



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

201 770
(11) (B 1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 31 08 78

(21) PV 5640-78

(51) Int. Cl.³ C 01 N 27/44

(40) Zverejnené 31 03 80

(45) Vydané 30 04 83

(75)

Autor vynálezu CHRENKOVÁ MARTA ing. CSc., FELINER PAVEL ing. CSc. a MATIAŠOVSKÝ KAMIL doc.
ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob stanovenia hrúbky hliníkovej vrstvy a medzivrstvy vytvorenej na železných
základoch

1

Vynález rieši spôsob stanovenia hrúbky hliníkovej vrstvy a medzivrstvy vytvorenej žiarove, alebo elektrolyticky na železných, resp. ocelových základoch.

Hliníkové povlaky vytvorené žiarovým spôsobom (namáčaním základu do roztaveného hliníka), alebo vylúčené elektrolyticky v prostredí roztavených solí na železných (ocelových) základoch majú vynikajúce antikoročné vlastnosti. Základným predpokladom pre vyhodnotenie kvality povlaku je stanovenie jeho hrúbky, ako aj hrúbky difúznej vrstvy (medzivrstvy) na rozhraní medzi základným kovom a hliníkovou vrstvou, ktorá v podstate určuje mechanické vlastnosti vylúčených povlakov. V technickej praxi sa hrúbky hliníkových povlakov určujú gravimetricky (hmotnostne) na základe hmotnostného prírastku vzorky daných rozmerov, alebo mikroskopicky na priečnom reze vzorky. Pri gravimetrickom stanovení sa stanoví len celkové množstvo vylúčeného hliníka a nie je možné určiť hrúbku hliníkovej vrstvy a medzivrstvy na fázovom rozhraní hliník/železo. Vizualne (mikroskopické) stanovenie nie je objektívne, vyžaduje si prípravu nábrusov, ktorá je časovo veľmi náročná a stanovené hodnoty sú zatažované veľkou subjektívnou chybou (až 50 %). V poslednej dobe sa na meranie hrúbok hliníkových vrstiev používa stanovenie pomocou rtg mikroanalyzátoru. Nevýhodou tejto metódy, podobne ako pri vizualnej metóde, je najmä nutnosť prípravy kvalitných nábrusov. Okrem toho, ak sa má spoľahlivo určiť priemerná hrúbka vrstvy, musí sa meranie opakovať na niektorých priečnych rezoch. Zistilo sa tiež, že táto metóda nie je vhodná na stanovenie hrúbky medzivrstvy a pri hrúbke vrstvy menšej ako 5 μm sú hodnoty namerané pomocou mikroanalyzátoru

zťažené značnou chybou. Nevýhodou je tiež skutočnosť, že tento nákladný prístroj nepatrí k bežnému vybaveniu prevádzkových skúšobných laboratórií.

