

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4392 : 1986

**MẠ KIM LOẠI –
CÁC PHƯƠNG PHÁP KIỂM TRA**

Metallic plating – Methods of testing

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 4392 : 1986 do Trung tâm Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng khu vực 1 biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng trình duyệt, Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước (nay là Bộ Khoa học và Công nghệ) ban hành;

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Mạ kim loại – Các phương pháp kiểm tra

Metallic plating – Methods of testing

Tiêu chuẩn này áp dụng cho các lớp mạ trang trí và chống ăn mòn, được tạo bằng phương pháp điện hoá. Tiêu chuẩn quy định các phương pháp kiểm tra ngoại hình, chiều dày, độ xốp và độ bền bám của lớp mạ.

1 Mẫu

- 1.1 Mẫu và phương pháp lấy mẫu phải phù hợp với tiêu chuẩn và các tài liệu tương ứng.
- 1.2 Trong trường hợp cần thiết, phần bề mặt chi tiết cần tiến hành kiểm tra được quy định trong tài liệu kỹ thuật đối với sản phẩm.

2 Phương pháp kiểm tra ngoại hình lớp mạ

- 2.1 Phương pháp này nhằm phát hiện khuyết tật bề mặt lớp mạ bằng cách quan sát hình dáng bên ngoài và áp dụng cho tất cả các chi tiết có hình dáng và kích thước bất kỳ.
- 2.2 Việc kiểm tra được tiến hành bằng cách dùng mắt thường quan sát chi tiết trong phòng có độ sáng từ 300 Lx đến 2500 Lx, với khoảng 250 mm tính từ bề mặt chi tiết.

Nếu cần thiết phải sử dụng dụng cụ quang học thì độ phóng đại phải quy định trong tài liệu kỹ thuật đối với sản phẩm.

Khi xác định độ bóng và độ nhám của lớp mạ cho phép sử dụng các loại dụng cụ chuyên dùng hoặc so sánh với mẫu chuẩn.

3 Các phương pháp kiểm tra chiều dày lớp mạ

A. Các phương pháp vật lý không phá huỷ mẫu

- 3.1 Phương pháp tách lực hút của nam châm vĩnh cửu, từ thông, cảm ứng điện từ, dòng xoáy, tia ion hoá và phương pháp nhiệt điện.

TCVN 4392 : 1986

3.1.1 Bản chất và phạm vi áp dụng của các phương pháp

1) Phương pháp tách lực hút của nam châm vĩnh cửu dựa trên quan hệ tỉ lệ nghịch giữa chiều dày lớp mạ với lực tách nam châm ra khỏi bề mặt vật mạ.

Phương pháp áp dụng để đo chiều dày lớp mạ không từ tính trên vật liệu có tính chất từ.

2) Phương pháp từ thông dựa trên cơ sở các đường sức khép kín của các cực từ khi qua vật liệu từ được mạ thì bị yếu đi càng nhiều khi chiều dày lớp mạ càng tăng.

Phương pháp áp dụng để đo chiều dày lớp mạ không từ tính và lớp mạ niken trên vật liệu có tính chất từ.

3) Phương pháp cảm ứng điện từ dựa trên sự thay đổi cảm kháng hoặc điện áp cảm ứng cuộn cảm của đầu đo tỷ lệ với khoảng cách từ cực của lõi sắt đến vật liệu cần có tính chất từ.

Phương pháp áp dụng để đo chiều dày lớp mạ không từ tính trên vật liệu có tính chất từ.

4) Phương pháp dòng xoáy dựa trên việc đo sự tương tác qua lại giữa điện trường riêng các cuộn cảm đầu đo với điện từ trường do cuộn cảm này gây ra trong vật liệu nền có lớp mạ.

Phương pháp áp dụng để đo chiều dày lớp mạ kim loại trên vật liệu nền có tính chất dẫn điện với điều kiện:

Nếu vật liệu nền và lớp mạ không có tính chất từ;

Nếu giữa điện trở riêng của vật liệu nền (ρ_a) và điện trở riêng của lớp mạ (ρ_b) thoả mãn công thức:

$$\frac{\rho_a}{\rho_b} < 0,7 \quad \text{hoặc} \quad \frac{\rho_a}{\rho_b} > 1,2$$

5) Phương pháp tia ion hoá dựa trên cường độ phản xạ của tia bức xạ β phụ thuộc vào chiều dày lớp mạ.

Phương pháp này áp dụng để đo chiều dày lớp mạ kim loại nếu số thứ tự của kim loại nền (Z_a) và số thứ tự của kim loại mạ (Z_b) trong bảng tuần hoàn Mendelêép thoả mãn điều kiện:

$$Z_a - Z_b \geq 5$$

6) Phương pháp nhiệt điện dựa trên sự thay đổi thế nhiệt điện phụ thuộc vào chiều dày lớp mạ. Dưới tác dụng của nhiệt, thế nhiệt điện này xuất hiện giữa kim loại nền và kim loại lớp mạ là hai kim loại khác nhau về khối lượng và độ dẫn điện.

Phương pháp áp dụng để đo chiều dày lớp mạ niken trên thép, trên đồng, trên hợp kim đồng, trên kẽm và hợp kim kẽm.

3.1.2 Sai số của các phương pháp đo (%) không được vượt quá:

Phương pháp tách lực hút nam châm vĩnh cửu ± 10

Phương pháp từ thông	± 10
Phương pháp cảm ứng điện từ	± 4
Phương pháp dòng xoáy	± 5
Phương pháp ion hoá	± 5
Phương pháp nhiệt điện	± 5

3.1.3 Các phương pháp đo chiều dày lớp mạ không phá hủy mẫu chỉ có thể áp dụng được khi độ nhám bề mặt của kim loại nền và kim loại mạ nhỏ hơn chiều dày lớp mạ.

Các phương pháp không phá hủy mẫu không áp dụng đối với lớp mạ kim loại nhiều lớp có lớp mạ trung gian là niken.

3.1.4 Trước khi tiến hành đo, chi tiết được làm sạch trong các dung môi hữu cơ (như xăng, tricloetylen)... Sau đó phải rửa sạch chi tiết bằng nước cất, để khô ngoài không khí sạch hoặc lau khô bằng giấy lọc.

Cho phép không phải làm sạch khi tiến hành kiểm tra trực tiếp ngay sau khi mạ xong.

3.1.5 Chọn phương pháp đo chiều dày lớp mạ phụ thuộc vào bản chất của vật liệu nền và lớp mạ cho trong Bảng 1.

3.1.6 Tiến hành đo theo hướng dẫn sử dụng thiết bị.

3.1.7 Kết quả đo là giá trị trung bình của 5 phép đo trên 5 vị trí khác nhau của mẫu.

Bảng 1

Vật liệu nền	Vật liệu mạ				
	Đồng	Niken	Crôm	Kẽm	Thiếc
Sắt và hợp kim của sắt có tính chất từ	P, X	P, N	P	T, P, X	T, P, X
Hợp kim của sắt không có tính chất từ	X	P, N	-	O	O
Đồng và hợp kim của đồng	-	P, N	-	X	T
Kẽm và hợp kim của kẽm	-	P, N	T	-	T
Nhôm và hợp kim của nhôm	O	O	O	O	O
Phi kim loại	T, X	T, P	T	T	T

CHÚ THÍCH: P – phương pháp tách lực hút của nam châm vĩnh cửu, phương pháp từ thông, phương pháp cảm ứng điện từ; X – phương pháp dòng xoáy; T – phương pháp tia ion hoá; N – phương pháp nhiệt điện; O – phối hợp các phương pháp.

TCVN 4392 : 1986

B Các phương pháp vật lý phá huỷ mẫu

3.2 Phương pháp kim tương

3.2.1 Phương pháp kim tương áp dụng để đo chiều dày cục bộ lớp mạ điện hoá có chiều dày tối thiểu đến 2 μm và được dùng để làm phương pháp trọng tài.

Phương pháp dựa trên việc xác định chiều dày lớp mạ bằng kính hiển vi kim tương trên mẫu soi được cắt vuông góc với bề mặt chi tiết mạ.

Độ chính xác của phương pháp:

$\pm 0,5 \mu\text{m}$ khi dùng thị kính xoáy;

$\pm 1,0 \mu\text{m}$ khi dùng micrômét thị kính.

3.2.2 Cho phép sử dụng tất cả các loại kính hiển vi kim tương

Độ phóng đại nên dùng từ 500 x đến 1000 x - đối với lớp mạ có chiều dày nhỏ hơn 20 μm ; 200 x - đối với lớp mạ có chiều dày lớn hơn 20 μm .

3.2.3 Để đo chiều dày lớp mạ phải chuẩn bị mẫu mài cắt ngang lớp mạ (mẫu mài ngang) như trong Phụ lục 1.

3.2.4 Đo chiều dày lớp mạ được xác định trên kính hiển vi kim tương với micrômét thị kính hay thị kính xoáy, bằng cách đo ảnh mẫu soi.

Tiến hành đo không ít hơn 3 vị trí trên toàn bộ chiều dài mẫu soi.

3.2.5 Kết quả đo là giá trị trung bình của 3 phép đo.

3.3 Phương pháp khối lượng

3.3.1 Phương pháp dựa trên việc xác định khối lượng mạ và được áp dụng để xác định chiều dày trung bình lớp mạ điện hoá trên các chi tiết có khối lượng không lớn hơn 200 g.

