczyć w μm ze wzoru

$$X = C \cdot t \quad (2)$$

w którym

C - stała przyrządu,

t - czas rozpuszczania, min,

e) ocenę wyników za wynik przyjmuje się średnią arytmetyczną co najmniej trzech pomiarów, błąd metody 10% wartości określonej grubości powłoki

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Mechaniki Precyzyjnej, Warszawa

2. Dokumenty międzynarodowe i normy zagraniczne
 ISO 2177-72 Metallic coatings Measurement of coating thickness Coulometric method by anodic dissolution
 RFN DIN 50955-72 Prüfung metallischer Überzüge Messung der Dicke galvanischer Überzüge Coulometrisches Verfahren

USA ASTM B 504-70 Standard method for measurement of thickness of metallic coatings by the coulometric method

3. Autorzy projektu normy - mgr Stefan Sękowski, mgr Mirosława Zawadzka

4. Roztwory i wzorce Roztwory i wzorce do warstwowierzy kulometrycznych dostarcza IMP