

Messung von Schichtdicken
Bestimmung der flächenbezogenen Masse von
Zink- und Zinnschichten auf Eisenwerkstoffen
durch Ablösen des Schichtwerkstoffes
Gravimetrisches Verfahren

DIN
50 988
Teil 1

Measurement of coating thickness; determination of the mass per unit area of zinc- and tin-coatings on ferrous materials by dissolution of the coating material; gravimetric method

Ersatz für DIN 50 952/12.63
und teilweise Ersatz für
DIN 50 954/02.65

Mesurage de l'épaisseur; détermination de la masse par unité de surface des revêtements de zinc et d'étain sur les matériaux ferreux par dissolution du métal de revêtement; méthode gravimétrique

1 Anwendungsbereich und Zweck

Diese Norm legt Bedingungen fest, nach denen die flächenbezogene Masse von Zink- und Zinnschichten auf Eisenwerkstoffen bestimmt wird. Wird die flächenbezogene Masse durch die Dichte des Schichtwerkstoffes dividiert, ergibt sich der Wert für eine durchschnittliche Schichtdicke.

Da für die Auswertung ein genaues Ausmessen und Berechnen der Fläche des mit dem Schichtwerkstoff bedeckten Grundwerkstoffes erforderlich ist, wird diese Norm vorzugsweise für Bleche, Bänder, Drähte und Rohre angewendet.

Bei galvanischen oder im Schmelztauchverfahren hergestellten Schichten ist die Dichte hinreichend genau bekannt. Für Schichten, die nach anderen Verfahren hergestellt werden, wie z. B. durch thermisches Spritzen oder Sherardisieren, kann die Dichte kleiner sein als in Abschnitt 9 angegeben.

In diesem Fall ist die Dichte, die der Schichtdickenberechnung zugrunde gelegt wird, zu vereinbaren.

Die Begriffe über Schichtdicke und Oberflächenmeßbereiche enthält DIN 50 982 Teil 1, die Übersicht und Zusammenstellung der gebräuchlichen Meßverfahren DIN 50 982 Teil 2 und Hinweise zur Auswahl der Verfahren und Durchführung der Messungen DIN 50 982 Teil 3.

2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Der Schichtwerkstoff wird vom Grundwerkstoff abgelöst und die entstandene Massendifferenz durch Wägen der Probe vor und nach dem Ablösen bestimmt. Aus der Massendifferenz und der Fläche des Ablösebereiches wird die flächenbezogene Masse des Schichtwerkstoffes berechnet. Bei bekannter Dichte des Schichtwerkstoffes kann die durchschnittliche Schichtdicke errechnet werden.

3 Meßgeräte und Reagenzien

3.1 Meßgeräte

Je nach Gesamtprobenmasse und Belastbarkeit der Waage können Analysenwaagen¹⁾ (Skalenteilungswert 0,1 mg), Präzisionswaagen¹⁾ (Skalenteilungswert 1 mg) oder Waagen mit einem Skalenteilungswert von 10 mg verwendet werden. Die Waage ist in jedem Fall so auszuwählen, daß maximale Belastbarkeit, zu erwartende Massendifferenz und Auflösung der Waage aufeinander abgestimmt sind.

¹⁾ Definitionen nach DIN 8120 Teil 1

3.2 Reagenzien

Das Ablösen des Schichtwerkstoffes kann sowohl elektrolitisch als auch chemisch erfolgen. Die zu verwendenden Lösungen sind in der Tabelle 1 aufgeführt. Für die Herstellung der Lösungen sind Reagenzien mit dem Reinheitsgrad „zur Analyse“ und destilliertes Wasser oder durch Ionenaustauschverfahren hergestelltes vollentsalztes Wasser (Deionat) zu verwenden.