Sai số tương đối của phương pháp $\pm 10 \%$.

3.3.2 Khi đo cần sử dụng cân phân tích có sai số $\pm 0,001 \text{ g}$.

3.3.3 Việc làm sạch được tiến hành theo mục 3.1.4.

3.3.4 Khối lượng của lớp mạ được xác định bằng cách cân chi tiết trên cân phân tích trước và sau khi mạ.

3.3.5 Chiều dày trung bình của lớp mạ (H_{tb}) μm được tính theo công thức sau:

$$H_{1b} = \frac{(g_2 - g_1) \cdot 1000}{S \cdot \gamma}$$

ở đây: g_1 – Khối lượng chi tiết trước khi mạ, g;

g_2 – Khối lượng chi tiết sau khi mạ, g;

S – Diện tích bề mặt chi tiết được mạ, cm^2 ;

γ - Tỷ trọng của vật liệu mạ, g/cm^3 .

C Các phương pháp hoá học

3.4 Phương pháp phun tia, nhỏ giọt, hoà tan

3.4.1 Phương pháp phun tia dựa trên cơ sở hoà tan lớp mạ bằng dung dịch thử phun thành tia tại một điểm trên bề mặt chi tiết với một tốc độ nhất định.

Chiều dày lớp mạ được tính theo thời gian hoà tan lớp mạ để hoà tan lớp mạ (phương pháp phun tia thể tích).

Thời điểm kết thúc hoà tan lớp mạ được xác định bằng mắt (phương pháp phun tia chu kỳ, phun tia thể tích) hoặc bằng dụng cụ ghi lại sự thay đổi thể hiệu hay cường độ dòng vào lúc hoà tan hoàn toàn lớp mạ (phương pháp phun tia điện).

Phương pháp nhỏ giọt dựa trên cơ sở hoà tan lớp mạ bằng các giọt dung dịch thử nhỏ tại cùng một điểm trên bề mặt lớp mạ và được giữ trong một khoảng thời gian nhất định.

Chiều dày lớp mạ được tính theo số giọt để hoà tan lớp mạ.

Phương pháp hoà tan dựa trên cơ sở hoà tan lớp mạ trong dung dịch không tác dụng đối với kim loại nền hoặc kim loại lớp dưới của chi tiết.

Chiều dày lớp mạ được tính theo khối lượng kim loại hoà tan và được xác định bằng hai phương pháp: Phân tích hoá dung dịch hoà tan lớp mạ hay cân chi tiết trước và sau khi hoà tan lớp mạ.

3.4.2 Phương pháp phun tia và nhỏ giọt dùng để đo chiều dày cục bộ lớp mạ kim loại một lớp và nhiều lớp cho các chi tiết có diện tích bề mặt không nhỏ hơn $0,3 \text{ cm}^2$.

Phương pháp phun tia không áp dụng được đối với các chi tiết có hình dáng ngăn cản dung dịch chảy thoát.

Phương pháp nhỏ giọt không nên áp dụng đối với lớp mạ một lớp và nhiều lớp cho các chi tiết có kích thước nhỏ. Phương pháp không áp dụng đối với các hợp kim nhôm có chứa đồng và niken.

Sai số tương đối (%) khi đo chiều dày lớp mạ từ $2 \mu\text{m}$ trở lên là:

Phương pháp phun tia chu kỳ: ± 10

TCVN 4392 : 1986

Phương pháp phun tia thể tích:	± 15
Phương pháp nhỏ giọt:	± 30
Phương pháp hoà tan:	± 10

3.4.3 Việc làm sạch dầu mỡ trước khi đo được tiến hành theo điều 3.1.4.

Các lớp màng crômat và phôtphat trên lớp mạ kẽm được lau sạch bằng bông tẩm axit clohydric tỷ trọng 1,19 g/cm³ loãng theo tỷ lệ 1:8.

Tiến hành kiểm tra việc hoàn toàn tẩy sạch lớp màng crômat và phôtphat bằng cách nhỏ và giữ một giọt dung dịch chứa 5 g/l đồng sunfat. Vết màu đen trên bề mặt chứng tỏ không còn màng crômat và phôtphat.

Việc hoà tan lớp mạ crôm khỏi lớp mạ nhiều lớp được tiến hành bằng dung dịch axit clohydric tỷ trọng 1,19 g/cm³ có pha thêm triêxyt antimon từ 1 % đến 2 % trọng lượng.

3.4.4 Để tránh dung dịch chảy phân tán, bề mặt chi tiết được cách ly bằng bất cứ vật liệu bền vững hoá học nào.

Trong phương pháp phun tia thì vật liệu cách ly được làm thành bờ song song theo hướng chảy thoát của dung dịch với khoảng cách 4 mm. Khi đo bằng phương pháp nhỏ giọt vật liệu cách ly được làm thành một vòng tròn đường kính khoảng 6 mm trên lớp mạ để cách biệt với bề mặt xung quanh.

Trước khi đo, các chi tiết và dung dịch thử cần được giữ trong phòng cho đến khi nhiệt độ của chúng đạt nhiệt độ môi trường.

3.5 Phương pháp phun tia chu kỳ

3.5.1 Khi đo sử dụng thiết bị (Hình 1) bao gồm bình dung dịch 5 có dung tích khoảng 250 ml, có khoá 6. Đầu nút phía dưới của bình nối với ống mao quản 8 bằng ống cao su 7 và dung dịch chảy xuống bề mặt mẫu 9. Ống mao dẫn được chuẩn sao cho khi van 6 hoàn toàn mở thì áp suất không đổi và nhiệt độ từ 18 đến 20°C, trong 30 s có (10 ± 0,1) ml nước cất chảy từ bình xuống.

Áp suất không đổi được điều chỉnh bằng ống thuỷ tinh 4 đặt xuyên qua nút 3 vào cổ bình và có lỗ 2 để không khí vào bình.

Đầu dưới của ống thuỷ tinh 4 phải nằm trong dung dịch ở vị trí không đổi bởi khoảng cách (250 ± 5) mm tính từ đầu ống mao dẫn 8. Trong ống 4 có đặt nhiệt kế 1.

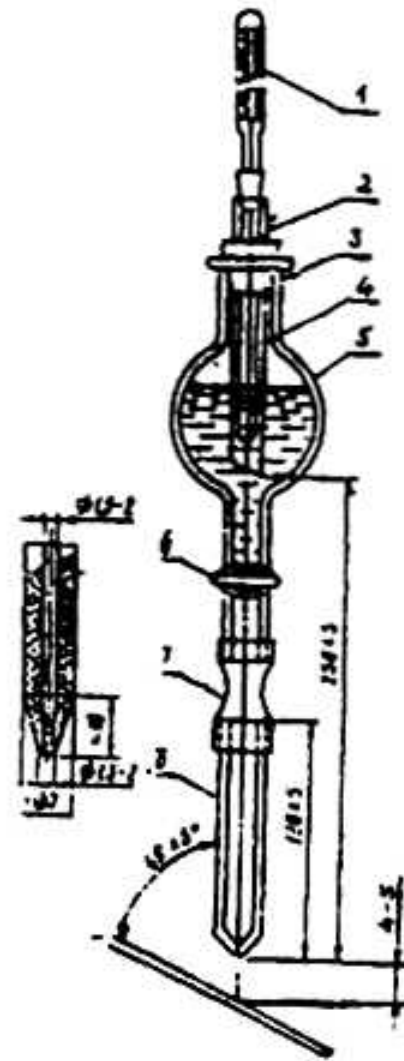
Dung dịch để đo cho trong Bảng 2 và cách chuẩn bị chúng cho trong Phụ lục 2.

3.5.2 Chuẩn bị thiết bị để tiến hành đo như sau: Đổ đầy 3/4 bình 5 dung dịch đã được chuẩn bị, mở van 6 và làm đầy ống mao dẫn 8. Dùng nút cao su 3 đậy cổ bình lại, mở van 6 để cho dung

dịch chảy khỏi bình cho tới khi bọt khí được hút đều đặn vào bình qua ống 4. Đó chính là dấu hiệu áp suất trong bình là không đổi.

Trước khi làm việc, cần kiểm tra mức dung dịch chảy ra từ ống mao dẫn như đã nêu trong điều 3.5.1.

Sau khi đã được chuẩn bị như vậy, định vị thiết bị bằng chân đế sao cho đầu mút của ống mao dẫn nằm cách bề mặt mẫu thử khoảng từ 4 mm đến 5 mm và để cho góc giữa trục của ống mao dẫn và bề mặt chi tiết hoặc với tiếp tuyến của bề mặt này (trong trường hợp bề mặt cong) là $(45 \pm 5)^\circ$.



Hình 1 - Sơ đồ thiết bị cho phương pháp phun tia chu kỳ

Để tránh dung dịch chảy lan và bắn toé, cần để đưa thủy tinh vào gần chỗ thử của chi tiết để dung dịch đã sử dụng chảy gọn vào bình thu.

3.5.3 Khi đo mở van 6 đồng thời bấm đồng hồ bấm giây, sau một thời gian thì đóng khoá lại, dùng đồng hồ bấm giây và xem mẫu bề mặt chỗ dòng xối xuống có thay đổi không. Nếu bề mặt không thay đổi thì lại mở van và bấm đồng hồ. Cứ tiếp tục cho tới khi bề mặt chỗ dòng chảy thay đổi. Dấu hiệu kết thúc đo cho trong Bảng 2.

