

Prüfung metallischer Überzüge  
**Bestimmung des mittleren Flächengewichtes  
 von Zinnüberzügen auf Stahl  
 durch chemisches Ablösen des Überzuges**

**DIN**  
**50 954**

Testing of metallic coatings; determination of average coating weight of tin coatings on steel by chemical dissolution of the coating

Essai de revêtements métalliques; détermination du grammage moyenne des revêtements d'étain sur l'acier par dissolution chimique de revêtement

## 1. Zweck und Anwendungsbereich

Diese Norm dient zur Bestimmung des mittleren Flächengewichtes von Zinnüberzügen auf Stahl ohne Unterschied ihres Herstellungsverfahrens. Da für die Auswertung ein genaues Ausmessen und Berechnen der mit dem Zinnüberzug bedeckten Stahloberfläche erforderlich ist, wird diese Norm in der Hauptsache für Bleche, Bänder, Drähte und Rohre angewendet.

Von den beiden in dieser Norm beschriebenen Verfahren dient das titrimetrische Verfahren als Schiedsverfahren zur Bestimmung des mittleren Flächengewichtes des Zinnüberzuges von Weißblech.

## 2. Kurzbeschreibung des Verfahrens

Der Zinnüberzug wird chemisch vom Stahl abgelöst und der dabei entstehende Gewichtsverlust durch Wägen der Probe vor und nach dem Ablösen des Überzuges (gravimetrisches Verfahren) oder durch Titrieren des im Ablösemittel gelösten Zinns (titrimetrisches Verfahren) bestimmt. Aus dem Gewichtsverlust und der verzinneten Probenoberfläche wird das Flächengewicht des Zinnüberzuges errechnet. Ist die Dichte des Zinnüberzuges bekannt, so kann aus dem mittleren Flächengewicht seine durchschnittliche Schichtdicke berechnet werden.

Bei im Schmelztauchverfahren aufgetragenen und bei nachträglich aufgeschmolzenen galvanischen Zinnüberzügen enthält der mit dem gravimetrischen Verfahren gefundene Wert nicht nur das freie Zinn, sondern auch das Zinn und das Eisen aus der Legierungsschicht zwischen dem Grundwerkstoff und der äußeren Zinnschicht. Dagegen enthält der mit dem titrimetrischen Verfahren gefundene Wert neben dem freien Zinn nur noch das Zinn, nicht aber das Eisen, aus der Legierungsschicht. Infolgedessen liegt das nach dem titrimetrischen Verfahren ermittelte Flächengewicht dieser Zinnüberzüge um etwa 1,5 % unter dem mit dem gravimetrischen Verfahren ermittelten Wert.

## 3. Proben

Die Probenahme ist zu vereinbaren.

Als Proben dienen im wesentlichen Blech-, Band-, Draht- oder Rohrabschnitte. Die Abmessungen der Proben sollen nicht zu klein gewählt werden. Blechproben sollen einen Rondendurchmesser von etwa 70 mm haben. Bei Draht werden je nach Drahtdicke ein (z. B. bei einem Durchmesser

von 10 mm und größer) oder mehrere (z. B. bei einem Durchmesser kleiner als 10 mm) 100 mm lange Drahtabschnitte geprüft.

## 4. Lösungen

Die zur Herstellung der Lösungen erforderlichen Chemikalien werden in analysenreiner Form (zur Analyse) verwendet, Wasser in Form von destilliertem Wasser.

### 4.1. Gravimetrisches Verfahren (Verfahren G)

Ablösemittel: In Salzsäure, die durch Auffüllen von 840 ml konzentrierter Salzsäure, HCl, (Dichte 1,19 g/ml) mit Wasser auf 1000 ml hergestellt wird, werden 32 g Antimon(III)-chlorid, SbCl<sub>3</sub>, oder 20 g Antimon(III)-oxid, Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, aufgelöst.

### 4.2. Titrimetrisches Verfahren (Verfahren T)

Ablösemittel: 30 ml konzentrierte Salzsäure, HCl, (Dichte 1,19 g/ml) werden mit 2 ml 0,25 gew.-%iger salzsaurer Antimon(III)-chlorid-Lösung, SbCl<sub>3</sub>, versetzt.

Indikatorlösung: 1 g Stärke wird in 100 ml kochendem Wasser gelöst und mit 0,01 g Quecksilber(II)-jodid, HgJ<sub>2</sub>, versetzt.

Titrierlösung: n/10 Jodlösung (1 ml entspricht 5,935 mg Sn).

## 5. Durchführung der Prüfung

Vor der Prüfung wird bei Proben mit geometrisch einfacher Form die verzinnete Probenoberfläche  $A$  auf 1 % bestimmt. Bei profilierten Proben ist anzugeben, nach welchem Verfahren und mit welcher Meßunsicherheit die Oberfläche bestimmt wurde.

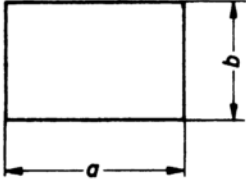
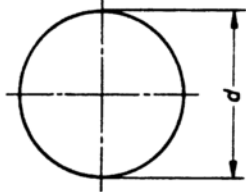
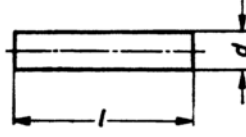
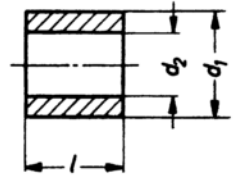
Die Oberfläche  $A$  von Proben aus Blechen, Bändern, Drähten und Rohren ist nach den in der Tabelle auf Seite 2 zusammengestellten Gleichungen zu berechnen<sup>1)</sup>.

