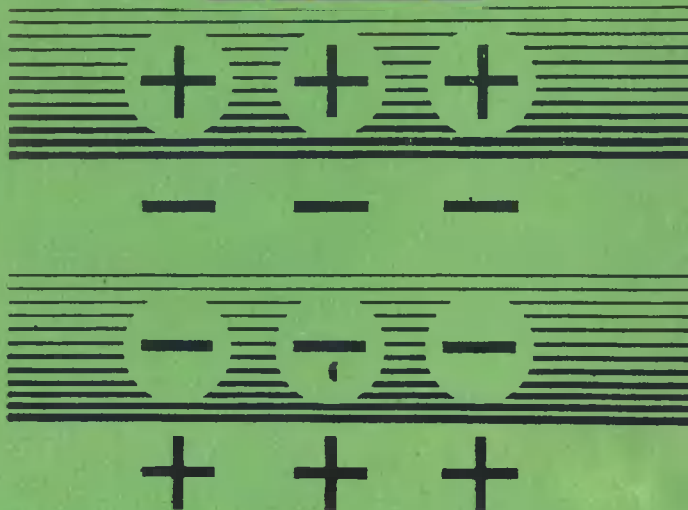


621.35
B99



БИБЛИОТЕЧКА ГАЛЬВАНОТЕХНИКА



П. М. ВЯЧЕСЛАВОВ
Н. М. ШМЕЛЕВА

МЕТОДЫ
ИСПЫТАНИЙ
ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИХ
ПОКРЫТИЙ



621.35
B99



БИБЛИОТЕЧКА ГАЛЬВАНОТЕХНИКА

ВЫПУСК 9



П. М. ВЯЧЕСЛАВОВ
Н. М. ШМЕЛЕВА

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

ИЗДАНИЕ 4-е, ДОПОЛНЕННОЕ
И ПЕРЕРАБОТАННОЕ

ПОД РЕДАКЦИЕЙ Д-РА ТЕХН. НАУК
ПРОФ. П. М. ВЯЧЕСЛАВОВА



34023

Ленинград
„Машиностроение“
Ленинградское отделение
1977

6П4.52
В99
УДК 621.357

Вячеславов П. М., Шмелева Н. М.

В99 Методы испытаний электролитических покрытий. Л., «Машиностроение» (Ленингр. отд-ние), 1977.

88 с ил. (б-чка гальванотехника)

В брошюре изложены наиболее доступные и простые в условиях заводских и цеховых лабораторий методы контроля качества электролитических покрытий.

Наряду с широко известными гостированными методами в этом издании (3-е изд. 1968 г.) приведен ряд новых количественных и качественных методов испытаний электролитических покрытий, которые легко могут быть использованы в производственных условиях.

Брошюра рассчитана на квалифицированных рабочих, лаборантов и мастеров гальванических цехов. Она может быть также использована инженерно-техническими работниками гальванических цехов.

В 31104—117
038(01)—77 117—77

6П4.52

ИБ № 560

Петр Михайлович Вячеславов,
Нина Михайловна Шмелева

**МЕТОДЫ
ИСПЫТАНИЙ
ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИХ
ПОКРЫТИЙ**

(Библиотечка гальванотехника, вып. 9)



Редактор издательства Р. Н. Михеева
Художник Н. И. Абрамов
Технический редактор В. Ф. Костина
Корректор З. П. Смоленцева

Сдано в набор 8/IV 1977 г. Подписано к печати 22/IX 1977 г. М-12537.
Формат 84×108¹/₃₂. Бумага типографская № 2.
Прив. печ. л. 4,62. Уч.-изд. л. 4,71. Зак. № 149.
Тираж 20 000 экз. Цена 15 коп.

Ленинградское отделение издательства «Машиностроение»
191065, Ленинград, Д-65, ул. Дзержинского, 10

Ленинградская типография № 6 Союзполиграфпрома
при Государственном комитете Совета Министров СССР
по делам издательств, полиграфии и книжной торговли
193144, Ленинград, С-144, ул. Моисеенко, 10

В 31104—117
038(01)—77 117—77 © Издательство «Машиностроение», 1977 г.

