

TCVN 12144:2017

ISO 2106:2011

**ANÓT HOÁ NHÔM VÀ HỢP KIM NHÔM - XÁC ĐỊNH KHỐI
LƯỢNG TRÊN MỘT ĐƠN VỊ DIỆN TÍCH (MẬT ĐỘ BỀ MẶT)
CỦA LỚP PHỦ ANÓT HOÁ - PHƯƠNG PHÁP TRỌNG LỰC**

*Anodizing of aluminium and its alloys - Determination of mass per unit area (surface density) of
anodic oxidation coatings - Gravimetric method*

HÀ NỘI - 2017

Lời nói đầu

TCVN 12144:2017 hoàn toàn tương đương ISO 2106:2011.

TCVN 12144:2017 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 79, *Kim loại màu và hợp kim của kim loại màu* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Anốt hóa nhôm và hợp kim nhôm - Xác định khối lượng trên một đơn vị diện tích (mật độ bề mặt) của lớp phủ anốt hóa - Phương pháp trọng lực

Anodizing of aluminium and its alloys - Determination of mass per unit area (surface density) of anodic oxidation coatings - Gravimetric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp trọng lực để xác định khối lượng trên một đơn vị diện tích (mật độ bề mặt) của các lớp phủ anốt hóa trên nhôm và các hợp kim nhôm.

Phương pháp đã nêu áp dụng cho tất cả các lớp phủ được tạo thành bằng anốt hóa nhôm và các hợp kim nhôm thông qua đúc hoặc gia công áp lực và thích hợp cho hầu hết các hợp kim nhôm, trừ các hợp kim nhôm trong đó hàm lượng đồng lớn hơn 6 %.

CHÚ THÍCH 1: Hàm lượng đồng cao trong hợp kim có thể dẫn đến sự hòa tan tăng lên của nhôm nền.

CHÚ THÍCH 2: Nếu biết chiều dày với độ chính xác thích hợp (ví dụ, khi sử dụng phương pháp quy định trong ISO 2128), việc xác định khối lượng trên một đơn vị diện tích (mật độ bề mặt) của cả lớp phủ có thể được thực hiện thông qua tính toán mật độ (khối lượng riêng) biểu kiến của lớp phủ. Trái lại, nếu biết các điều kiện áp dụng của lớp phủ và mật độ (khối lượng riêng) của lớp phủ thì việc xác định khối lượng trên một đơn vị diện tích của lớp phủ (mật độ bề mặt) có thể cho phép tính toán khối lượng trung bình và ước lượng gần đúng chiều dày (xem chú thích trong Điều 6).

2 Nguyên lý

Lớp phủ anốt hóa trên một mẫu thử được cân, có diện tích bề mặt đã cho, được hòa tan mà không ăn mòn kim loại nền một cách đáng kể khi sử dụng một hỗn hợp của axit photphoric và crom (VI) có nồng độ quy định.

Sau khi hòa tan lớp phủ, mẫu thử được cân lại và tính toán sự mất khối lượng. Khối lượng bị mất có liên quan đến đơn vị diện tích bề mặt được phủ bởi lớp phủ và được biểu thị bằng miligam của lớp phủ trên centimet vuông của bề mặt.

CHÚ THÍCH: Đây là phép thử phá hủy.

3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử có cấp phân tích được thừa nhận và chỉ sử dụng nước cất hoặc nước đã được khử ion hóa.

3.1 Dung dịch axit photphoric/crôm được chuẩn bị như sau:

- Axit photphoric, $\rho_{20} = 1,7 \text{ g/ml}$: 35 ml;
- Crôm (VI) oxit: 20 g
- Nước: tới 1000 ml

CẢNH BÁO – Crôm (VI) có tính độc hại và phải được xử lý đúng quy định. Các dung dịch crôm (VI) nguy hiểm đối với môi trường và đặc biệt nguy hiểm đối với nước.

4 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị thông thường trong phòng thí nghiệm và các dụng cụ thủy tinh cùng với dụng cụ sau.

4.1 Cân trong phòng thí nghiệm có khả năng cân tới độ chính xác 0,1 mg.

5 Cách tiến hành

5.1 Chuẩn bị mẫu thử

Bề mặt của mẫu thử được thử phải có diện tích trong khoảng 0,08 dm² đến 1 dm² và khối lượng của mẫu thử không được vượt quá 100 g. Nếu bề mặt của mẫu thử bị nhiễm bẩn hoặc có dầu, mỡ hoặc vật liệu tương tự thì phải được làm sạch các chất bẩn này bằng một dung môi hữu cơ thích hợp (Xem Phụ lục A).

Để đo khối lượng của lớp phủ chỉ có trên một bề mặt của mẫu thử thì lớp phủ trên bề mặt khác phải được loại bỏ bằng phương pháp gia công cơ hoặc xử lý hóa học, trong khi bề mặt quan trọng được để lại nguyên vẹn. Theo cách khác, phải bôi một chất bảo vệ chống sự ăn mòn bởi dung dịch axit thử trên bề mặt được để lại của mẫu thử.