Trong những lần đo sau, khi đã biết thời gian để hoà tan lớp mạ thì số lần nghỉ giữa chừng trong khi đo có thể ít hơn. Thời gian dòng xối chảy để hoà tan hết lớp mạ sẽ được cộng lại.

Khi đo chiều dày lớp mạ nhiều lớp thì phải ghi lại từng khoảng thời gian dùng để hoà tan từng lớp mạ.

Ghi lại nhiệt độ của dung dịch.

Sau khi đo xong phải rửa sạch bình và đổ đầy nước cất.

3.5.4 Chiều dày cục bộ lớp mạ (H_M), μm xác định theo công thức:

TCVN 4392 : 1986

$$H_M = H_t \cdot t$$

ở đây: H_t – Chiều dày lớp mạ hoà tan trong 1 s, μm ;

t – Thời gian để hoà tan lớp mạ, s.

Giá trị H_t đối với các lớp mạ khác nhau cho trong Bảng 3.

Khi tính chiều dày, trong công thức phải nhân thêm hệ số điều chỉnh, đối với lớp mạ đồng, mạ trong dung dịch điện phân xianua là 1,35; crôm bóng mạ trong dung dịch điện phân tự điều chỉnh là 1,2; crôm mờ mạ trong dung dịch điện phân tự điều chỉnh là 1,04; lớp crôm mờ mạ trong dung dịch điện phân tetro crômát là 1,3.

Khi tính chiều dày lớp mạ niken mạ trong dung dịch điện phân có cho thêm chất tạo bóng, trong công thức cần nhân thêm với các hệ số cho trong Bảng 4.

Bảng 2

Lớp mạ	Kim loại nền hoặc kim loại lớp dưới	Số thứ tự dung dịch	Thành phần dung dịch	Nồng độ		Dấu hiệu kết thúc đo
				g/l	ml/l	
Kẽm	Thép	1	Amoni nitrat	70	-	Xuất hiện vết màu hồng
			Đồng sunfat	7	-	
			Axit clohydric	-	70	
Đồng	Thép	2	Sắt III clorua Đồng sunfat	300 100	- -	Xuất hiện vết màu hồng
	Hợp kim kẽm					Xuất hiện vết màu đen
	Niken					Xuất hiện vết màu trắng
Niken	Thép					Xuất hiện vết màu hồng
	Đồng và hợp kim đồng					Xuất hiện vết màu hồng hoặc màu vàng
Crôm	Niken	3	Axit clohydric (tỷ trọng 1,19 g/cm ³)	-	220	Xuất hiện vết màu trắng
	Thép		Axit sunfuaric (1,84)	-	100	Xuất hiện vết màu hồng
			Sắt III clorua	60	-	
			Đồng sunfat	30	-	
			Etanola	-	100	
Đồng	Thép	4	Sắt III clorua	150	-	Xuất hiện vết màu đen
			Axit clohydric (1,19)	-	150	
			Axit axetic (băng)	-	250	
			Triôxyt antimon	31	-	

CHÚ THÍCH: 1) Khi xác định chiều dày lớp mạ crôm, trước khi đo, để phá lớp thụ động, cần dùng que kẽm tẩm dung dịch đo tiếp xúc vào bề mặt chi tiết.

2) Nếu khó xác định điểm kết thúc hoà tan lớp mạ đồng trên nền thép sau khi xuất hiện vết màu hồng sáng thì dùng ống pipet định kỳ nhỏ một giọt dung dịch 1,5 % antimoclorua trong axit clohydric (1:1). Dấu hiệu kết thúc hoà tan lớp mạ là vết màu đen, xuất hiện sau 2 giây đến 3 giây khi thử. Để tiếp tục thử bằng dòng xói, cần dùng giấy thấm lau khô chỗ thử.

Kết quả đo là giá trị trung bình của 3 phép đo ở 3 vị trí khác nhau của mẫu.

3.6 Phương pháp phun tia chu kỳ (điện – phun tia)

3.6.1 Khi đo sử dụng thiết bị (Hình 2) đã được mô tả trong điều 3.5.1 nhưng ở nút 3 đây bình 5 đặt thêm ống thủy tinh thứ hai 10 đầu mút của ống có hàn dây platin (11). Đầu dưới của ống thủy tinh 10 phải nằm trong dung dịch ở vị trí không đổi với khoảng cách (250 ± 5) mm cách đầu mút của ống mao dẫn 8. Dây platin và mẫu thử đầu vào sơ đồ điện bao gồm: nguồn 13 (pin 3V), điện kế 16 (thiết bị báo 0), điện trở 14 (10), biến trở 15 (22), công tắc 12.

Cho phép sử dụng sơ đồ điện có sử dụng phương pháp bù.

Chuẩn bị thiết bị như điều 3.5.2.

Mẫu thử phải cách điện khỏi chân đế.

3.6.2 Khi đo, đóng mạch điện, đồng thời mở van 6 và đồng hồ bấm giây. Khi kim đồng hồ bị lệch thì đóng van và ngừng đồng hồ. Đó là lúc lớp mạ tại đó đã hoà tan hết và xuất hiện kim loại nền hoặc kim loại lớp dưới.

3.6.3 Kết quả đo xử lý theo điều 3.5.4.

3.7 Phương pháp phun tia thể tích

3.7.1 Khi đo sử dụng thiết bị bao gồm: ống buret 50 ml có độ chia 0,1 ml và van thủy tinh nối với ống mao quản bằng ống cao su. Ống mao quản được chuẩn bị sao cho khi thử van mở hoàn toàn, trong 30 s, ở nhiệt độ từ 18 °C đến 20 °C từ buret có $(10 \pm 0,1)$ ml nước cất chảy ra.

Khi đo sử dụng các dung dịch cho trong Bảng 2.

3.7.2 Khi đo mở hoàn toàn van buret để dòng dung dịch chảy xuống. Sau một thời gian đóng van lại và quan sát sự thay đổi màu của bề mặt ở chỗ dòng xối xuống. Nếu màu không thay đổi thì lại mở van và cứ tiếp tục như vậy cho tới khi màu bề mặt ở chỗ dòng xối thay đổi

Bảng 3

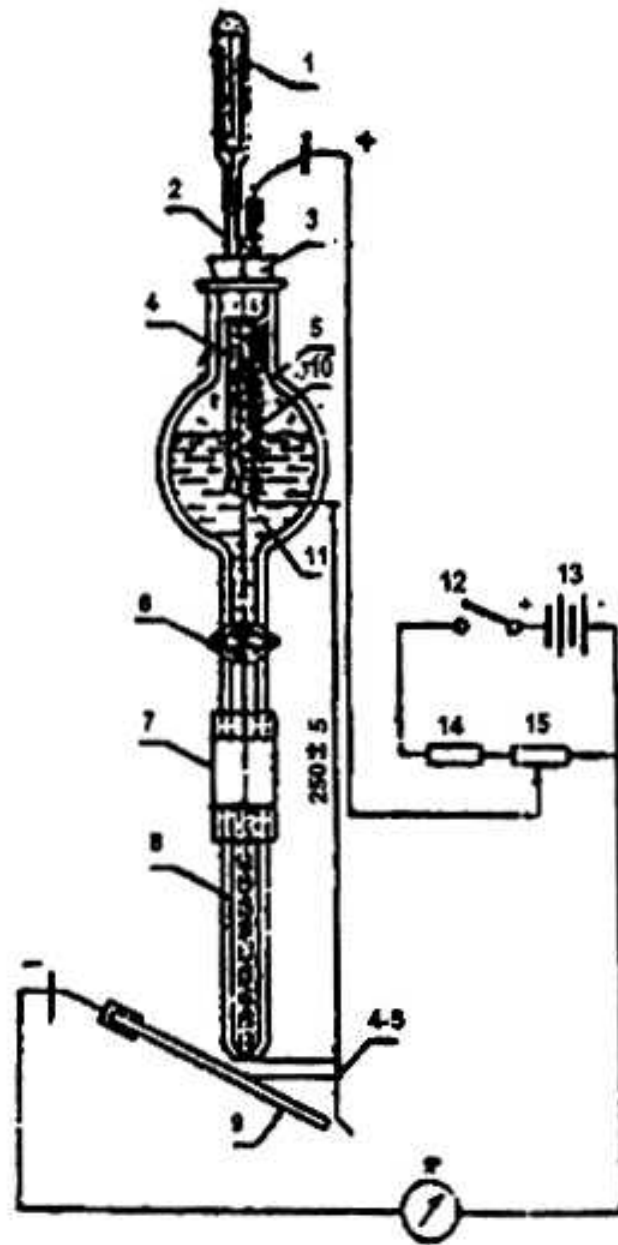
Nhiệt độ, °C	Chiều dày lớp mạ (H) hoà tan trong 1 giây, µm				
	Kẽm	Đồng (với dung dịch 2)	Đồng (với dung dịch 4)	Niken	Crôm
12	0,515	0,538	0,443	0,236	-
13	0,530	0,568	0,470	0,262	-
14	0,542	0,602	0,498	0,294	-
15	0,560	0,641	0,526	0,333	0,094
16	0,571	0,685	0,560	0,376	0,101
17	0,589	0,735	0,594	0,424	0,109
18	0,610	0,794	0,629	0,467	0,120
19	0,630	0,862	0,664	0,493	0,131
20	0,645	0,926	0,699	0,521	0,139
21	0,670	0,980	0,734	0,546	0,147
22	0,690	1,042	0,768	0,575	0,156
23	0,715	1,099	0,802	0,606	0,164
24	0,740	1,163	0,836	0,641	0,169
25	0,752	1,220	0,870	0,671	0,174
26	0,775	1,266	-	0,709	-
27	0,790	1,333	-	0,741	-
28	0,808	1,389	-	0,769	-
29	0,824	1,429	-	0,800	-
30	0,833	1,471	-	0,833	-
31	0,850	1,515	-	0,862	-
32	0,870	1,587	-	0,893	-
33	0,883	1,658	-	0,923	-
34	0,900	1,729	-	0,953	-
35	0,917	1,800	-	0,983	-