Предисловие

В отчетном докладе XXV съезду КПСС, говоря об основных особенностях X пятилетки — пятилетки эффективности и качества — Л. И. Брежнев отметил: «Высокое качество — это сбережение труда и материальных ресурсов, рост экспортных возможностей, а в конечном счете лучшее, более полное удовлетворение потребностей общества».

Если учесть, что трудно назвать отрасль производства, в которой не применялись бы электролитические покрытия металлов, становится ясным, какое значение следует придавать обеспечению их высокого качества.

Наряду с внешним видом покрытий, являющимся первоочередным критерием их оценки, имеется еще целый ряд физико-механических свойств, не менее важных в этом отношении. Однако если контроль внешнего вида электролитических покрытий может быть произведен визуальным осмотром, то испытания других свойств более сложные и требуют применения специальных методик и аппаратного оформления.

В настоящей работе рассмотрен целый ряд методов испытаний физико-механических свойств электролитических покрытий как предусмотренных ГОСТ 16875—71, так и не предусмотренных им, однако являющихся, с нашей точки зрения, не менее существенными для оценки качества покрытия. Ряд методов разработан и проверен на кафедре технологии электрохимических производств ЛТИ им. Ленсовета.

ИЗМЕРЕНИЕ ТОЛЩИНЫ ПОКРЫТИЙ

Во многих случаях решающим признаком качества покрытия, которое должно отвечать определенным техническим и экономическим требованиям, является его толщина. В связи с этим определение толщины покрытия является основой его оценки. Требования, предъявляемые к покрытиям, и правила их приемки устанавливаются ГОСТ 3002—70.

За последние годы техника измерения толщины покрытий значительно усовершенствовалась. Проблемы измерения, вытекающие из наличия множества комбинаций покрытий и основ, не могут быть решены одним способом и соответственно одним прибором; в различных случаях необходимо выбирать для измерения наиболее подходящую в данном случае методику и приборы. Выбор будет зависеть от многих факторов: рода и формы покрытия и основного металла, желаемой точности и длительности измерения. Решающим может оказаться допустимость или недопустимость разрушения покрытия или всей детали.

При контроле толщины покрытия следует учитывать, что даже на плоских изделиях толщина слоя металла неодинакова в различных точках; еще большие отклонения толщины слоя на профилированных изделиях. Отсюда вытекает необходимость определения не только средней толщины покрытия, но и минимальной толщины на определенных участках изделия.

1. МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ТОЛЩИНЫ СЛОЯ С РАЗРУШЕНИЕМ ИЗДЕЛИЯ

Методы контроля толщины покрытия с разрушением изделия делятся на химические, вызывающие разрушение только покрытия, и физические, при использовании которых нарушается целостность не только покрытия, но и самого изделия.

Химические методы. Химические методы применяются для выборочного контроля толщины наиболее часто применяемых металлопокрытий. Погрешность измерения химическими методами по сравнению с другими весьма зна-

чительна и может достигать $\pm 30\%$, большая погрешность получается при контроле тонкослойных покрытий. Всем химическим методам присуща весьма низкая производительность. При их использовании возможность автоматизации процесса контроля толщины покрытий в условиях серийного и массового изготовления деталей практически исключается.

Метод снятия заключается в растворении покрытия в таком растворе, который не повреждает основного металла. Растворение может быть химическим или электрохимическим. Толщину покрытия при этом определяют по его массе.

Существует два способа определения массы покрытия: взвешивание детали до и после снятия покрытия и аналитический.

При первом способе применяется следующая последовательность операций: деталь обезжиривают венской известью, промывают и тщательно высушивают в сушильном шкафу при температуре $105\text{--}120^\circ\text{C}$. После охлаждения деталь взвешивают и погружают в соответствующий раствор до полного растворения покрытия. Затем деталь промывают водой, вновь высушивают в сушильном шкафу и после охлаждения взвешивают.

