



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

223 451
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³ G 01 N 27/44

(61)

(23) Výstavná priorita
(22) Prihlášené 22 09 78
(21) PV 6111-78

(40) Zverejnené 28 01 83
(45) Vydané 01 05 84

(75)

Autor vynálezu FELNER PAVEL ing. CSc., BRATISLAVA
SILNÝ ALEXANDER ing. CSc., BRATISLAVA
LUBYOVÁ ŽELMÍNA ing., BRATISLAVA
MATIAŠOVSKÝ KAMIL doc. ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob stanovenia hrúbky cínového povlaku a medzivrstvy vytvorenej na železných a medených podložkách

Vynález sa týka spôsobu stanovenia hrúbky cínového povlaku a medzivrstvy na železných a medených podložkách. Podstata spôsobu stanovenia spočíva v tom, že sa vzorka anodicky rozpúšťa pri konštantnej teplote a konštantnej anotickej prúdovej hustote v roztoku kyseliny sírovej. Z časových zmien potenciálu sa počíta hrúbka cínovej vrstvy a medzivrstvy tak, že pri aktívnej ploche anódy 1 cm² rozpustí 1 As vrstvu cínu o konštantnej hrúbke, resp. iné konštantné hrúbky intermetalických zlúčenín medi a cínu a intermetalickej zlúčeniny železa a cínu. Vynález má použitie v potravinárskom a elektrotechnickom priemysle.

Vynález rieši spôsob stanovenia hrúbky cínového povlaku a medzivrstvy, vytvorenej žiarove, alebo elektrolyticky na železných resp. ocelových a medených podložkách.

Pri vytváraní cínových povlakov na železnom a medenom základe, je z hľadiska antikoročných vlastností povlaku ako aj z hľadiska ekonomického nevyhnutné poznať hrúbku vylúčenej cínovej vrstvy a medzivrstvy. V súčasnej dobe sa hrúbka cínovej vrstvy stanovuje mikroskopicky a elektrolytickým rozpúšťaním. Hrúbka medzivrstvy sa môže stanoviť pomocou rtg mikroanalyzátora. Nevýhodou mikroskopického stanovenia hrúbky cínového povlaku je zdĺhavosť a obtiažnosť prípravy kvalitného nábrusu priečného rezu vzorky. Tenký povlak sa pri brúsení deformuje, čo výrazne skresľuje výsledky. Pomocou prístroja, pracujúceho na princípe coulometrickej metódy sa dá stanoviť hrúbka cínového povlaku len vtedy, ak vzorka neobsahuje medzivrstvu. Rtg mikroanalyzátorom sa hrúbka medzivrstvy môže s dostatočnou presnosťou stanoviť len vtedy, ak je väčšia ako 5 μm . V technickej praxi používané pocínované plechy a drôty majú hrúbku medzivrstvy podstatne menšiu.

Uvedené nevýhody v podstatnej miere odstraňuje spôsob stanovenia hrúbky cínového povlaku a medzivrstvy vytvorenej na železných a medených podložkách podľa vynálezu, ktorého podstata spočíva v tom, že vzorka sa anodicky rozpúšťa pri laboratórnej teplote a konštantnej anodickej prúdovej hustote 15 až 40 mA/cm^2 v roztoku 10 % kyseliny sírovej a z časových zmien potenciálu sa počíta hrúbka cínovej vrstvy a medzivrstvy.

Na nameranej krivke potenciál - čas zreteľne vystupujú dve vlny. Prvá vlna odpovedá rozpúšťaniu cínovej vrstvy. Potom sa potenciál pracovnej elektródy /vzorky/ rýchle zmení na hodnotu, pri ktorej začne prebiehať ďalší anodický dej, t.j. rozpúšťanie medzivrstvy /druhá vlna/. Po skončení tohto procesu začne rozpúšťanie podložky.

Z nameranej $E - t$ krivky, známych rozmerov povrchu anódy /plocha vzorky, ktorá je ponorená v elektrolyte/ a známej hodnoty použitého prúdu, sa pomocou Faradayovho zákona vypočíta hrúbka cínového povlaku a medzivrstvy. Pri výpočte hrúbky medzi-

vrstvy sa berú do úvahy výsledky, ktoré autori patentu získali pri štúdiu difúzie v sústave železo-cín a meď-cín.