Tabelle 1. **Ablöseelektrolyte
und chemische Ablösemittel**

Schichtwerkstoff	Ablöseelektrolyt	Chemische Ablösemittel
Zink	100 g Natriumchlorid NaCl oder Kaliumchlorid KCl werden mit Wasser zu 1 Liter gelöst.	Die erforderliche Menge eines Inhibitors, z. B. 3,2 g Antimon(III)-chlorid, SbCl ₃ , oder 2 g Antimon(III)-oxid Sb ₂ O ₃ oder 1 g Propin (2)-ol(1) C ₃ H ₄ O, wird in 500 ml konzentrierter Salzsäure HCl (Dichte 1,19 g/cm ³) gelöst und mit Wasser zu 1 Liter aufgefüllt.
Zinn	100 g Kaliumnitrat KNO ₃ und 100 g Kaliumchlorid KCl werden mit Wasser zu 1 Liter gelöst.	Die erforderliche Menge eines Inhibitors, z. B. 32 g Antimon(III)-chlorid, SbCl ₃ , oder 20 g Antimon(III)-oxid Sb ₂ O ₃ , wird in 840 ml konzentrierter Salzsäure HCl (Dichte 1,19 g/cm ³) gelöst und mit Wasser zu 1 Liter aufgefüllt.

4 Einflüsse auf das Meßergebnis

4.1 Oberfläche

Verunreinigungen durch z. B. Fett und dergleichen, Oxidschichten, Isolierschichten, Konversionsschichten, Anstriche und Beschichtungen können zu einer Verfälschung des Meßergebnisses führen und sind gegebenenfalls zu entfernen.

Fortsetzung Seite 2 und 3

4.2 Massendifferenz

Eine zu geringe Massendifferenz vergrößert die Meßunsicherheit. Die Massendifferenz soll deshalb nicht kleiner als 0,2% der Gesamtprobenmasse sein. Bei Verwendung von Analysenwaagen sollte die Massendifferenz daher mindestens 20 mg, bei Präzisionswaagen 200 mg und bei technischen Waagen 2000 mg betragen.

Bei Kleinteilen können zur Erzielung einer einwandfrei wägbaren Massendifferenz mehrere Teile zu einer Probe zusammengefaßt werden.

4.3 Menge des Ablösemittels

Die Menge des Ablösemittels soll so bemessen sein, daß je cm^2 Ablösefläche 10 cm^3 Ablösemittel vorhanden sind. Eine zu geringe Menge des verwendeten Ablösemittels führt nicht zum vollständigen Ablösen des Schichtwerkstoffes.

4.4 Ablösefläche

Da die Ablösefläche beim gravimetrischen Verfahren wesentlich in den Meßwert eingeht, muß ihr Flächeninhalt mindestens auf 1% bestimmt werden.

4.5 Legierungsanteile in der Schicht

Bei einigen Verfahren, bei denen thermische Behandlungen des Schichtwerkstoffes vorgenommen werden, z. B. beim Schmelztauchverfahren, wird mit dem gravimetrischen Verfahren nicht nur das reine Zink bzw. Zinn erfaßt, sondern ebenfalls die Legierungsschichten, in denen neben Zink bzw. Zinn auch das Eisen des Grundwerkstoffes enthalten ist. Dadurch kann der nach diesem Verfahren ermittelte Wert für die flächenbezogene Masse und die Schichtdicke zu hoch liegen.

5 Probenvorbereitung

Verunreinigungen und Schichten nach Abschnitt 4.1 sind gegebenenfalls zu entfernen, ohne die zu messende Schicht zu beschädigen. Für Konversionsschichten enthält DIN 50 955 geeignete Verfahren zu ihrer Entfernung.

6 Durchführung

Die Messung ist bei Raumtemperatur 15 bis 35 °C nach DIN 50 014 vorzunehmen. Nach der Vorbereitung der Proben nach Abschnitt 5 wird der Flächeninhalt der Ablösefläche auf 1% ermittelt. Vor dem Ablösen des Schichtwerkstoffes wird die Probenmasse m_1 durch Wägen bestimmt. Danach wird der Schichtwerkstoff entweder elektrolytisch oder chemisch abgelöst.

Beim elektrolytischen Ablösen wird die Probe als Anode geschaltet. Als Kathode kann ein Stahlblech dienen, dessen Oberfläche etwa das 5fache der Ablösefläche beträgt. Je nach Schichtwerkstoff ist ein Ablöseelektrolyt nach Tabelle 1 zu wählen. Der Ablösestrom ist so einzustellen, daß die anodische Stromdichte zwischen 3 und 5 A/dm^2 liegt.