Среднюю толщину покрытия (мкм) рассчитывают по формуле

$$h_{\text{ср}} = 10\,000 (P_1 - P_2)/(Sd),$$

где P_1 и P_2 — массы детали до и после снятия покрытия, г; S — поверхность детали, см^2 (находится расчетом); d — плотность металла покрытия, $\text{г}/\text{см}^3$.

Взвешивание производят на аналитических весах с точностью до $0,0001$ г или на технических с точностью до $0,01$ г в зависимости от массы и размера детали.

При втором способе деталь сначала обезжиривают венской известью, промывают водой и погружают в раствор, в котором выдерживают до полного растворения покрытия. Затем деталь извлекают из раствора и снова промывают в воде; промывную воду присоединяют к раствору. Раствор переводят в мерную колбу и доводят объем колбы до метки. С помощью пипетки отбирают из колбы определенное количество раствора и подвергают его анализу на содержание металла покрытия в пробе по определенной методике.

Среднюю толщину покрытия (мкм) рассчитывают по формуле

$$h_{\text{ср}} = 10\,000 P / (Sd),$$

где P — масса металла покрытия в пробе по анализу, г.

Составы растворов и режимы процессов для определения толщины покрытия методом снятия приведены в табл. 1 (химическое снятие) и табл. 2 (электрохимическое снятие).

Метод снятия применяется, как правило, для очень мелких деталей (крепеж, тонкая проволока диаметром менее 1,5 мм и т. п.), конфигурация которых не позволяет применять других методов измерения. Для деталей более крупных размеров метод снятия применяют только в тех случаях, когда появляется необходимость определять не местную или не только местную, но и среднюю толщину покрытия, например для проверки точности соблюдения режима процесса. Точность данного метода $\pm 5\%$.

Разновидностью метода снятия является *кулонометрический метод* определения толщины покрытия. В этом случае покрытие снимается с подложки электролитическим способом при анодной поляризации, и количество металла в покрытии определяется по количеству электричества, необходимого для его снятия. Признаком окончания процесса снятия покрытия может служить скачок потенциала испытуемого электрода.

Предложена методика кулонометрического определения толщины серебряных электролитических покрытий, нанесенных на оловянную и бронзовую подложки [14]. Таким же способом определяют толщину тонких хромовых покрытий на стали [16]. В гальваностатических условиях анодно растворяют хромовое покрытие в 10%-ном едком натре. Конец растворения определяется по скачку потенциала, связанному с началом выделения кислорода.

В настоящее время имеются отечественные и импортные приборы, основанные на измерении толщины покрытий кулонометрическим методом. Это АСТ-1 — микрокулонометрический толщиномер.

Принцип действия прибора АСТ-1 состоит в следующем. В момент включения системы между электродами образуется некоторое падение напряжения, характерное для данного электролита тока, вида покрытия и величины контролируемой площадки на поверхности испытуемого образца. В момент обнажения основы напряжение

Таблица 1. Растворы для определения толщины покрытия методом снятия (химического)

Вид покрытия	Основной металл или металл подслоя	Компоненты раствора	Концентрация компонента	Температура раствора, °С	Способ определения
Цинковое	Сталь	Кислота серная Кислота соляная	50 г/л 17 »	18—25	
Кадмиевое	Сталь	Аммоний азотнокислый	Насыщенный раствор	18—25	
Медное	Сталь	Ангидрид хромовый Аммоний сернокислый	275 г/л 110 »	18—25	
Никелевое	Сталь	Кислота серная (плотность 1,84 г/см ³) Кислота азотная (плотность 1,41 г/см ³) Железо сернокислое закисное	1 объемная часть 2 » » 20 г/л	18—25	
Хромовое	Никель, медь и ее сплавы	Кислота соляная (плотность 1,19 г/см ³) Вода дистиллированная	1 объемная часть 1 » »	20—40	