Die Probenoberfläche muß fettfrei und vom Ablösemittel einwandfrei benetzbar sein. Falls erforderlich, wird die Probe durch organische Fettlösemittel, die den Zinnüberzug nicht angreifen, entfettet und dann getrocknet.

Bei elektrolytisch differenzverzinnem Weißblech (verschieden hohes Flächengewicht des Zinnüberzuges auf beiden Seiten) wird das Flächengewicht jeder einzelnen Seite nach vorheriger Abdeckung der anderen Seite getrennt bestimmt.

<sup>1)</sup> Siehe auch Abschnitt 6, Anmerkung 1

Fortsetzung Seite 2 und 3  
 Erläuterungen Seite 3

| Erzeugnis       | Probenart                                                                          | Verzinnung      | Gleichung für die Berechnung der verzinneten Oberfläche |
|-----------------|------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|---------------------------------------------------------|
| Blech oder Band |   | zweiseitig      | $A = 2 \cdot a \cdot b$                                 |
|                 |                                                                                    | einseitig       | $A = a \cdot b$                                         |
|                 |   | zweiseitig      | $A = 2 \cdot \frac{\pi \cdot d^2}{4}$                   |
|                 |                                                                                    | einseitig       | $A = \frac{\pi \cdot d^2}{4}$                           |
| Draht           |   | —               | $A = \pi \cdot d \cdot l$                               |
| Rohr            |  | außen und innen | $A = \pi \cdot (d_1 + d_2) \cdot l$                     |
|                 |                                                                                    | nur außen       | $A = \pi \cdot d_1 \cdot l$                             |
|                 |                                                                                    | nur innen       | $A = \pi \cdot d_2 \cdot l$                             |

### 5.1. Gravimetrisches Verfahren (Verfahren G)

Vor dem Einbringen in das Ablösemittel nach Abschnitt 4.1 wird das Gewicht  $m_1$  der Probe durch Wägen auf 1 mg bestimmt.

Die Menge des Ablösemittels soll so bemessen sein, daß je  $\text{cm}^2$  Probenoberfläche mindestens etwa 10 ml Ablösemittel vorhanden sind. Es darf sich jeweils nur eine Probe zu demselben Zeitpunkt im Ablösemittel befinden.

Die Probe wird bei Raumtemperatur vollständig in das Ablösemittel eingetaucht, gegebenenfalls bewegt und so lange darin belassen, bis der Zinnüberzug vollständig abgelöst ist. Das Ende des Ablösevorganges ist dadurch zu erkennen, daß die anfangs lebhaft entwickelte Wasserstoffentwicklung aufhört. Danach wird die Probe in fließendem Wasser gespült, wobei ein etwa vorhandener Belag von der Oberfläche abzuwischen ist. Anschließend wird die Probe in Alkohol getaucht, schnell getrocknet und wieder auf 1 mg gewogen ( $m_2$ ).

Der Gewichtsverlust  $\Delta m$  ist

$$\Delta m = m_1 - m_2 \quad (1)$$

### 5.2. Titrimetrisches Verfahren (Verfahren T)

Die Probe wird in einem 250-ml-Glaskolben vollständig in das Ablösemittel nach Abschnitt 4.2 eingetaucht und 15 bis 20 Minuten lang bei Raumtemperatur behandelt, bis der Zinnüberzug vollständig abgelöst ist. Das Ende des Ablösevorganges ist daran zu erkennen, daß die anfangs lebhaft entwickelte Wasserstoffentwicklung aufhört. Falls erforderlich, ist die Probe zum Einbringen in den Glaskolben zu zerschneiden.

Dann wird die Probe aus dem Ablösemittel herausgenommen und über dem Glaskolben mit Wasser abgespült. Dabei wird das Ablösemittel auf 150 ml aufgefüllt. Dieser Lösung werden 3 g Blei in dünnen Streifen hinzugefügt.

Der Glaskolben wird mit einem dreifach durchbohrten Gummistopfen verschlossen und das Rohr für die Zuführung von  $\text{CO}_2$  sowie der Kühler mit einer Vorrichtung zur Kontrolle des  $\text{CO}_2$ -Stromes eingesetzt. Die dritte Bohrung zur späteren Aufnahme der Spitze der Titrierbürette wird zunächst mit einem Glasstab verschlossen.

Der Zustrom von  $\text{CO}_2$  wird auf etwa 2 Blasen je Sekunde eingestellt. Der Glaskolben wird erhitzt und die Lösung 30 Minuten lang langsam gekocht. Anschließend wird der Kolben in eiskaltes Wasser getaucht und der Zustrom von  $\text{CO}_2$  nach und nach auf 5 bis 6 Blasen je Sekunde verstärkt.

Nach 20 Minuten Kühlung (die Temperatur soll dann etwa  $10^\circ\text{C}$  betragen) werden der Glasstab aus der dritten Bohrung des Stopfens herausgezogen, der Lösung 5 ml Indikatorlösung nach Abschnitt 4.2 hinzugefügt und die Spitze der Titrierbürette an Stelle des Glasstabes in die Bohrung eingeführt. Unter fortwährendem Zustrom von  $\text{CO}_2$  wird mit der  $n/10$  Jodlösung bis zur ersten bleibenden Blaufärbung titriert.

## 6. Auswertung der Prüfung

Das Flächengewicht  $m_A$  des Zinnüberzuges erhält man beim gravimetrischen Verfahren in  $\text{g}/\text{m}^2$  aus der Zahlenwertgleichung

$$m_A = \frac{\Delta m}{A} \cdot 10000 \quad (2)$$

wobei  $\Delta m$  in g und  $A$  in  $\text{cm}^2$  einzusetzen sind.

Beim titrimetrischen Verfahren ist für  $\Delta m$  die durch die Titration gefundene Zinnmenge in g einzusetzen.