

DIN EN 16866

ICS 25.220.40

Einsprüche bis 2015-08-05
Vorgesehen als Ersatz für
DIN 50022:2007-11

Entwurf

**Metallische und andere anorganische Überzüge –
Schichtpotentialmessung von galvanischen
Mehrfach-Nickelschichtsystemen (STEP-Test);
Deutsche und Englische Fassung prEN 16866:2015**

Metallic and other inorganic coatings –

Simultaneous thickness and electrode potential determination of individual layers in multilayer nickel deposits (STEP test);

German and English version prEN 16866:2015

Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques –

Epaisseur simultanée et détermination des couches individuelles en multiple dépôts de nickel (essai STEP);

Version allemande et anglaise prEN 16866:2015

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-06-05 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 30 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16866:2015-05) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 262 „Metallische und andere anorganische Überzüge“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom BSI (Vereinigtes Königreich) gehalten wird.

Für die deutsche Mitarbeit ist der NA 062-01-61 AA „Mess- und Prüfverfahren für metallische und andere anorganische Überzüge“, im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) verantwortlich.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 2859-1 siehe DIN ISO 2859-1
ISO 2859-2 siehe DIN ISO 2859-2

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN 16866 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Änderungen

Gegenüber DIN 50022:2007-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Einleitung konkretisiert;
- b) in 7.2 wurde ein Satz zu den Angaben des Herstellers ergänzt;
- c) Titel des Bildes 4 überarbeitet;
- d) Inhalt redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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) — Teil 2: Nach der zurückzuweisenden Qualitätsgrenzlage (LQ) geordnete Stichprobenanweisungen für die Prüfung einzelner Lose anhand der Anzahl fehlerhafter Einheiten*

CEN/TC 262

Datum: 2015-05

prEN 16866:2015

CEN/TC 262

Sekretariat: BSI

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

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

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

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Prüfeinrichtung	5
3.1 Aufbau der Messzelle	5
3.2 Zusammensetzung der Testlösung	6
4 Anforderungen	7
5 Probenahme	7
6 Faktoren, die die Messgenauigkeit beeinflussen	7
6.1 Elektrolyt.....	7
6.2 Konditionierung	7
6.3 Ni-Ablagerungen	7
6.4 Oberflächensauberkeit.....	7
6.5 Anpressdruck.....	7
6.6 Elektrischer Kontakt.....	8
6.7 Vollständige Ablösung	8
7 Durchführung	8
7.1 Allgemeines	8
7.2 Messung	8
7.3 Auswertung	8
8 Messunsicherheit.....	12
9 Prüfbericht.....	12
Literaturhinweise	13

Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16866:2015) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 262 „Metallische und andere anorganische Überzüge“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom BSI gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

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 ist die Potentialdifferenz größer als etwa 20 mV, wobei der Glanznickelüberzug unedler sein muss als der Spezialnickelüberzug.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische 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 Europäischen Norm.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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).