Продолжение табл. 1

Вид покрытия	Основной металл или металл подслоя	Компоненты раствора	Концентрация компонента	Температура раствора, °С	Способ определения
Хромовое	Сталь	Кислота соляная Трехокись сурьмы	366 г/л 20 »	18—25	По разности масс
Серебряное	Сталь, медь и ее сплавы	Кислота азотная (плотность 1,41 г/см ³) Кислота серная (плотность 1,84 г/см ³)	1 объемная часть 19 объемных частей	18—25	Химический анализ на серебро
Оловянное, свинцовое, сплав олово—свинец	Сталь	Кислота борфтористоводородная (плотность 1,15 г/см ³) Перекись водорода (30%-ная) Вода дистиллированная	10 мл 2,5 » 90 »	18—25	По разности масс
Сплав медь—цинк (латунь)	Сталь	Ангидрид хромовый Аммоний сернокислый	275 г/л 110 »	18—25	По разности масс

Продолжение табл. 1

Вид покрытия	Основной металл или металл подслоя	Компоненты раствора	Концентрация компонента	Температура раствора, °С	Способ определения
Сплав олово—медь (белая бронза)	Сталь	Кислота винная (50%-ная) Кислота азотная (плотность 1,41 г/см ³)	3 объемные части 1 объемная часть	18—25	По разности масс
Оловянное	Омедненная сталь Медь и ее сплавы	Свинец уксуснокислый Натр едкий Соляная кислота (плотность 1,19 г/см ³)	80 г/л 135 » —	Кипение 18—25	
Свинцовое	Омедненная сталь	Кислота сульфаминовая Перекись водорода (30%-ная) Вода дистиллированная	150 г/л 50 мл 1000 »	50—70	По разности масс
Анодно-окисное	Алюминий и его сплавы	Кислота ортофосфорная Ангидрид хромовый	52 г/л 20 »	90—100	

П р и м е ч а н и я: 1. Раствор для снятия оловянных покрытий растворяет только слой чистого олова, железистый сплав, полученный диффузией олова в железо при оплавлении в глищерине, не растворяется. 2. Плотность пленки окиси алюминия составляет 3,42 г/см³.

Т а б л и ц а 2. Растворы для определения толщины покрытия методом электрохимического снятия

Вид покрытия	Основной металл или металл подслоя	Компоненты раствора	Концентрация	Температура раствора, °С	Плотность тока, А/дм ²	Материал катода	Способ определения
Оловянное	Сталь	Натр едкий	80 г/л	50—70	1—3	Сталь	По разности масс
Хромовое	Сталь	Натр едкий	10—20%	50—70	5—10		
Хромовое	Медь, латунь	Кислота соляная	5%	50	5—10	Свинец	
Никелевое	Медь, латунь	Натрий роданистый	100 г/л	18—25	2	Сталь	
		Натрия бисульфат	100 »				
Никелевое	Цинк и сплавы цинка	Кислота серная	70%	18—25	2	Свинец	Химический анализ
		Калий или натрий цианистый	3—15%				
Серебряное, золотое	Медь, латунь			18—25	0,2—2	Медь, латунь, сталь	

меняется скачком до величины, соответствующей образующейся между катодом и основой образца паре металлов. Измерение скачка потенциала ведется компенсационным методом.

Большим преимуществом этих приборов является то, что они позволяют определять толщину многослойных покрытий. Относительная погрешность измерения 5—7%, пределы измерения 0,1—50 мкм.

Определение толщины покрытия *капельным методом* заключается в том, что покрытие растворяется последовательно наносимыми и выдерживаемыми в течение определенного промежутка времени каплями раствора (при этом используют капельницу с внутренним диаметром капилляра 1,5—2 мм). Операцию повторяют до тех пор, пока на месте снятых фильтровальной бумагой капель не обнажится сплошной участок основного металла.

В отличие от метода снятия, позволяющего определить среднюю толщину слоя покрытия, капельный метод позволяет определить местную толщину, т. е. толщину слоя на определенном участке поверхности изделия. Этот метод имеет следующие недостатки: отдельные капли неравноценны в отношении количества растворяемого ими металла; испытание продолжается длительное время, особенно в случае покрытий с большой толщиной.