CHÚ THÍCH:

Giá trị H, áp dụng cho lớp mạ kẽm mạ trong dung dịch điện phân là xianua, sunfat, amôniac và kẽm; lớp mạ đồng mạ trong dung dịch điện phân là sunfat (đối với dung dịch 2), lớp mạ niken mạ trong dung dịch điện phân là sunfat và floborat; lớp mạ crôm mạ trong dung dịch điện phân là sunfat; lớp mạ đồng mạ trong dung dịch điện phân là sunfat và xianua (đối với dung dịch 4).

Bảng 4

Khoảng thời gian, s	Hệ số điều chỉnh đối với lớp mạ niken mạ trong dung dịch điện phân có cho thêm chất tạo bóng			
	1,4 butildiol	Cumarin và n-tôluol sunfamit	2,6 - 2,7 naphtalin disunfuaaxit và fomalin	2,6 - 2,7 naphtalin disunfua axit
0-20	1,2	1,6	1,3	1,5
20-40	1,1	1,4	1,0	1,4
40-80	1,0	1,3	0,9	1,3
80-100	0,9	1,2	0,8	-



Hình 2 - Sơ đồ thiết bị phương pháp phun tia chu kỳ (điện phun tia)

Điểm kết thúc đo là sự thay đổi màu trên bề mặt kim loại nền hay kim loại lớp dưới (xem Bảng 2).

Khi đo lớp mạ nhiều lớp phải ghi lại từng thể tích dùng để hoà tan từng lớp mạ, toàn bộ thể tích dùng để hoà tan lớp mạ được cộng lại.

Ghi lại nhiệt độ dung dịch.

3.7.3 Chiều dày lớp mạ (H_M), μm , được tính theo công thức:

$$H_M = H_V \cdot V,$$

ở đây, H_V – Chiều dày lớp mạ do 1 giọt dung dịch hoà tan, μm (Bảng 5);

V – thể tích dung dịch để hoà tan lớp mạ, ml.

Kết quả đo là giá trị trung bình của 3 phép đo ở 3 vị trí khác nhau của mẫu.

Đối với lớp mạ đồng mạ trong dung dịch điện phân xianua, khi tính chiều dày lớp mạ, trong công thức cần nhân thêm hệ số điều chỉnh là 1,35.

3.8 Phương pháp nhỏ giọt đối với lớp mạ crôm

3.8.1 Trong phương pháp này cần xác định thời gian cần thiết để một giọt axit clohydric (tỷ trọng $1,19 \text{ g/cm}^3$ ở 20°C) xuyên thấu qua lớp mạ crôm, mạ bằng phương pháp điện hoá.

Phương pháp dùng để xác định chiều dày lớp mạ crôm dưới 1,2 μm trên lớp mạ niken hoặc đồng – niken.

3.8.2 Mẫu thử được làm sạch như điều 3.1.4, sau đó dùng nển hoặc sáp nóng chảy khoan lên bề mặt mẫu một vòng tròn có đường kính trong khoảng 6 mm.

3.8.3 Dùng ống nhỏ giọt nhỏ một giọt từ 0,03 ml đến 0,05 ml dung dịch axit clohydric (tỷ trọng 1,19 g/cm³) vào giữa vòng tròn sáp hoặc nển. Bấm đồng hồ để xác định chính xác thời gian từ khi bắt đầu xuất hiện bọt khí đến khi bắt đầu nhìn thấy lớp mạ niken. Khi bọt khí không tạo thành ngay lập tức, thì dùng dây niken mỏng chạm vào bề mặt kiểm để cường hoá phản ứng.

Điểm kết thúc là lúc ngừng tạo thành các bọt khí hay xuất hiện lớp niken màu vàng.

Mẫu, dung dịch thử và ống nhỏ giọt phải có nhiệt độ từ 16 °C đến 25 °C.

3.8.4 Chiều dày lớp mạ crôm tính theo công thức sau:

$$a = t \cdot K$$

ở đây: t – thời gian xuyên thấu, s;

K – hệ số phụ thuộc vào nhiệt độ, xác định theo đồ thị ở Hình 3.

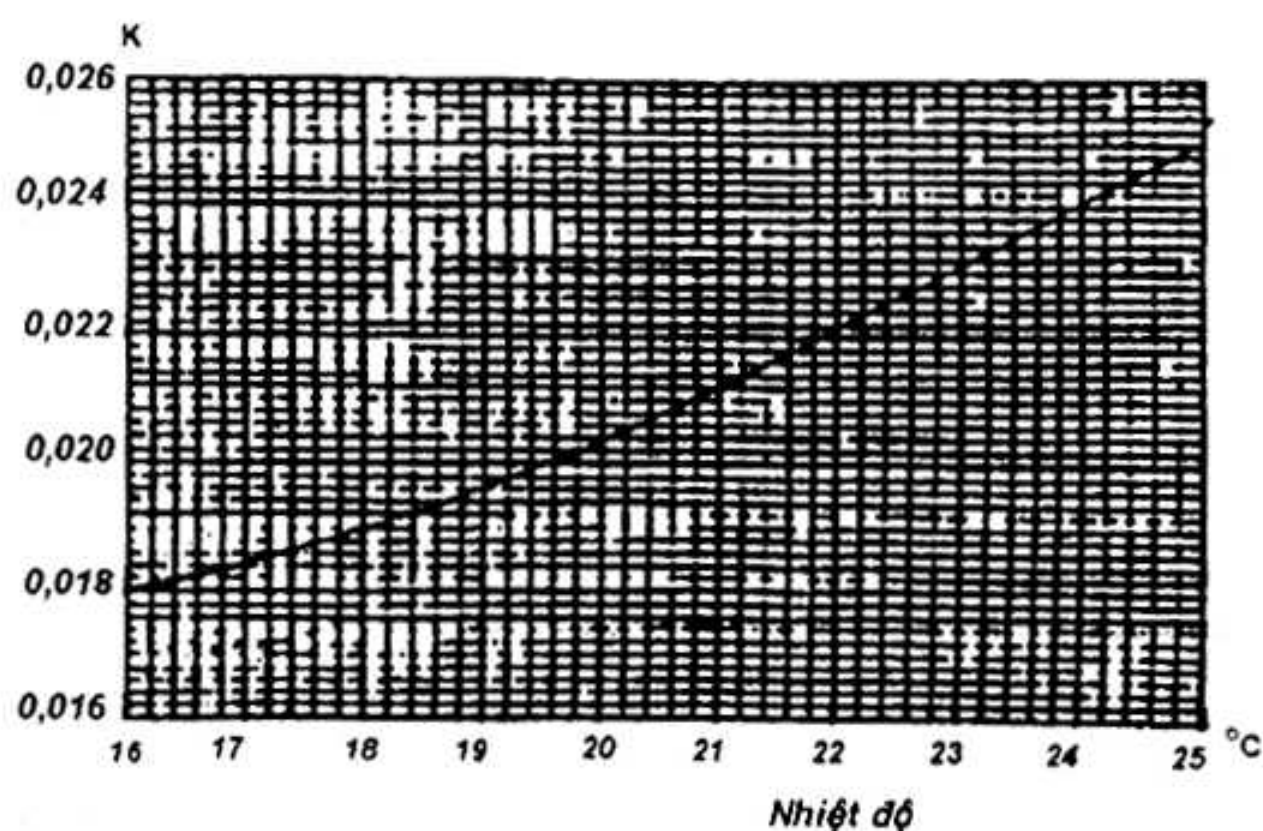
Kết quả đo là giá trị trung bình của 3 phép đo tại 3 vị trí khác nhau của mẫu.

Bảng 5

Nhiệt độ, °C	Chiều dày lớp mạ (H_V) do 1 giọt dung dịch hoà tan, m		
	Kẽm	Đồng	Niken
12	1,465	2,268	0,995
13	1,501	2,370	1,091
14	1,540	2,481	1,211
15	1,597	2,604	1,355
16	1,610	2,747	1,510
17	1,645	2,915	1,681
18	1,688	3,115	1,832
19	1,740	3,344	1,908
20	1,776	3,456	1,996
21	1,845	3,717	2,070
22	1,895	3,906	2,151
23	1,945	4,065	2,242
24	1,990	4,255	2,347
25	2,033	4,425	2,433
26	2,080	-	2,520
27	2,126	-	2,620
28	2,173	-	2,720
29	2,219	-	2,820
30	2,266	-	2,920

TCVN 4392 : 1986

CHÚ THÍCH: Giá trị (H_v) áp dụng cho lớp mạ kẽm mạ trong dung dịch điện phân xianua, sunfat, amôniac và kẽm; lớp mạ đồng trong dung dịch điện phân sunfat; lớp mạ niken mạ trong dung dịch điện phân sunfat.



