

DIN 50022

ICS 25.220.40

**Metallische und andere anorganische Überzüge –
Schichtpotentialmessung von galvanischen
Mehrfach-Nickelschichtsystemen (STEP-Test)**

Metallic and other inorganic coatings –
Simultaneous thickness and electrode potential determination of individual layers in
multilayer nickel deposits (STEP Test)

Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques –
Epaisseur simultanée et détermination des couches individuelles en multiple dépôts
de nickel (essai STEP)

Gesamtumfang 12 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen.....	4
3 Prüfeinrichtung	4
3.1 Aufbau der Messzelle	4
3.2 Zusammensetzung der Testlösung	5
4 Anforderungen	6
5 Probenahme	6
6 Faktoren, die die Messgenauigkeit beeinflussen	6
6.1 Elektrolyt.....	6
6.2 Konditionierung	6
6.3 Ni-Ablagerungen	6
6.4 Oberflächensauberkeit.....	6
6.5 Anpressdruck.....	6
6.6 Elektrischer Kontakt.....	7
6.7 Vollständige Ablösung.....	7
7 Durchführung	7
7.1 Allgemeines	7
7.2 Messung	7
7.3 Auswertung	7
8 Messunsicherheit.....	11
9 Prüfbericht.....	11
Literaturhinweise	12

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-01-61 AA „Mess- und Prüfverfahren für metallische und andere anorganische Überzüge“ des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

Einleitung

Die Abkürzung STEP-Test steht für den Begriff „Simultaneous Thickness and Electrode Potential determination“.

Mit dem STEP-Test können die für den Korrosionsverlauf in einem Nickel-Mehrfachschichtsystem relevanten Parameter (Schichtdicken der einzelnen Nickelschichten und deren Potentialdifferenzen untereinander) in einem Arbeitsschritt gemessen und — bei Verwendung geeigneter Geräte — dokumentiert werden.

Der Test ist eine Modifikation der bekannten coulometrischen Methode zur Schichtdickenmessung. Hierbei macht man sich die Tatsache zu Nutze, dass nach dem anodischen Ablösen einer Nickelschicht ein Potentialsprung erfolgt, dessen Größe gegen eine Referenzelektrode gemessen werden kann.

Obwohl der STEP-Test inzwischen in etliche Werksnormen, insbesondere der Automobilindustrie, aufgenommen wurde, liegen bislang keine einheitlichen und allgemein anerkannten Werte für die Potentialdifferenzen vor. Derzeit geht man bei Doppelnickelüberzügen von Werten zwischen 80 mV und 150 mV aus, wobei der Halbglanznickelüberzug gegenüber dem Glanznickelüberzug immer der edlere ist.

Auch für die Potentialdifferenz zwischen Glanznickelüberzug und vorhandenen Spezialnickelüberzügen (z. B. bei der mikroporigen Verchromung) liegen bislang keine verbindlichen Zahlenwerte vor. Nach derzeit vorliegenden praktischen Erfahrungen liegt die Potentialdifferenz zwischen etwa 20 mV und 60 mV, wobei der Glanznickelüberzug unedler sein muss als der Spezialnickelüberzug.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt zur Messung der Schichtdicken der einzelnen Nickelschichten in galvanisch abgeschiedenen Mehrfach-Nickelschichtsystemen sowie zur Messung der Potentialdifferenzen zwischen den einzelnen Nickelschichten in galvanisch abgeschiedenen Mehrfach-Nickelschichtsystemen.

Die Messung anderer Schichten oder Schichtsysteme als galvanisch abgeschiedene Mehrfach-Nickelschichtsysteme gehören nicht zum Anwendungsbereich dieser Norm.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

E DIN 53100, *Metallische Überzüge — Galvanische Nickel-Chrom- und Kupfer-Nickel-Chrom-Überzüge auf Kunststoffen*

DIN EN 12540, *Galvanische Nickel-Überzüge und Nickel-Chrom-Überzüge, Kupfer-Nickel-Überzüge und Kupfer-Nickel-Chrom-Überzüge*

DIN EN ISO 2177, *Metallische Überzüge — Schichtdickenmessung — Coulometrisches Verfahren durch anodisches Ablösen*

DIN ISO 2859-1, *Annahmestichprobenprüfung anhand der Anzahl fehlerhafter Einheiten oder Fehler (Attributprüfung) — Teil 1: Nach der annehmbaren Qualitätsgrenzlage (AQL) geordnete Stichprobenpläne für die Prüfung einer Serie von Losen*

DIN ISO 2859-2, *Annahmestichprobenprüfung anhand der Anzahl fehlerhafter Einheiten oder Fehler (Attributprüfung) — Nach der zurückweisenden Qualitätsgrenzlage (LQ) geordnete Stichprobenanweisungen für die Prüfung einzelner Lose anhand der Anzahl fehlerhafter Einheiten*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

3 Prüfeinrichtung

3.1 Aufbau der Messzelle

Bild 1 zeigt zwei Beispiele für den typischen schematischen Aufbau einer Messzelle zur gleichzeitigen Bestimmung von Schichtdicken und Potentialdifferenzen in Nickel-Mehrfachschichtsystemen. Die Zellen unterscheiden sich in der Realisierung der Referenzelektrode. In Bild 1 a) ist die Referenzelektrode ein mit Silberchlorid überzogener Silberdraht am Rand der Messzelle, in Bild 1 b) ein mit Silberchlorid überzogener Silberring am Boden der Messzelle. Unabhängig von der konkreten Realisierung der Referenzelektrode liefern beide Varianten im Rahmen der Messunsicherheit für die Potentialdifferenzmessung und (nach durchgeführter Kalibrierung) für die Schichtdickenmessung das gleiche Ergebnis.

ANMERKUNG 1 Der in Bild 1 b) als Referenzelektrode verwendete Silberring hat den Vorteil, dass das sonst notwendige Justieren des Silberdrahtes entfällt, wodurch genauere und reproduzierbarere Ergebnisse erzielt werden.

ANMERKUNG 2 Das umgewälzte Volumen der Elektrolytlösung beträgt typischerweise einige 100 mm³ je Sekunde.