Капельный метод непригоден для измерения толщины покрытия на сложных профилированных и мелких деталях, так как капля раствора не может удержаться требуемое время на испытуемом участке и растекается. Метод, хотя и прост по технике выполнения, но дает значительные ошибки в определении толщин, особенно при тонких слоях покрытий. Неточность его объясняется тем, что на скорость растворения большое влияние оказывает анизотропность кристаллов и изменение характера граней кристаллов по мере растворения покрытия; поэтому различная структура покрытия, его пористость, качество обработки поверхности — все это значительно сказывается на результатах измерения толщины. Точность данного метода для покрытий толщиной 2 мкм и более лежит в пределах $\pm 30\%$.

Испытание производится следующим образом. Участок поверхности изделия, на котором определяют толщину покрытия, предварительно тщательно обезжиривают венской известью, окисью магния или органическими

растворителями, промывают водой и сушат фильтровальной бумагой. Детали с верхним никелевым слоем для снятия пассивной пленки после обезжиривания протирают ватой, смоченной раствором соляной кислоты (1 : 1), промывают водой и просушивают.

Если верхний слой контролируемого образца — хром, его растворяют в соляной кислоте (1 : 1), причем для ускорения начала растворения рекомендуется коснуться хромированной поверхности цинковой палочкой, затем образец промыть водой и высушить. Для снятия пассивной или фосфатной пленки пассивированные (хромированные), оцинкованные и кадмированные или фосфатированные детали перед испытанием быстро протирают ватным тампоном, обернутым марлей и смоченным раствором соляной кислоты (1 : 8), затем промывают водой и просушивают. Определение толщины лучше производить до пассивации и фосфатирования. После указанных операций на поверхность покрытий с помощью капельницы наносят одну каплю соответствующего раствора и выдерживают ее на поверхности в течение времени, указанного в табл. 3. По истечении этого времени каплю удаляют фильтровальной бумагой или ватой, насухо вытирают и на то же место наносят следующую каплю свежего раствора.

Нанесение капель продолжают до обнажения основного металла при однослойном покрытии, предыдущего слоя при многослойных покрытиях или контактно выделенного металла, что устанавливается по изменению окраски в месте нанесения капель.

Толщину покрытия (мкм) рассчитывают по формуле

$$h = (n - 0,5) h_k,$$

где n — число капель раствора, которое требуется для обнаружения сплошного участка основного металла или подслоя; h_k — толщина покрытия, снимаемая одной каплей в течение заданного времени, мкм.

Толщину никелевых покрытий, полученных из электролитов, содержащих органические сульфокислоты, определяют по формуле

$$h = 0,8 (n - 0,5) h_k.$$

Для определения толщины покрытий на мелких деталях, а также на пружинах с диаметром проволоки менее

0,5 мм контролируемые участки рационально погружать в капли раствора, нанесенного на стекло. Составы растворов, применяемых при капельном методе, а также значение коэффициента h_k для разных температур приводятся в табл. 3 и 4.

Струйный метод так же, как и капельный, предназначен для определения местной толщины покрытий на поверхностях, площадь которых не менее 0,3 см². Метод струи не применяют для деталей, профиль которых препятствует стеканию раствора. Толщина покрытия струйным методом определяется по продолжительности действия раствора, подаваемого с определенной скоростью на поверхность контролируемой детали.

Существует два варианта струйного метода: струйно-периодический, когда расчет толщины покрытия производят по времени, затраченному на растворение покрытия, и струйно-объемный, при котором толщина покрытия рассчитывается по объему раствора, израсходованного на растворение покрытия.

Струйно-периодический вариант может быть выполнен методом прямого наблюдения или электроструйным нуль-методом.