Hình 3 - Đồ thị xác định hệ số K theo nhiệt độ

3.9 Phương pháp nhỏ giọt đối với lớp mạ một lớp và nhiều lớp (trừ lớp mạ crôm).

3.9.1 Phương pháp này xác định chiều dày cục bộ của lớp mạ một lớp hay nhiều lớp của thiếc, kẽm, đồng, niken bằng cách xác định số giọt dung dịch kiểm đặc biệt, nhỏ liên tiếp để hoà tan lớp mạ.

3.9.2 Làm sạch và chuẩn bị mẫu như điều 3.8.2.

3.9.3 Dùng ống nhỏ giọt, nhỏ một giọt từ 0,03 ml đến 0,05 ml dung dịch kiểm, chọn theo Bảng 6 vào vòng tròn sấp hoặc nấn. Để một thời gian nhất định như đã cho trong Bảng 6. Sau đó dùng giấy thấm lau sạch giọt dung dịch. Lặp lại quá trình đó cho tới khi hoà tan hết lớp mạ tương ứng.

Xác định điểm kết thúc quá trình hoà tan lớp mạ theo Bảng 6.

3.9.4 Chiều dày cục bộ lớp mạ (H_M), μm được tính theo công thức:

$$H_M = H_k \cdot (n - 0,5)$$

ở đây, H_k – chiều dày lớp mạ do một giọt dung dịch hoà tan trong thời gian cho trước (xem Bảng 7), μm ;

n – Số giọt dùng để hoà tan lớp mạ.

Kết quả đo là giá trị trung bình của 3 phép đo trên 3 vị trí khác nhau của mẫu.

3.10 Phương pháp hoà tan

3.10.1 Tiến hành đo theo hai phương pháp

a) Chi tiết được cân và sau đó nhúng vào trong dung dịch thích hợp khi đã hoà tan hết lớp mạ, chi tiết được lấy ra khỏi dung dịch, rửa sạch, sấy khô và cân lại.

Chiều dày trung bình của lớp mạ (H_c) μm được xác định theo công thức:

$$H_c = \frac{(g_1 - g_2) \cdot 10000}{\gamma \cdot S}$$

ở đây, g_1 – khối lượng chi tiết trước khi hoà tan, g;

g_2 – khối lượng chi tiết sau khi hoà tan lớp mạ, g;

γ - khối lượng riêng của kim loại mạ, g/cm^3 ;

S – diện tích bề mặt mẫu, cm^2

b) chi tiết được nhúng vào trong dung dịch thích hợp, sau khi hoà tan hết lớp mạ, chi tiết được lấy ra khỏi dung dịch và rửa sạch vài lần bằng nước cất. Đổ lần nước rửa vào dung dịch và sau đó bằng phương pháp phân tích hoá học xác định khối lượng kim loại mạ bị hoà tan.

Dung dịch để hoà tan lớp mạ trình bày ở Bảng 6.

Bảng 6

Lớp mạ	Kim loại nền hoặc kim loại lớp dưới	Số thứ tự của dung dịch	Thành phần dung dịch	Nồng độ g/l	Số lượng	Thời gian giữ 1 giọt, s	Dấu hiệu kết thúc đo
Kẽm	Thép, đồng và hợp kim đồng	5	Kali iốtua lốt	200 100	-	60	Xuất hiện kim loại nền
Kẽm	Thép, niken	6	Bạc nitrat	44	-	30	Xuất hiện vết màu tím trên thép hoặc màu trắng trên niken
Niken	Thép, đồng và hợp kim đồng	7	Sắt III clorua Đồng sunfat	300 100	- -	30	Xuất hiện vết màu hồng
Thiếc	Thép, đồng và hợp kim đồng	8	Sắt III clorua Đồng sunfat Axit clohydric (tỷ trọng 1,19)	50 20 -	- - 150 ml	30	Xuất hiện vết màu hồng

Bảng 7

Nhiệt độ, °C	Chiều dày lớp mạ (H_k) đo một giọt dung dịch hoà tan trong một thời gian cho trước, μm			
	Thiếc 30 s	Kẽm 60 s	Đồng 30 s	Niken 30 s
12	0,55	0,87	0,83	0,55
13	0,55	0,91	0,85	0,57
14	0,55	0,96	0,87	0,59
15	0,55	1,01	0,89	0,61
16	0,55	1,05	0,93	0,63
17	0,55	1,09	0,97	0,65
18	0,55	1,14	1,01	0,67
19	0,55	1,18	1,05	0,69
20	0,55	1,24	1,08	0,70
21	0,55	1,27	1,11	0,71
22	0,55	1,32	1,14	0,72
23	0,55	1,36	1,16	0,73
24	0,55	1,40	1,18	0,74
25	0,55	1,45	1,20	0,75
26	0,55	1,52	1,21	-
27	0,55	1,59	1,23	-
28	0,55	1,66	1,24	-
29	0,55	1,73	1,25	-
30	0,55	1,80	1,26	-

CHÚ THÍCH: Giá trị (H_k) áp dụng đối với lớp mạ niken mạ trong dung dịch điện phân sunfat, lớp mạ đồng mạ trong dung dịch điện phân sunfat và xianua; lớp mạ kẽm mạ trong dung dịch điện phân amôniac và xianua; lớp mạ thiếc mạ trong dung dịch điện phân axit và kiềm.

Bảng 8

Lớp mạ	Kim loại nền hay kim loại lớp dưới	Số thứ tự dung dịch	Thành phần dung dịch	Nồng độ g/l	Số lượng	Nhiệt độ °C	Phương pháp xác định
Kẽm	Thép	9	Axit sunfuric (tỷ trọng 1,84)	50	-	18-25	Theo hiệu khối lượng
			Axit clohydric (tỷ trọng 1,19)	17	-		
Đồng	Thép	10	Anhydric crômit	275	-	18-25	Theo hiệu khối lượng
			Amôni sunfat	110	-		
Niken	Thép	11	Amôni nitrat	100	-	70-80	Phân tích hoá niken
			Axit axêtic		2 ml		
Crôm	Niken,	12	Axit clohydric (tỷ	-	50 %	20-40	Theo hiệu khối

	đồng và hợp kim đồng		trọng 1,19) Nước cất	-	50 %		lượng
Crôm	Thép	13	Axit clohydric (tỷ trọng 1,19) Triôxit antimon	366 20	- -	18-25	Theo hiệu khối lượng
Thiếc, hợp kim thiếc- chì, chì	Thép	14	Axit bo-flohydric (tỷ trọng 1,15) Hydrôpeôxit (30%) Nước cất	- - -	10 ml 2,5 ml 50 ml	18-25	Theo hiệu khối lượng

Chiều dày trung bình lớp mạ (H_p), μm xác định theo công thức:

$$H_p = \frac{P \cdot 10000}{\gamma \cdot S}$$

ở đây, P – khối lượng kim loại xác định được bằng phân tích hoá học, g.

4 Các phương pháp kiểm tra độ xốp lớp mạ

4.1 Phương pháp bột nhão

4.1.1 Phương pháp dựa trên sự tương tác hoá học của kim loại lớp dưới với chất thử tại những chỗ rỗ và không liên tục của lớp mạ với sự tạo thành những hợp chất có màu.

Phương pháp áp dụng để xác định độ xốp của các lớp mạ kim loại trên thép, đồng nhôm, kẽm và các hợp kim của chúng.

Phương pháp áp dụng được cho tất cả các chi tiết có hình dáng và kích thước bất kỳ.

4.1.2 Khi kiểm tra sử dụng

- chổi lông mềm (cho phép sử dụng các dạng máy phun);
- bột nhão: thành phần bột nhão trình bày trong Bảng 9, phương pháp chế tạo ở Phụ lục 3.

4.1.3 Chi tiết được làm sạch như điều 3.1.4

Dùng chổi lông hoặc máy phun quét đều một lớp bột nhão lên bề mặt lớp mạ và giữ yên không quá 10 phút.

Lượng bột nhão: từ 0,5 g/cm² đến 1,0 g/cm².

Làm sạch chi tiết bằng cách xối nước cất. Chi tiết được sấy khô và tiến hành xác định các điểm rỗ trên bề mặt chi tiết.

TCVN 4392 : 1986

4.1.4 Trên bề mặt thử đếm số điểm có màu, tương ứng với số lỗ rỗ. Trên cơ sở đó xác định độ xốp trên một đơn vị diện tích bề mặt.

Kết quả đo là giá trị trung bình của 3 phép đo.

4.2 Phương pháp "Côđôtcôt"

4.2.1 Phương pháp được dùng để xác định độ xốp của lớp mạ niken-crom và đồng-niken-crom trên các chi tiết bằng thép và hợp kim kẽm.

