Zachodniopomorski Uniwersytet Technologiczny
Wydział Inżynierii Mechanicznej i Mechatroniki
Katedra Technologii Materiałowych

Instrukcja do ćwiczeń laboratoryjnych

Temat ćwiczenia:
Określanie grubości powłok

Opracowała: dr hab. inż. Agnieszka Kochmańska, Prof. ZUT

I. Wstęp

W ocenie jakości powłok jednym z ważniejszych czynników branych pod uwagę jest grubość powłoki. Już sam wynik pomiaru grubości decyduje czy dana powłoka spełni wymagane zadania. Od właściwej grubości powłoki zależy jej odporność korozyjna i mechaniczna, od których z kolei zależą ogólne właściwości ochronne powłoki. Właściwie przeprowadzany pomiar grubości powłok − umożliwia wykrycie wad technologii procesu nakładania, ustalenie najodpowiedniejszych parametrów pracy, obliczenie wydajności procesów oraz sporządzenie bilansu materiałowego i energetycznego.

Grubość powłok oznacza się punktowo, otrzymując wartość tzw. grubości miejscowej, albo przez oznaczenie grubości powłoki na całym badanym przedmiocie, czyli tzw. grubości średniej.

Obie wymienione grupy obejmują zarówno badania nieniszczące jak i niszczące z tym, że wśród metod niszczących wyróżnia się metody niszczące tylko samą powłokę, jak i powłokę i podłoże.

Celem ćwiczenia jest wykonanie pomiaru grubości powłok metodami:

- elektromagnetyczną (metoda nieniszcząca),
- wagową (metoda niszcząca powłokę),
- mikroskopową (metoda niszcząca powłokę i podłoże).

1. Metoda elektromagnetyczna stosowana jest do pomiarów grubości wszelkich niemagnetycznych powłok ochronnych na podłożu magnetycznym. Metody elektromagnetycznej nie należy stosować do pomiarów grubości ani pojedynczych ani wielowarstwowych powłok żelaznych, niklowych, kobaltowych oraz powłok wykonanych ze stopów magnetycznych. Pomiaru dokonuje się warstwomierzem elektromagnetycznym składającym się z zasady z dwóch zespołów: właściwego układu pomiarowego oraz czujnika. Zasada działania warstwomierza polega na pomiarze napięcia indukowanego w pomiarowym uzwojeniu czujnika z chwilą umieszczenia go na badanej powłoce. Im bliżej podłoża (im cieńsza powłoka), tym silniejsze jest pole magnetyczne i wyższe jest wytworzone napięcie. W układzie elektronicznym odległość od podłoża jest obliczana na podstawie zmierzonego napięcia i przedstawiona w postaci cyfrowej na wyświetlaczu jako grubość powłoki. Zasady przeprowadzania pomiarów grubości powłok metodą elektromagnetyczną opisuje norma ISO 2178.

2. Metoda wagowa służy do oznaczania średniej grubości powłok metalowych na przedmiotach małych o prostych kształtach, których powierzchnię można zmierzyć z dużą dokładnością. Oznaczenie polega na rozpuszczeniu badanej powłoki chemicznie w odczynniku o działaniu selektywnym nierozpuszczającym i nieatakującym materiału podłoża. Niezbędna w tej metodzie jest znajomość składu chemicznego powłoki. Pozwala to na odpowiednie dobranie rozpuszczalnika.

Dokładność metody zależy od:

- selektywności działania rozpuszczalnika,
- dokładności pomiaru powierzchni powłoki,
- dokładności ilościowego oznaczenia różnicy mas oraz przyjętego ciężaru właściwego powłoki.