При измерении применяют установку (рис. 1), состоящую из капельной воронки 5 с краном 6. К нижнему концу воронки при помощи резиновой трубки 7 присоединяют капиллярную трубку 8, из которой должен подаваться раствор на поверхность образца 9. Капиллярная трубка представляет собой толстостенную стеклянную (барометрическую) трубку длиной 120 ± 5 мм с внутренним диаметром 1,5—2 мм. Капиллярную трубку калибруют таким образом, чтобы при полном открывании крана 6 при постоянном давлении и температуре 18—20°С

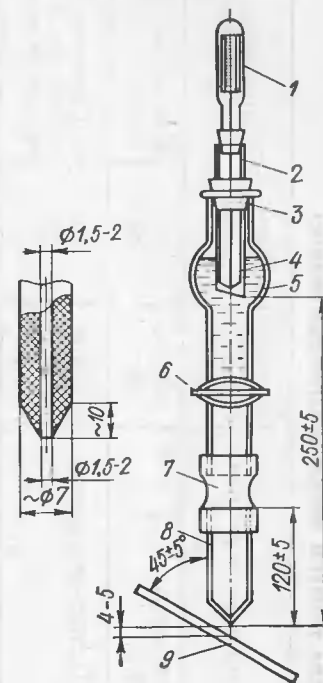


Рис. 1. Схема установки для струйно-периодического метода

Т а б л и ц а 3. Растворы для определения толщины покрытий капельным методом

Вид покрытия	Основной металл или металл подслоя	Компоненты раствора	Концентрация компонента	Время выдержки одной капли, с	Признак окончания измерения
Цинковое Кадмиевое	Сталь, медь и ее сплавы	Калий йодистый Йод	200 г/л 100 »	60 30	Появление основного металла
Медное	Сталь, никель	Серебро азотнокислое	44 г/л	60	Появление темного пятна на стали или блеского на никеле
Никелевое	Сталь, медь и ее сплавы	Железо хлорное Медь сернокислая	300 г/л 100 »	30	Появление розового пятна
Серебряное	Медь и ее сплавы	1. Калий йодистый Йод	400 г/л 180 »	60	Появление основного металла
		2. Натрий серноватистокалиевый (тиосульфат натрия) Вода дистиллированная	300 г 1000 мл	30	
Оловянное	Сталь, медь и ее сплавы	Железо хлорное Медь сернокислая Кислота соляная 1 н.	50 г/л 50 » 150 мл/л	30	Появление розового пятна

Продолжение табл. 3

Вид покрытия	Основной металл или металл подслоя	Компоненты раствора	Концентрация компонента	Время выдержки одной капли, с	Признак окончания измерения
Сплав олово—свинец (ПОС)	Сталь, медь и ее сплавы	Кислота борфтористоводородная (плотность 1,15 г/см ³) Перекись водорода (30%-ная) Дистиллированная вода	10 мл 2,5 » 90 »	30	Появление основного металла
Хромовое	Сталь, никель	Кислота соляная	325 г/л	См. примечание 3	Появление темного пятна
Латунное	Сталь	Серебро азотнокислое	44 г/л	30	Появление желтого пятна

П р и м е ч а н и я: 1. При измерении толщины серебряных покрытий наносят каплю 1-го раствора и выдерживают в течение 60 с, после чего ее удаляют фильтровальной бумагой, затем на то же место наносят каплю 2-го раствора, выдерживают его в течение 30 с и удаляют фильтровальной бумагой. Операции повторяют до обожжения основного металла или металла подслоя. При расче толщины покрытия учитывают только количество капель 1-го раствора, так как 2-й раствор является дополнительным, применяемым с целью удаления йодида серебра, образующегося в процессе растворения серебра. 2. При определении никелевых покрытий толщиной менее 3 мкм время выдержки одной капли сокращают до 15 с. 3. При испытании хромовых покрытий капли раствора выдерживают в течение 15 с для краткой тощной до 1 мкм, 30 с — для покрытий менее 2 мкм и 60 с — более 2 мкм. 4. При испытании латунных покрытий необходимо следить, чтобы капли контактно выделившегося серебра были полностью удалены. 5. На покрытия никелем, полученные химическим способом, капельный метод не распространяется.