4.2.2 Chi tiết hoặc mẫu kiểm tra phải có diện tích bề mặt mạ không nhỏ hơn 50 cm² và chiều dày từ 1 đến 3 mm.

Khi cắt mẫu kiểm tra từ sản phẩm cố gắng hạn chế đến mức tối đa việc gây hỏng lớp mạ dọc theo đường cắt.

Vị trí cắt cần được bảo vệ bằng chất chống ăn mòn.

Bảng 9

Kim loại nền	Lớp mạ	Thành phần bột nhào	Dấu hiệu để xác định
Đồng và hợp kim đồng	Tất cả các dạng lớp mạ (trừ kẽm)	Thành phần 1 Điphenilcacbarit Axit axêtic Amôni pesunfat Glyxêrin Diôxit titan	Màu đỏ - nâu
		Thành phần 2 Cadion II Amôni Diôxit titan	Màu đỏ
Kẽm và hợp kim kẽm	Tất cả các dạng lớp mạ	Đipheniltiôcabarit Hyđrôxit natri êtanola Diôxit titan	Màu hồng - tím nhạt
Nhôm và hợp kim nhôm	Tất cả các dạng lớp mạ	Aluminon Hyđrô peôxit Diôxit titan	Màu hồng

4.2.3 Thiết bị, vật liệu và hóa chất

1) buồng thí nghiệm tạo ẩm có hệ thống nung nóng;

2) thiết bị để làm đồng đều không khí trong buồng;

3) giá đỡ mẫu.

Độ ẩm tương đối được tạo ra bằng cách dẫn không khí ẩm vào buồng thí nghiệm. Dùng nước cất để tạo ra không khí ẩm. Không được tạo ẩm bằng dung dịch muối hoặc axit.

Không cho phép có hiện tượng ngưng tụ nước ở nắp, thành buồng và giá đỡ mẫu.

Vật liệu làm buồng thí nghiệm phải có tính chất chống ăn mòn và không gây ảnh hưởng đến kết quả thí nghiệm.

Hoá chất:

Đồng nitrat

Sắt III clorua

Amôni clorua

Cao lanh

Phương pháp chuẩn bị xem trong Phụ lục 3.

4.2.4 Chi tiết được làm sạch như điều 3.1.4.

4.2.5 Dùng chổi lông mềm phết đều một lớp bột nhão lên bề mặt chi tiết. Chiều dày lớp bột nhão ở trạng thái ẩm phải từ 0,08 mm đến 0,2 mm.

4.2.6 Sấy khô khoảng 1 giờ ở ngoài không khí có nhiệt độ từ 18 °C đến 30 °C.

4.2.7 Sau khi sấy xong, chi tiết được đặt vào trong buồng thí nghiệm có độ ẩm tương đối từ 80 đến 90 % và nhiệt độ (38 ± 2) °C. Không cho phép có hiện tượng ngưng tụ nước trên bề mặt chi tiết.

Giữa các chi tiết và giữa chi tiết với thành buồng thí nghiệm không được tiếp xúc với nhau. Không được mở cửa buồng khi đang thí nghiệm.

4.2.8 Thời gian một chu kỳ thử nghiệm là 16 giờ, nếu không có hướng dẫn cụ thể trong các tài liệu kỹ thuật.

4.2.9 Sau khi thử nghiệm xong chi tiết được làm sạch bột nhão bằng xối nước, bàn chải mềm hoặc miếng bọt biển. Sau đó tiến hành quan sát kỹ bề mặt chi tiết.

Nếu kiểm tra nhiều chu kỳ thì trước khi tiến hành chu kỳ tiếp theo cần phết một lớp bột nhão mới.

4.2.10 Muốn làm hiện rõ các chỗ rỗ, sau khi làm sạch hết lớp bột nhão, để chi tiết trong tủ sương muối khoảng 4 giờ, hoặc để trong không khí sạch có độ ẩm tương đối 100 % ở nhiệt độ (38 ± 2) °C trong khoảng 24 giờ.

4.2.11 Xử lý kết quả theo điều 4.1.4

4.3 Phương pháp đặt giấy thấm

4.3.1 Phương pháp dựa trên sự tương tác hoá học của kim loại nền hoặc kim loại lớp dưới với chất thử tại những vị trí rỗ và không liên tục của lớp mạ với sự tạo thành những hợp chất có màu.

Phương pháp áp dụng cho các lớp mạ kim loại trên thép, đồng và hợp kim đồng. Phương pháp chỉ áp dụng được đối với các chi tiết có hình dạng đơn giản cho phép đặt giấy thấm lên được.

4.3.2 Chi tiết được làm sạch như điều 3.1.4

Giấy thấm được thấm ướt dung dịch thử và đặt lên bề mặt chi tiết sao cho giữa bề mặt chi tiết và giấy không còn bọt khí. Vết rỗ in lên giấy thấm ướt dạng điểm hoặc đốm. Nhấc giấy lên, rửa sạch bằng nước cất và sấy khô trên kính sạch.

Dung dịch thử và chế độ thử được trình bày trong Bảng 10. Muốn biết các điểm rỗ tới đồng, sau khi làm sạch, giấy thấm được đặt trên kính sạch và phết đều dung dịch ferixianua kali (40g/l). Khi đó những điểm vàng (vết rỗ đến niken) sẽ biến mất. Rửa sạch giấy thấm và sấy khô trên kính. Những điểm có màu đỏ nâu và xanh trên giấy thấm là những lỗ rỗ đến đồng và thép.

Lớp mạ	Kim loại nền hay kim loại lớp dưới	Số dung dịch	Thành phần dung dịch	Nồng độ g/l	Thời gian giữ (phút)	Dấu hiệu của độ xốp
Crôm một lớp và nhiều lớp (Ni-Cr; Cu-Ni-Cr)	Thép	15	Perixianua kali Amôni clorua Natri clorua	10	10	Điểm xanh rỗ tới thép
				30		Điểm đỏ-nâu rỗ tới đồng
				60		Điểm vàng rỗ tới niken
Crôm một lớp và nhiều lớp (Ni-Cr)	Đồng và hợp kim đồng					
Niken một lớp	Thép	16	Ferixianua kali Natri clorua	10	5	Điểm xanh rỗ tới thép
	Đồng và hợp kim đồng			20	10	Điểm đỏ-nâu rỗ tới đồng
Niken nhiều lớp (Cu-Ni; Ni-Cu-Ni)	Thép				10	Điểm xanh rỗ tới thép Điểm đỏ nâu rỗ tới đồng Điểm vàng rỗ tới niken
					20	Điểm xanh rỗ tới thép
Đồng	Thép					
Thiếc	Thép	17	Ferixianua kali Natri clorua	10	60	Điểm xanh rỗ tới thép
				5		

Muốn biết các điểm rỗ đến niken, sau khi làm sạch, giấy thấm được đặt trên kính sạch và phết đều dung dịch dimetylglixin trong amôniac (dimetylglixin-2 g/l); amôniac 25 % - 500 ml/l.

Sau khi tạo thành tại những chỗ rỗ điểm hoặc vết màu hồng sáng, đặc trưng đối với niken, rửa giấy thấm bằng nước và sấy khô trên kính. Khi đó những vết rỗ đến thép và đồng sẽ bị mờ đi và việc đếm số lỗ rỗ đến niken dễ dàng hơn.

Xác định độ xốp đối với lớp mạ crôm được tiến hành không chậm quá 30 phút sau khi đã kết thúc quá trình mạ.

Các điểm rỗ được quan sát bằng mắt thường.

4.3.3 Tính số lỗ rỗ như sau: Đặt giấy thấm với các điểm rỗ lên kính có chia sẵn thành ô thành từng cm^2 một. Đếm số điểm rỗ trong từng ô vuông. Cộng số điểm rỗ đếm được. Đo phần diện tích giấy thấm tiếp xúc với bề mặt chi tiết và sau đó xác định số điểm rỗ trên một đơn vị diện tích bề mặt.

5 Các phương pháp kiểm tra độ bền bám của lớp mạ

5.1 Các phương pháp kiểm tra độ bền bám của lớp mạ dựa trên sự khác nhau về các tính chất cơ lý của kim loại mạ và kim loại nền. Chọn phương pháp kiểm tra nào tùy thuộc vào vật liệu mạ, hình dáng và công dụng chi tiết như theo Bảng 11.

5.2 Phương pháp nung

5.2.1 Phương pháp được tiến hành bằng cách nung nóng mẫu kiểm tra và sau đó làm nguội nhanh.

5.2.2 Thiết bị kiểm tra bao gồm:

Lò có nhiệt độ làm việc đến 300°C ;

Thùng chứa nước dung tích 10 dm^3 .

5.2.3 Chọn nhiệt độ nung tùy thuộc vào kim loại mạ và kim loại nền tương ứng với Bảng 12.

Bảng 11

Phương pháp kiểm tra	Vật liệu mạ						Dạng mẫu hoặc chiều dày lớp mạ
	Cr	Cu	Ni	Ni-Cu	Sn	Zn	
Phương pháp nung	+	+	+	+	+	+	Không quy định
Phương pháp uốn	+	+	+	+	+	+	Tấm và băng
Phương pháp quấn	+	+	+	+	+	+	Dây
Phương pháp khuyếch tán hydro	+	+	+	+	+	+	Không quy định
Phương pháp dũa	+	+	+	+	+	+	Lớn hơn $5 \mu\text{m}$
Phương pháp khắc	-	+	+	+	+	+	Không lớn hơn $20 \mu\text{m}$ Đối với Ni-không lớn hơn $10 \mu\text{m}$

CHÚ THÍCH: Dấu (+) ký hiệu phương pháp kiểm tra được;

Dấu (-) ký hiệu phương pháp không kiểm tra được.