3. Metody mikroskopowe z wykorzystaniem mikroskopii optycznej (LM) można stosować do pomiarów grubości powłok przekraczających 1 μm, na przedmiotach płaskich i profilowanych. Zasada oznaczania polega na wykonaniu zgładu na przekroju pod określonym kątem do płaszczyzny powłoki i oznaczeniu grubości powłoki na obrazie mikroskopowym, obserwowanym w okularze, wyposażonym w podziałkę pomiarową. Obecnie wykorzystuje się programy zintegrowane z mikroskopem pozwalające na wykonanie zdjęcia i oznaczenie grubości powłoki. Maksymalne powiększenia w mikroskopach optycznych wynoszą od 1000 do 1500 x. Zasady przeprowadzania pomiarów grubości LM opisuje norma ISO 1463. W celu oznaczenia grubości powłok i warstw bardzo cienkich wykorzystuje się mikroskopię elektronową skaningową (SEM). Preparatyka próbek jest podobna jak opisana wcześniej, z wyjątkiem tego, że zgład metalograficzny na przekroju należy wykonać inkludując wcześniej w żywicy przewodzącej materiał podłoża z powłoką. Maksymalne powiększenia w mikroskopach skaningowych elektronowych wynoszą od 800 tys. do 1 mln x. Zasady przeprowadzania pomiarów grubości SEM opisuje norma ISO 9220.

II. Przebieg ćwiczenia

1. Oznaczenie grubości powłok metodą elektromagnetyczną

Właściwy pomiar grubości powłoki polega na ustawieniu czujnika w miejscu pomiaru i dokonaniu odczytu wskazania warstwomierza. Przyrząd powinien być wywzorcowany na takim samym materiale, jak materiał podłoża z badaną powłoką.

Pomiary grubości należy przeprowadzić na pięciu próbkach o podłożu stalowym pokrytych powłokami: Cu, Zn, Sn, Al, PE.

Grubość powłoki zmierzyć na każdej stronie, w sześciu punktach i podać wynik jako średnią arytmetyczną. Wyznaczyć standardową oraz rozszerzoną niepewność pomiarową.

2. Określenie grubości powłoki metodą wagową

2.1. Powłoka cynkowa – podłoże stalowe

Należy kolejno:

- wyznaczyć powierzchnię próbki w cm^2 (A),
- odtłuścić acetonem,
- wysuszyć bibułą,
- zważyć z dokładnością 0,001 g (m_1),
- zanurzyć w roztworze: 950 cm^3 H_2O, 50 cm^3 HCl, 1g Sb_2O_3,
- wyjąć z roztworu usuwając osad i po przemyciu strumieniem wody destylowanej, wysuszyć,
- zważyć powtórnie z dokładnością 0,001 g (m_2),
- obliczyć grubość powłoki według wzoru (1):

$$x = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 10^4}{A \cdot d} \quad [\mu m] \quad (1)$$

gdzie:

x – grubość powłoki, [μm]

m_1 – masa próbki z powłoką, [g]

m_2 – masa próbki po rozpuszczeniu powłoki, [g]

A – powierzchnia przedmiotu metalowego, [cm^2]

d – gęstość powłoki – dla cyny d = 7,28 g/cm^3; dla cynku d = 7,14 g/cm^3,

2.2. Powłoka cynowa – podłoże mosiężne

Próbkę o podanej powierzchni należy kolejno:

− odtłuścić acetonem,

− wysuszyć bibułą,

− zważyć z dokładnością 0,001 g,

− zanurzyć w roztworze 1,2 % $CuCl_2$ w stężonym HCl w temp. ok. 20°C,

− wyjąć z roztworu usuwając osad i po przemyciu strumieniem wody destylowanej wysuszyć

− obliczyć grubość powłoki według wzoru 1 (pkt. 2.1.)

3. Określenie grubości powłok metodą mikroskopową

W tym celu należy:

− przygotować mikroskop metalograficzny do pomiaru: dobrać odpowiednie powiększenie okularu i obiektywu w zależności od przewidywanej grubości powłoki metalowej oraz uzyskać pole widzenia mikroskopu tak, aby pole było większe od grubości powłoki o 1,5 do 3 razy,

− ustawić na stoliku mikroskopu przygotowany zgład badanej próbki,

− określić grubość powłoki metalowej w mikrometrach,

− dokonać kolejno 10 odczytów,

− wynik podać jako średnią arytmetyczną dziesięciu wykonanych odczytów,

− wyznaczyć standardową oraz rozszerzoną niepewność pomiarową.

Literatura:

1. T. Biestek, S. Sękowski − Metody badań powłok metalowych, WNT, Warszawa 1973.
2. Przybyłowicz K. – Metody badania tworzyw metalicznych, PŚ, Kielce, 2011.
3. Kubiński W. – Wybrane metody badania materiałów, PWN, 2019.