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

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen (ISO 3696)*

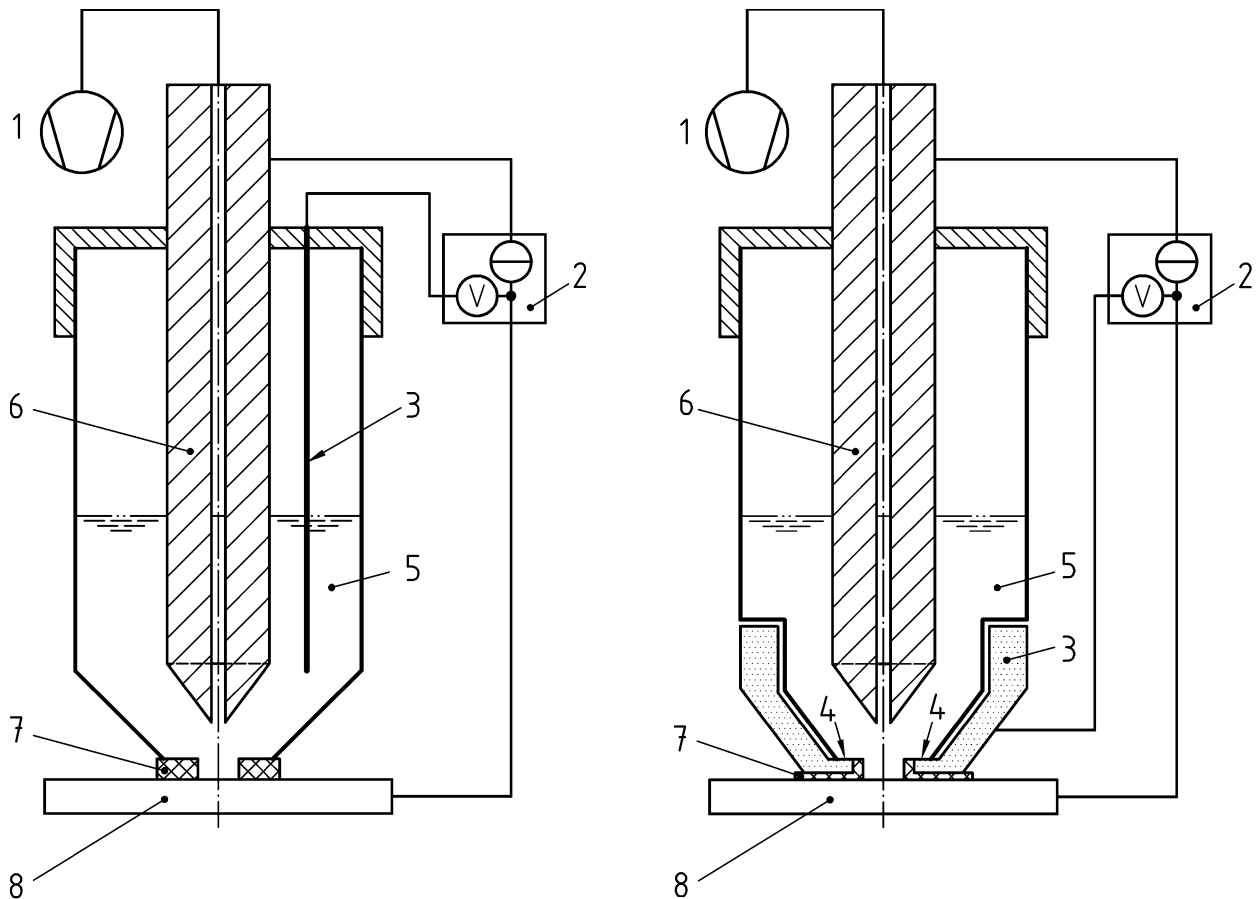
3 Prüfeinrichtung

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 0,1 ml je Sekunde.



a) Messzelle mit Silberdraht, überzogen mit AgCl, als Referenzelektrode

b) Messzelle mit Silberring, überzogen mit AgCl an der Elektrolytbenetzung, als Referenzelektrode

Legende

- | | | | |
|---|---|---|--|
| 1 | Pumpe | 5 | Ablöseelektrolyt |
| 2 | Messgerät (mit Konstantstromquelle und Spannungsmesser) | 6 | Gegenelektrode (Kathode) |
| 3 | Referenzelektrode | 7 | Dichtung |
| 4 | mit Elektrolyt benetzte Elektrodenoberfläche | 8 | Arbeitselektrode (Anode, Messobjekt mit Nickelschichtsystem) |

Bild 1 — Typische schematische Aufbauten einer Messzelle

3.2 Zusammensetzung der Testlösung

Nickel(II)-Chlorid-Hexahydrat ($\text{NiCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$)	300 g/l
Natriumchlorid (NaCl)	50 g/l
Borsäure (H_3BO_3)	25 g/l
pH-Wert	3,0

Wasser der Qualität 3 nach EN ISO 3696.

Der pH-Wert sollte möglichst genau eingehalten werden. Er wird bei Bedarf mit verdünnter Salzsäure oder Natronlauge eingestellt.

4 Anforderungen

Die Geometrie der zu prüfenden Teile muss so beschaffen sein, dass die Messzelle an dem jeweils zu messenden Punkt flüssigkeitsdicht auf die Oberfläche aufgesetzt werden kann.

Die zu messende Oberfläche muss zuvor in geeigneter Weise entchromt und aktiviert werden (z. B. in einer 1:1 verdünnten, chemisch reinen, konzentrierten Salzsäure). Bei der Auswahl der Entchromungs- und Aktivierungsverfahren ist darauf zu achten, dass der Nickelüberzug nicht sichtbar angegriffen wird.

5 Probenahme

Die Entnahme von Produktionsteilen für die notwendigen Qualitätsprüfungen sollte nach ISO 2859-1 und ISO 2859-2 erfolgen. Die tolerierbare Fehlerquote wird vom Auftraggeber festgelegt.

6 Faktoren, die die Messgenauigkeit beeinflussen

6.1 Elektrolyt

Jede Messung ist mit frischem Elektrolyt durchzuführen. Gebrauchter Elektrolyt kann zu einer Verfälschung des Messergebnisses führen.

6.2 Konditionierung

Neue oder längere Zeit unbenutzte Referenzelektroden müssen vor dem Gebrauch konditioniert werden (Erzeugung einer Silberchloridschicht an der Elektrodenoberfläche). Eine fehlende oder mangelhafte Konditionierung führt zu verfälschten bzw. untypischen Messverläufen, die nicht korrekt auswertbar sind. Die Konditionierung und eine eventuell notwendige Reinigung werden entsprechend der Angaben des Geräteherstellers durchgeführt.

ANMERKUNG Die Überprüfung der Qualität der Konditionierung erfolgt mithilfe von Vergleichsmessungen an Referenznormalen mit bekannter Potentialdifferenz und Schichtdicke.

6.3 Ni-Ablagerungen

Infolge wiederholter Messungen lagert sich allmählich Ni an der Kathodenoberfläche ab. Ab einer bestimmten Dicke können sich diese Ni-Ablagerungen von der Kathode lösen und sich als „Flocken“ im Elektrolyt bewegen, was zu stark verrauschten Messkurven und fehlerhafter Auswertung führt. Ni-Ablagerungen müssen deshalb rechtzeitig von der Kathodenoberfläche entfernt werden (mechanisch oder bei hartnäckigen Ablagerungen chemisch).

6.4 Oberflächensauberkeit

Zur Realisierung eines gleichmäßigen Ablöseprozesses über die gesamte Messfläche muss die Oberfläche des Prüflings frei von Verunreinigungen und Oxidschichten sein (siehe auch Abschnitt 4).

6.5 Anpressdruck

Der Anpressdruck der Messzelle auf den Prüfling muss ausreichend groß sein, um ein leckfreies Abdichten der Zelle zur Probenoberfläche zu ermöglichen. Ein zu großer Druck kann andererseits zu einer Reduzierung der aktiven Ablösefläche führen (Zunahme der Dichtungsfläche gegenüber einer vorherigen Kalibrierung), wodurch Messfehler verursacht werden. Entsprechende Herstellervorgaben sind beim Aufsetzen der Messzelle zu beachten.