Т а б л и ц а 4. Значения коэффициента $k_{\text{из}}$ при определении толщины покрытий капельным методом

Температура Раствора, °С	Толщина слоя покрытия (мкм), растворяемая одной каплей														
	цинкового		медного		никелевого		хромового		латунного		серебряного		сплава олово—свинец ПОС-40		
	60	30	60	30	60	30	60	30	60	30	60	30	60	30	
12	0,87	0,83	0,55	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,68	0,53
13	0,91	0,85	0,57	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,70	0,54
14	0,96	0,87	0,59	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,72	0,55
15	1,01	0,89	0,61	—	—	—	—	—	1,17	—	—	—	—	0,73	0,56
16	1,05	0,93	0,63	—	—	—	—	—	1,19	—	—	—	—	0,75	0,57
17	1,09	0,97	0,65	—	—	—	—	—	1,20	—	—	—	—	0,77	0,57
18	1,14	1,01	0,67	1,08	—	—	—	—	1,22	2,70	—	—	—	0,79	0,58
19	1,18	1,05	0,69	1,14	—	—	—	—	1,23	2,78	—	—	—	0,81	0,58
20	1,24	1,08	0,70	1,20	—	—	—	—	1,25	2,85	—	—	—	0,83	0,59
21	1,27	1,11	0,71	1,26	—	—	—	—	1,26	2,90	—	—	—	0,84	0,60
22	1,32	1,14	0,72	1,32	—	—	—	—	1,27	2,95	—	—	—	0,86	0,60
23	1,36	1,16	0,73	1,38	—	—	—	—	1,28	3,00	—	—	—	0,88	0,61
24	1,40	1,18	0,74	1,44	—	—	—	—	1,29	3,05	—	—	—	0,90	0,62
25	1,45	1,20	0,75	1,50	—	—	—	—	1,30	3,10	—	—	—	0,92	0,63
26	1,52	1,21	—	1,56	—	—	—	—	1,30	3,14	—	—	—	0,94	0,63
27	1,59	1,23	—	1,62	—	—	—	—	1,30	3,18	—	—	—	0,96	0,64
28	1,66	1,24	—	1,74	—	—	—	—	1,30	3,22	—	—	—	0,97	0,65
29	1,73	1,25	—	1,86	—	—	—	—	1,30	3,26	—	—	—	0,99	0,65
30	1,80	1,26	—	1,98	—	—	—	—	1,30	3,30	—	—	—	1,03	0,66

Примечания: 1. Толщина слоя кадмиевого покрытия, снимаемая за 30 с при температурах 12—30° С, равна 1,2 мкм; оловянного — 0,55 мкм. 2. При толщине никелевого покрытия менее 3 мкм одна капля при температуре 18° С снимает за 15 с слой толщиной 0,3 мкм. 3. Величина снимаемого слоя покрытия представляла для никелевых покрытий, полученных из сернокислых электролитов; медных — из сернокислых и цианстых; цинковых — из аммиачных и цианстых; кадмиевых — из сернокислых и цианстых; оловянных — из кислых и щелочных; серебряных — из цианстых и роданистосеребряных; покрытий сплавом олово—свинец — из борфтористоводородных электролитов.

за 30 с из воронки вытекало $10 \pm 0,1$ мл дистиллированной воды. Постоянное давление устанавливают посредством стеклянной трубки 4, вставленной через пробку 3 в горлышко воронки и имеющей отверстие 2 для воздуха, поступающего в воронку. Нижний конец стеклянной трубки должен находиться в растворе в постоянном положении на расстоянии 250 ± 5 мм от конца капиллярной трубки 8. В трубку вставлен термометр 1.

Подготовку прибора для измерения производят следующим образом: воронку 5 на три четверти наполняют приготовленным раствором, открывают кран воронки и заполняют капиллярную трубку 8. Закрывают кран. Горлышко воронки закрывают резиновой пробкой 3. Открывают вновь кран и дают возможность раствору вытекать из воронки до тех пор, пока не начнется равномерное засасывание пузырьков воздуха в воронку через трубку 4, что указывает на установившееся в ней постоянное давление. Для удаления пузырьков воздуха из резиновой соединительной трубки и капиллярной соединительную трубку 7 сжимают при открытом кране. Перед началом работы проверяют скорость истечения раствора из капиллярной трубки.