Bảng 12

Kim loại nền	Nhiệt độ giữ đối với lớp mạ, °C		
	Sn-Ni; Cu; Cr; Ni; Ni-Cr	Sn và hợp kim Sn	Zn
Thép	300	150	190
Hợp kim kẽm	150		-
Nhôm và hợp kim nhôm	220		-
Đồng và hợp kim đồng	250		190

5.2.4 Mẫu được nung đến nhiệt độ lò và giữ ở nhiệt độ đó khoảng 15 phút. Sau đó lấy và nhúng nhanh vào nước có nhiệt độ từ 15 °C đến 25 °C.

5.2.5 Độ bền bám của lớp mạ được coi là đạt nếu không quan sát thấy hiện tượng tróc, bong lớp và dộp.

5.3 Phương pháp uốn

5.3.1 Phương pháp được tiến hành bằng cách uốn mẫu kiểm tra cho tới khi gãy.

5.3.2 Mẫu thử phải có dạng bản dài từ 40mm đến 140 mm, rộng từ 10 đến 50 mm, dày không lớn hơn 3 mm.

5.3.3 Dụng cụ kiểm tra bao gồm:

Étô;

Hai trục tròn bằng thép các bon kết cấu có đường kính bằng 4 lần chiều dày mẫu và chiều dài nhỏ hơn hoặc bằng chiều dài má kẹp của étô;

Kim det;

Dao.

5.3.4 Mẫu được kẹp chặt vào giữa hai trục trong má kẹp của étô. Dùng kim hoặc dao uốn mẫu đi một góc 90° về một phía. Sau đó uốn theo phía ngược lại. Cứ tiếp tục như vậy cho tới khi mẫu gãy. Tại chỗ gãy dùng dao kiểm tra độ bền bám của lớp mạ đối với kim loại nền.

5.3.5 Độ bền bám của lớp mạ được coi là đạt nếu không quan sát thấy hiện tượng bong lớp mạ. Hiện tượng rạn, nứt lớp mạ ở chỗ gãy khi đó không tính đến.

5.4 Phương pháp quấn

5.4.1 Phương pháp dựa trên việc quấn mẫu dạng dây xung quanh một lõi.

5.4.2 Dụng cụ kiểm tra: một lõi bằng thép cácbon kết cấu có đường kính bằng 4 lần đường kính mẫu.

5.4.3 Quấn mẫu không ít hơn 3 vòng xung quanh lõi. Khoảng cách giữa các trục của mẫu dây khi quấn bằng hai lần đường kính của nó.

5.4.4 Độ bền bám của lớp mạ được coi là đạt nếu không quan sát thấy hiện tượng bong lớp mạ. Hiện tượng rạn nứt lớp mạ khi đó không tính đến.

5.5 Phương pháp khuếch tán hydro

5.5.1 Phương pháp dựa trên sự khuếch tán vào mẫu hydro được tách ra từ catốt.

5.5.2 Mẫu kiểm tra phải có diện tích lớp mạ không nhỏ hơn 0,5 cm².

5.5.3 Thiết bị kiểm tra

Bể điện phân có ampe kế và nhiệt kế;

Nguồn điện một chiều;

Anốt là vật liệu không tan, ví dụ như graphit, platin, thép không gỉ.

5.5.4 Mẫu được làm catốt, treo trong dung dịch 5 % hydroxit natri, sau đó tiến hành điện phân bằng dòng điện một chiều, mật độ dòng điện: 10 A/dm² ở nhiệt độ (90 ± 5) °C trong khoảng 15 phút.

Cho phép thay dung dịch hydroxit natri bằng dung dịch 5 % axit sunfuric. Khi đó mật độ dòng điện 10 A/dm², nhiệt độ (60 ± 5)°C điện phân trong khoảng 15 phút.

5.5.5 Độ bền bám của lớp mạ được coi là đạt nếu trên bề mặt mẫu không quan sát thấy hiện tượng phồng rộp hoặc bong lớp.

5.6 Phương pháp dũa

5.6.1 Phương pháp được tiến hành bằng cách mài ngang mẫu bằng dũa.

5.6.2 Mẫu phải được cắt vuông góc với bề mặt lớp mạ.

5.6.3 Dụng cụ kiểm tra

Êtô;

Dũa phẳng có độ cứng lớn hơn độ cứng của lớp mạ.

5.6.4 Kẹp chặt mẫu trên êtô dùng dũa dũa theo một góc 45° so với bề mặt cắt theo hướng từ kim loại nền đến kim loại mạ.

5.6.5 Độ bền bám của lớp mạ được coi là đạt nếu trên lớp mạ không quan sát thấy hiện tượng bong lớp.

5.7 Phương pháp khắc vạch

5.7.1 Phương pháp bao gồm dùng một mũi nhọn cứng bằng thép vạch lên bề mặt mẫu kiểm tra, sâu đến tận kim loại nền.

TCVN 4392 : 1986

5.7.2 Diện tích mẫu kiểm tra không được nhỏ hơn 0,5 cm².

5.7.3 Dụng cụ bao gồm: dụng cụ lấy dầu có góc nhọn gần 30°.

5.7.4 Trên bề mặt mẫu, dùng mũi nhọn vạch không ít hơn 3 đường song song và cách nhau khoảng 2 mm, hoặc vạch thành lưới với không ít hơn 4 ô vuông có cạnh từ 1 mm đến 2 mm. Vạch phải sâu đến tận kim loại nền và phải theo một hướng.

5.7.5 Độ bền bám của lớp mạ được coi là đạt nếu trên lớp mạ giữa các đường hoặc trong lưới ô vuông không quan sát thấy hiện tượng bóc và bong lớp.

Phụ lục của TCVN 4392 : 1986

Phụ lục 1

Chuẩn bị mẫu soi kim tương

Mẫu soi kim tương được cắt ra từ chi tiết, sao cho mặt phẳng của lớp mạ vuông góc với mặt phẳng của mẫu soi.

Mẫu soi được kẹp vào ngàm giữ mẫu, hoặc đúc trong hợp kim dễ nóng chảy và các vật liệu khác như nhựa tổng hợp, thủy tinh hữu cơ, lưu huỳnh...

Đối với lớp mạ kim loại mềm dễ bị xước và biến dạng, đồng thời để tăng khả năng soi lớp mạ, cần mạ thêm một lớp kim loại bảo vệ dày tối thiểu 10 μm bằng phương pháp điện hoá. Chú ý trong quá trình chế tạo mẫu không được làm xây xước lớp mạ.

Sau khi đúc mẫu xong, tiến hành mài và đánh bóng.

Mài bắt đầu trên giấy ráp thô, sau đó chuyển sang giấy ráp tinh. Khi chuyển từ giấy ráp này sang giấy ráp khác cần phải làm sạch các hạt bụi mài vì chúng là nguyên nhân gây ra các vết xước trên mẫu soi khi gia công tiếp theo. Hướng mài phải thay đổi khi chuyển mài từ giấy ráp sang giấy ráp khác. Trong quá trình mài cần phải giữ mẫu sao cho các đường mài tạo với lớp mạ một góc 45°.

Đánh bóng mẫu được tiến hành trên các máy đánh bóng với các đĩa ni, phớt, dạ... với chất đánh bóng và ôxyt nhôm, ôxyt crôm, ôxyt magiê...

Để tăng độ tương phản giữa lớp mạ và kim loại nền có thể tẩy thực mẫu soi bằng các chất tẩy thực cho trong bảng dưới.

Sau khi tẩy thực mẫu được rửa sạch bằng nước cất, lau bằng cồn và sấy khô.

Dung dịch tẩy thực mẫu

Lớp mạ	Kim loại nền hoặc kim loại lớp dưới	Thành phần dung dịch	Tỷ lệ pha	Kim loại bị tẩy thực
Kẽm	Thép	Anhydric crômít Natri sunfat	200 g/l 15 g/l	Kẽm
Niken	Đồng và hợp kim đồng, thép mạ đồng Kẽm và hợp kim kẽm	Hydrôxyt amôn (tỷ trọng 0,9) Hydrôpêôxyt 3 %	50 % thể tích 50 % thể tích	Đồng
Niken, crôm	Thép	Axit nitric (tỷ trọng 1,41) êtanôla	5 ml 95 ml	Thép
Niken - đồng	Nhôm	Axit flohydric (tỷ trọng 0,987) Nước cất	0,5 ml 99,5 ml	Nhôm
Thiếc	Thép	Axit picric Etanola	4 g 96 g	Thép
	Đồng và hợp kim đồng	Hydrôxyt amôn (tỷ trọng 0,9) Hydrôpêôxyt 3 %	50 % thể tích 50 % thể tích	Đồng

TCVN 4392 : 1986

Chuẩn bị hoá chất

- Các dung dịch 1, 5, 6, 9, 10, 11, 12, 13, 15, 16, 17 chuẩn bị bằng cách hoà tan trong nước cất.