5.2 Thực hiện thử

Tính toán diện tích của bề mặt được phủ bởi lớp phủ anốt hóa, cân mẫu thử tới độ chính xác 0,1 mg và nhúng chìm mẫu thử trong dung dịch axit photphoric/crôm (xem 3.1) trong thời gian 10 min, ở nhiệt độ 95 °C đến 100 °C đồng thời khuấy trộn đều. Rửa sạch mẫu thử trong nước, sấy khô và cân lại mẫu thử (xem Phụ lục A). Lặp lại việc nhúng chìm, sấy khô và cân tới khi không còn xuất hiện sự mất mát khối lượng của mẫu thử nữa.

CHÚ THÍCH: Thuốc thử được pha chế mới thường cho phép hòa tan hoàn toàn lớp phủ trong thời gian 10 min. Khả năng hòa tan của thuốc thử này sẽ giảm đi trong quá trình sử dụng; thông thường 1 L dung dịch có khả năng hòa tan 12 g lớp phủ trước khi nhận thấy có sự suy giảm khả năng hòa tan.

6 Biểu thị kết quả

Tính toán khối lượng trên một đơn vị diện tích bề mặt (mật độ bề mặt) của lớp phủ ρ_A , theo miligam trên decimet vuông, khi sử dụng phương trình (1):

$$\rho_A = \frac{m_1 - m_2}{A} \quad (1)$$

Trong đó

m_1 là khối lượng của mẫu thử trước khi hòa tan lớp phủ, tính bằng miligam;

m_2 là khối lượng của mẫu thử sau khi hòa tan lớp phủ, tính bằng miligam;

A là diện tích được phủ có hiệu quả bởi lớp phủ có khối lượng được đo (không tính đến các mép hoặc các phần không được phủ khác), tính bằng decimet vuông.

CHÚ THÍCH: Khi có yêu cầu, có thể ước lượng chiều dày trung bình của lớp phủ δ , tính bằng micromet, khi sử dụng phương trình (2):

$$\delta_A = \frac{\rho_A \times 10}{\rho} \quad (2)$$

Trong đó

ρ_A là khối lượng trên một đơn vị diện tích (mật độ bề mặt) của lớp phủ, tính bằng miligam trên decimet vuông;

ρ là khối lượng riêng của lớp phủ, tính bằng gam trên centimet khối.

Khối lượng riêng của lớp phủ tùy thuộc vào từng hợp kim, phương pháp anốt hóa và bịt kín. Khối lượng riêng này có thể thay đổi trong phạm vi giữa 2,3 g/cm³ và 3 g/cm³ trong các điều kiện xử lý bình thường.

Đối với các lớp phủ oxy hóa mỏng trên nhôm và các hợp kim nhôm không chứa đồng, được tạo ra với dòng điện một chiều trong dung dịch axit sunfuric, ở nhiệt độ xấp xỉ 20 °C, có thể giả thiết khối lượng riêng bằng 2,6 g/cm³ đối với các lớp phủ được bịt kín và 2,4 g/cm³ đối với các lớp phủ không được bịt kín.

Phương pháp này chỉ cho phép xác định giá trị gần đúng của chiều dày, do đó không bảo đảm cho giá trị khối lượng riêng.

Việc ước lượng chiều dày của lớp phủ đạt độ chính xác cao nhất đối với các lớp phủ mỏng (10 µm và nhỏ hơn).

7 Báo cáo thử

Báo cáo thử tối thiểu phải bao gồm các thông tin sau:

- Số hiệu tiêu chuẩn này, TCVN 12144 (ISO 2106);
- Kiểu và nhận dạng sản phẩm được thử;
- Kết quả thử (xem Điều 6);
- Bất cứ sự khác biệt nào được ghi lại trong quá trình xác định;

- e) Bất cứ các nguyên công nào không được bao gồm trong quy trình của tiêu chuẩn này, hoặc được xem là tùy chọn;
- f) Ngày thử.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Phương pháp nên dùng cho sấy khô mẫu thử

A.1 Làm sạch dầu mỡ khỏi mẫu thử bằng cách khuấy nhẹ trong thời gian 30 s trong một dung môi hữu cơ thích hợp ở nhiệt độ phòng, lấy mẫu thử ra và để mẫu thử ở môi trường xung quanh trong 5 min (làm khô sơ bộ), đặt mẫu thử trong lò sấy được nung nóng trước tới 60 °C và để mẫu thử trong lò trong 15 min với bề mặt có lớp phủ ở vị trí thẳng đứng.

CẢNH BÁO – Khi sử dụng các dung môi hữu cơ, phải thực hiện việc tẩy dầu mỡ và làm khô sơ bộ trong khu vực được thông gió tốt để giảm tới mức tối thiểu sự phơi nhiễm trước hơi dung môi.

A.2 Để nguội mẫu thử trong 30 min trên chất silic oxit (silicagel) trong tủ sấy kín.

A.3 Sau khi xử lý axit (xem 5.2), lặp lại các nguyên công A.1 và A.2, bỏ qua việc xử lý trong dung môi hữu cơ.