Podstata vynálezu spočíva v anódickom rozpúšťaní vzorky pohliníkovaneého železného (ocelového) plechu, resp. iného základu v prostredí roztavených solí na báze chloridov za podmienok, ktoré umožňujú kvantitatívne stanovenie hrúbky hliníkovej vrstvy a medzivrstvy. Ako elektrolyt sa používa roztavená zmes chloridu hlinitého s chloridmi alkalických kovov o zložení 70 až 75 % hmot. chloridu hlinitého, 5 až 24 % hmot. chloridu sodného a 5 až 24 hmot. % chloridu draselného, prednostne o zložení 70 % hmot. chloridu hlinitého, 15 % hmot. chloridu sodného a 15 % hmot. chloridu draselného. Chlorid sodný a chlorid draselný sú navzájom zastupiteľné s podmienkou, že ich úhrnná koncentrácia v elektrolyte nepresiahne 30 % hmot. Kerací článok pozostáva z grafitového kelímka, ktorý slúži zároveň ako katóda, pohliníkovanej časti, ktorá je zapojená ako anóda a z hliníkovej referenčnej elektródy. Anódické rozpúšťanie sa realizuje pri teplote 180 až 230 °C a konštantnej prúdovej hustote, ktorá sa môže voliť v rozmedzí 4 až 8 A.dm⁻², pri ktorej sa dosiahne 100 % prúdová účinnosť. Pri anódickom rozpúšťaní konštantným jednosmerným prúdom sa registruje potenciál anódy ako funkcia času vzhľadom k referenčnej hliníkovej elektróde. Na registrovanej krivke zreteľne vystupujú dve časti, ktoré zodpovedajú rozpúšťaniu hliníkovej vrstvy a medzivrstvy. Na základe nameranej závislosti potenciál - čas, známych rozmerov aktívneho povrchu anódy (plocha tej časti pohliníkovaneého základu, ktorá je ponorená v elektrolyte) a známej hodnoty prúdu sa pomocou Faradayovho zákona vypočíta hrúbka hliníkovej vrstvy a medzivrstvy, pričom sa vychádza zo skutočnosti, že pri aktívnej ploche 1 cm² rozpustí 1 ampérsekunda, t.j. 1 coulomb vrstvu hliníka o hrúbke 0,34 μm a difúziu vrstvu Fe - Al o priemernej hrúbke 0,355 μm. Stanovené hodnoty hrúbky vrstvy a medzivrstvy sú zťažené chybou max. ± 2 %.

Navrhnutý spôsob anódického rozpúšťania hliníkových povlakov na železných základoch v elektrolytoch na báze chloridov umožňuje jednoduché, rýchle a presné stanovenie hrúbky vylúčenej hliníkovej vrstvy a najmä medzivrstvy na fázovom rozhraní železo/hliník, ktorej prítomnosť v podstatnej miere určuje mechanické vlastnosti vylúčených hliníkových povlakov. Stanovené hodnoty sú zťažené chybou max. ± 2 %.

Príklad 1

Anódickým rozpúšťaním hliníkového povlaku na železnom základe v tvare pliešku s aktívnym povrchom 2 cm² v tavenine o zložení 70 % hmot. chloridu hlinitého, 15 % hmot. chloridu sodného a 14 % hmot. chloridu draselného pri teplote 200 °C, anódickej prúdovej hustote 5 A.dm⁻² a čase elektrolýzy 11 minút sa stanovila hrúbka hliníkovej vrstvy 4,68 μm a hrúbka medzivrstvy 1,48 μm.

Príklad 2

Anódickým rozpúšťaním hliníkového povlaku na železnom základe v tvare drótu o priemer 0,5 mm s aktívnym povrchom 0,16 cm² v tavenine o rovnakom zložení, pri teplote 220 °C, pri rovnakej prúdovej hustote a čase elektrolýzy 3 min. sa stanovila hrúbka hliníkovej vrstvy 15,43 μm a hrúbka medzivrstvy 1,74 μm.

Navrhnutý spôsob stanovenia hrúbky hliníkových povlakov sa môže použiť aj pre určenie hrúbky hliníkových povlakov získaných inými metódami, napr. naparovaním vo vákuu, difúznym hliníkováním a pod., ako aj pre určenie hrúbky difúznej medzivrstvy, vznikajúcej pri tepelnom spracovaní pohliníkovanej oceli.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob stanovenia hrúbky hliníkovej vrstvy a medzivrstvy, vytvorenej na železných základoch, vyznačujúci sa tým, že hliníková vrstva sa anódicky rozpúšťa pri teplote 180 až 230 °C, výhodne pri 200 °C, a konštantnej anódickej prúdovej hustote 4 až 8 A.dm⁻², výhodne 5 A.dm⁻², v tavenine na báze chloridov zloženia 70 až 75 % hmot. chloridu hlinitého, 5 až 24 % hmot. chloridu sodného a 5 až 24 % hmot. chloridu draselného, výhodne zloženia 70 % hmot. chloridu hlinitého, 15 % hmot. chloridu sodného a 15 % hmot. chloridu draselného.