Pri aktívnej ploche anódy 1 cm^2 rozpustí 1 As vrstvu cínu o hrúbke $0,84 \text{ }\mu\text{m}$, resp. $0,51 \text{ }\mu\text{m}$ sumy intermetalickej zlúčeniny medi a cínu o zložení 39 % hmot. medi a 61 % hmot. cínu a intermetalickej zlúčeniny medi a cínu o zložení 61,6 % hmot. medi a 38,4 % hmot. cínu, resp. $0,68 \text{ }\mu\text{m}$ intermetalickej zlúčeniny železa a cínu o zložení 19 % hmot. železa a 81 % hmot. cínu.

Tento spôsob galvanostatického anodického rozpúšťania cínových povlakov na železných a medených základoch umožňuje rýchle, jednoduché a spoľahlivé stanovenie hrúbky cínovej vrstvy a medzivrstvy, ktorej znalosť je potrebná jednak pri posudzovaní kvality ochranných vlastností povlaku, jednak z hľadiska ekonomického.

Príklad 1

Vzorka pocínovaného ocelového drôtu sa ponorí do roztoku 10 % kyseliny sírovej. Plocha ponorenej vzorky je $0,276 \text{ cm}^2$. Spolu so vzorkou sa do roztoku ponorí uhlíková elektróda, ktorej plocha je 4 cm^2 . Skúmaná vzorka sa propojí ku kladnému pólu zdroja jednosmerného prúdu a uhlíková elektróda k zápornému pólu. Medzi elektródami sa nechá pretekať elektrický prúd 5 mA , čo zodpovedá anodickej prúdovej hustote (t.j. prúdovej hustote na testovanej vzorke) $18,1 \text{ mA cm}^{-2}$. Na zapisovači sa zaznamenáva rozdiel napätia medzi elektródami. Čas od počiatku elektrolýzy do skokovej zmeny elektrického potenciálu sa namerá $78,38 \text{ s}$. To zodpovedá hrúbke cínovej vrstvy $1,2 \text{ }\mu\text{m}$. Druhá vlna zaznamenaná na zapisovači trvala $36,98 \text{ s}$. Nakoľko vrstva intermetalických zlúčenín obsahuje 19 hmotn. % železa a 81 hmotn. % cínu, zodpovedá nameraný čas druhej vlny hrúbke intermetalickej vrstvy $0,46 \text{ }\mu\text{m}$.

Príklad 2

Stanovenie hrúbky cínovej vrstvy a medzivrstvy na medenom základe sa stanoví experimentálne podobným spôsobom, aký je uvedený v príklade 1.

Anodickým rozpúšťaním cínového povlaku na meďenom základe s aktívnym povrchom $0,251 \text{ cm}^2$ v 10 % kyseline sírovej pri anodickej prúdovej hustote $19,92 \text{ mA/cm}^2$ a čase rozpúšťania cínovej vrstvy $t_1 = 66,88 \text{ s}$ a medzivrstvy skladajúcej sa z intermetalických zlúčenín meďi a cínu o zložení 61,6 % hmot. meďi a 38,4 % hmot. cínu a intermetalickej zlúčeniny meďi a cínu o uložení 39 % hmot. meďi a 61 % hmot. cínu, $t = 88,48 \text{ s}$ sa stanovila hrúbka cínovej vrstvy $2,8 \mu\text{m}$ a medzivrstvy $0,90 \mu\text{m}$.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob stanovenia hrúbky cínovej vrstvy a medzivrstvy vytvorenej na železných a meďených podložkách, vyznačujúci sa tým, že vzorka sa anodicky rozpúšťa pri teplote ^{miernosti} a konštantnej anodickej prúdovej hustote 15 až 40 mA/cm^2 v roztoku 10 % kyseliny sírovej, a z časových zmien potenciálu sa ^vpočíta hrúbka cínovej vrstvy a medzivrstvy.