Das Ende des AblöSENS wird durch einen Anstieg der Ablösespannung oder durch einen Abfall des Ablösestromes gekennzeichnet.

Das chemische Ablösen erfolgt in den in Tabelle 1 angegebenen Lösungen. Das Ende des AblöSENS ist bei Beendigung der Wasserstoffentwicklung erreicht.

Nach dem Ablösen wird die Probe unter fließendem Wasser gespült, wobei ein auf der Oberfläche vorhandener Belag abzuwischen ist. Anschließend wird die Probe, z. B. mit Aceton oder Ethanol, abgespült, getrocknet und die Probenmasse m_2 durch erneutes Wägen bestimmt.

Bei Rohren sind die flächenbezogenen Massen des Schichtwerkstoffes auf der Innen- und Außenseite meist nicht

gleich. Es ist deshalb erforderlich, die Bestimmung für beide Seiten getrennt durchzuführen. Dies geschieht z. B. in der Weise, daß die Rohrprobe mit Gummistopfen verschlossen wird und zunächst die flächenbezogene Masse des Schichtwerkstoffes auf der Außenfläche bestimmt wird. Nach Entfernen der Gummistopfen wird dann die flächenbezogene Masse des Schichtwerkstoffes auf der Innenfläche bestimmt.

Bei Blechen und Bändern kann die flächenbezogene Masse des Schichtwerkstoffes auf beiden Seiten ebenfalls unterschiedlich sein (z. B. differenzverzinntes Weißblech). Zur getrennten Bestimmung der flächenbezogenen Masse wird zunächst eine Seite mit einer geeigneten Abdeckung versehen. Nach Bestimmung der flächenbezogenen Masse auf der nicht abgedeckten Seite wird die Abdeckung entfernt und anschließend die Schicht auf dieser Seite abgelöst.

7 Auswertung

Die Differenz der beiden Wägungen vor und nach dem Ablösen ergibt die Massendifferenz Δm .

In der Gleichung

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

bedeuten:

Δm Massendifferenz in g

m_1 Masse der Probe vor dem Ablösen des Schichtwerkstoffes in g

m_2 Masse der Probe nach dem Ablösen des Schichtwerkstoffes in g.

Die flächenbezogene Masse m_A des Schichtwerkstoffes wird nach der Zahlenwertgleichung

$$m_A = 10^4 \cdot \frac{\Delta m}{A} \text{ in g}/\text{m}^2 \quad (2)$$

errechnet. Hierbei ist A die Ablösefläche in cm^2 .

Die durchschnittliche Schichtdicke in μm ergibt sich aus der Gleichung:

$$d = \frac{m_A}{\rho} \quad (3)$$

Hierin bedeuten:

d durchschnittliche Schichtdicke in μm

m_A flächenbezogene Masse in g/m^2

ρ Dichte des Werkstoffes in g/cm^3 .

Für die Dichte ρ ist für Zink 7,2 g/cm^3 und für Zinn 7,3 g/cm^3 einzusetzen.

Bei Drahtproben und bei außen und innen gleichmäßig beschichteten Rohrproben ist es oft vorteilhaft, die flächenbezogene Masse in g/m^2 aus den Zahlenwertgleichungen

$$m_A = 1,96 \cdot 10^3 \cdot \frac{\Delta m}{m_2} \cdot D \text{ (für Draht)} \quad (4)$$

und

$$m_A = 1,96 \cdot 10^3 \cdot \frac{\Delta m}{m_2} \cdot (D_1 - D_2) \text{ (für Rohre)} \quad (5)$$

zu errechnen. Die Draht- bzw. Rohrlänge braucht dabei nicht bekannt zu sein.

In den Zahlenwertgleichungen (4) und (5) bedeuten:

D Durchmesser des Drahtes nach dem Ablösen in mm

D_1 Rohraußendurchmesser nach dem Ablösen in mm

D_2 Rohrinwenddurchmesser nach dem Ablösen in mm

8 Meßunsicherheit

Die Meßunsicherheit des Verfahrens liegt im allgemeinen bei $\pm 5\%$ vom Meßwert bei einer statistischen Sicherheit von 95%.