Dung dịch 2 và 7:

- Cân 300 g sắt III clorua, hoà tan trong trong 200 ml đến 300 ml nước cất. Hoà tan riêng ở 50 °C đến 60 °C 100 g đồng sunfat cũng trong thể tích nước cất như trên. Sau khi làm nguội đổ cả hai dung dịch đó vào bình định mức 1 lít. Đổ nước cất đến vạch đo. Tiến hành lọc dung dịch.

Dung dịch 3

Cân 60 g sắt III clorua, hoà tan trong 20 ml nước cất. Hoà tan riêng 30 g đồng sunfat trong thể tích nước cất như vậy ở 50 °C đến 60 °C. Sau khi làm nguội, đổ cả hai dung dịch đó vào bình định mức 1 lít. Cho thêm 220 ml axit clohydric tỷ trọng 1,19 và 100 ml axit sunfuric tỷ trọng 1,84. Làm nguội dung dịch và đổ nước cất đến vạch đo.

Dung dịch 4

Cân 150 g sắt III clorua, hoà tan trong 500 ml nước cất. Hoà tan riêng 31 g triôxyt antimon trong 150 ml axit clohydric tỷ trọng 1,19. Đổ cả hai dung dịch vào bình định mức 1 lít. Cho thêm 250 ml axit axêtic, thêm nước cất đến vạch đo.

Dung dịch 8

Cân 50 g sắt III clorua, hoà tan trong 150 ml dung dịch axit clohydric 1N. Hoà tan riêng 20 g đồng sunfat trong 300 ml nước cất. Đổ cả hai dung dịch đó vào bình định mức 1 lít và đổ thêm nước cất đến vạch đo.

Dung dịch 14

Cân 62 g axit boric, rót 50 ml nước cất vào cho đến khi nhận được một chất đặc sệt. Sau đó cho thêm axit flohydric và trộn liên tục cho tới khi hoà tan hoàn toàn axit boric. Cứ 62 g axit boric thì cho thêm 175 ml axit flohydric. Dung dịch chứa trong chai lọ làm bằng vật liệu hữu cơ.

Để hoà tan lớp mạ, sử dụng dung dịch axit bo-flohydric pha loãng trong nước (tỷ lệ 1:10 và hydrôpeôxyt (30 %) 2,5 ml cho 100 ml axit pha loãng).

Cách chuẩn bị bột nhão:

- 1 Bột nhão để xác định độ xốp của lớp mạ trên các chi tiết bằng thép.

Hoà tan 1 g đến 2 g α - α dipiridin trong 100 ml dung dịch axit clohydric 0,1 N đến 0,2 N.

Cứ 10 ml dung dịch trên cho thêm 10 g đến 15 g diôxyt titan. Trộn đều hỗn hợp trên cho đến khi được bột nhão.

Thời gian sử dụng bột nhão 10 ngày đến 14 ngày.

- 2 Bột nhão để xác định độ xốp của lớp mạ trên đồng và hợp kim đồng.

Thành phần 1

Pha dung dịch 20 % difenilcacbarit trong axit axêtic (băng), đốt nóng dung dịch bằng hơi nước cho đến khi lắng đọng difenilcacbarit (dung dịch 1). Cho điôxit titan vào trong dung dịch trên, cứ 15 g đến 30 g cho 10 ml dung dịch. Sau đó cho thêm vào hỗn hợp dung dịch 2: dung dịch amôni pesunfat trong amôniac, cứ 10 g amôni pesunfat hoà tan trong 100 ml dung dịch amôniac 100 %. Cuối cùng cho glyxêrin vào.

Tỷ lệ giữa dung dịch 1 và 2 là: (1-3) : (3-1) thể tích glyxêrin lấy bằng 1/4 tổng thể tích của dung dịch 1 và 2.

Tỷ lệ tốt nhất giữa dung dịch 1 và dung dịch 2 và glyxêrin là: 1 : 1 : 0,5.

Thời hạn sử dụng bột nhão 2 ngày đến 3 ngày.

Thành phần 2

Pha dung dịch 2 % cadion II trong nước cất (dung dịch 1) và dung dịch amôni pesunfat trong amôniac gồm 5 g đến 15 g amôni pesunfat, 5 ml đến 20 ml amôniac (tỷ trọng 0,91) pha thành 100 ml (dung dịch 2).

Trộn lẫn dung dịch 1 và 2 theo tỷ lệ 1:1, sau đó cho điôxit titan vào, cứ 15 g đến 20 g cho 10 ml dung dịch. Trộn đều hỗn hợp trên cho đến khi nhận được bột nhão.

Thời hạn sử dụng bột nhão 3 ngày đến 4 ngày.

3 Bột nhão để xác định độ xốp lớp mạ trên các chi tiết bằng nhôm và hợp kim nhôm.

Pha dung dịch 2 % aluminon. Cho thêm điôxit titan: cứ 15 g đến 20 g cho 10 ml dung dịch. Cho tiếp vào dung dịch 20 % đến 25 % hydrô pêôxyt tỷ trọng từ 1,14 đến 1,15. Tỷ lệ thể tích giữa dung dịch aluminon và hydrôpêôxyt là 1:0,5. Trộn đều hỗn hợp cho đến khi nhận được bột nhão.

Thời hạn sử dụng bột nhão là 3 giờ đến 4 giờ.

4 Bột nhão để xác định độ xốp lớp mạ trên các chi tiết bằng kẽm và hợp kim kẽm.

Pha dung dịch difeniltiocacbarit trong 100 ml êtanola: 0,5 g difeniltiocacbarit trong 100 ml êtanola (dung dịch 1). Pha dung dịch hydrôxyt natri 0,5 N (dung dịch 2).

Cho thêm điôxyt titan vào dung dịch 1: Cứ 20 g đến 30 g cho 10 ml dung dịch. Sau đó đổ dung dịch 2 vào trong hỗn hợp trên. Tỷ lệ thể tích giữa dung dịch 1 và 2 là: 1:2. Trộn đều hỗn hợp cho đến khi nhận được bột nhão.

Thời hạn sử dụng bột nhão 3 ngày đến 4 ngày.

5 Bột nhão để xác định độ xốp lớp mạ theo phương pháp Côđôtcôt.

Cách 1

Hoà tan 2,5 g đồng nitrat với nước cất trong bình 500 cm³. Đổ thêm nước cất đến vạch định mức.

TCVN 4392 : 1986

Hoà tan 2,5 g sắt III clorua với nước cất trong bình 500 cm³. Đổ thêm nước cất đến vạch định mức. Dung dịch sắt III clorua bảo quản trong lọ màu hoặc để chỗ tối. Thời hạn sử dụng là 14 ngày tính từ lúc pha.

Hoà tan 50 g amôni clorua với nước cất trong bình 500 cm³. Đổ thêm nước cất đến vạch định mức.

Đổ vào cốc có dung tích 250 cm³: 7 cm³ dung dịch đồng nitrat: 33 cm³ dung dịch sắt III clorua và 10 cm³ dung dịch amôni clorua. Sau đó cho 30 g cao lanh vào. Dùng đũa thủy tinh trộn đều cho đến khi nhận được bột nhão.

Cách 2

Hoà tan trong cốc có dung tích 250 cm³: 50 cm³ nước cất với 0,035 g đồng nitrat: 0,165 g sắt III clorua và 1,0 g amôni clorua. Sau đó cho 30 g cao lanh vào. Dùng đũa thủy tinh trộn đều cho đến khi nhận được bột nhão.

Thời hạn sử dụng bột nhão: 1 ngày.

Phụ lục 4
Hoá chất sử dụng để kiểm tra lớp mạ

Tên gọi	Công thức hoá học
Aluminon	$C_{19}H_{11}C_3(COONH_4)_3$
Amoni nitrat	NH_4NO_3
Amoni sunfat	$(NH_4)_2SO_4$
Amoni clorua	NH_4Cl
Amoni pesunfat	$(NH_4)_2S_2O_3$
Anhydric cromit	CrO_3
Axit flohydric	HF
Axit boric	H_3BO_3
Axit axetic	CH_3COOH
Axit clohydric	HCl
Axit nitric	HNO_3
Axit picric	$[HO_6C_6H_2(NO_2)]_3$
Axit photphoric	H_3PO_4
Axit sunfuric	H_2SO_4
Antimon clorua	$SbCl_3$
Bạc nitrat	$AgNO_3$
Cadion II	$C_{18}H_{12}O_8N_6S_8Na_2$
Êtanola	C_2H_5OH
Đifenilcacbarit	$C_{13}H_{14}CN_4$
Đifeniltiocacbarit	$C_{13}H_{14}SN_4$
Điôxit titan	TiO_2
Đồng nitrat	$Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$
Đồng sunfat	$CuSO_4 \cdot 5H_2O$
Feroxianua kali	$K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$
Ferixianua kali	$K_3[Fe(CN)_6]$
Glyxêrin	$C_3H_5(OH)_3$
Hyđrôxyt amon	NH_4OH
Hyđrô peôxyt	H_2O_2
Hyđrôxyt natri	$NaOH$
Iôt	I
Kali iôdua	KI
Natri pesunfat	$Na_2S_2O_8$
Natri clorua	$NaCl$
Natri sunfat	$Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$
Oxyt magiê	MgO
Tiosunfat natri	$Na_2S_2O_3$
Tricloêtylen	C_2HCl_3
Sắt III clorua	$FeCl_3 \cdot 6H_2O$