Подготовленный описанным образом прибор укрепляют с помощью штатива так, чтобы конец капиллярной трубки был расположен на расстоянии 4—5 мм от испытуемой поверхности и чтобы угол между осью капилляра и поверхностью детали или касательной к этой поверхности для криволинейной поверхности) составлял $45 \pm 5^\circ$. Чтобы избежать растекания и разбрызгивания раствора, к детали как можно ближе к месту испытания приставляют стеклянную палочку, по которой использованный раствор должен стекать в приемник.

Перед началом измерения отмечают температуру раствора, а в момент открывания крана одновременно включают секундомер; через некоторое время кран закрывают, секундомер останавливают и смотрят, не изменилась ли окраска поверхности в месте падения струи. Если окраска не изменилась, то кран открывают снова и включают секундомер. Так поступают до тех пор, пока в месте падения струи не появится признак окончания измерения.

Растворы, применяемые для измерений, и признаки окончания измерения приведены в табл. 5.

Т а б л и ц а 5. Растворы для определения толщины покрытий струйным методом

Вид покрытия	Основной металл или металл подслоя	Компоненты раствора	Концентрация компонента	Признак окончания измерения
Цинковое	Сталь	Аммоний азотнокислый Медь сернокислая Кислота соляная 1 н.	70 г/л 7 » 70 мл/л	Появление розового пятна
Кадмиевое	Сталь, медь и ее сплавы	Аммоний азотнокислый Кислота соляная	17,5 г/л 17,5 »	Появление основного металла
Медное	Сталь Цинковый сплав Никель	Железо хлорное Медь сернокислая	300 г/л 100 »	Появление розового пятна Появление черного пятна Появление белого пятна
Никелевое	Сталь Медь и ее сплавы			Появление розового пятна Появление розового или желтого пятна
Хромовое	Никель	Кислота соляная (плотность 1,19 г/см ³)	220 мл/л	Появление белого пятна
	Сталь	Кислота серная (плотность 1,84 г/см ³) Железо хлорное Медь сернокислая Спирт этиловый	100 мл/л 60 г/л 30 » 100 мл/л	Появление розового пятна
Серебряное	Медь и ее сплавы, никель	Калий йодистый Йод	250 г/л 7,5 »	Появление основного металла

Вид покрытия	Основной металл или металл подслоя	Компоненты раствора	Концентрация компонента	Признак окончания измерения
Медное, сплав медь — цинк (латунь)	Сталь	Железо хлорное Кислота соляная (плотность 1,19 г/см ³) Кислота уксусная (ледяная) Сурьма треххлористая	150 г/л 150 мл/л 250 » 31 г/л	Появление черного пятна
Свинцовое	Сталь Медь Латунь	Кислота метанитробензойная Калий азотнокислый Натр едкий	36 г/л 72 » 53 »	Появление блестящего пятна Появление красного пятна Появление желтого пятна
Оловянное	Сталь, медь и ее сплавы	Железо хлорное Медь сернокислая Кислота соляная (плотность 1,19 г/см ³)	15 г/л 30 » 60 мл/л	Появление нестираемого розового пятна
Сплав олово — свинец	Медь и ее сплавы	Кислота борфтористоводородная	142 г/л	Появление основного металла

Примечания: 1. При определении толщины хромового покрытия перед началом измерения для разрушения пассивного слоя следует коснуться поверхности детали цинковой палочкой, смоченной применяемым раствором. 2. В случае затруднений в определении конца растворения медных покрытий на стали после появления блестящего розового пятна контактно выделывшейся меди или незадолго до конца растворения покрытия (до появления темного пятна) на испытуемый участок периодически наносят из пипетки каплю 1,5%-ного раствора треххлористой сурьмы в соляной кислоте (1 : 1). Признаком окончания растворения покрытия является появление темного пятна через 2—3 с после нанесения раствора. До нанесения капли раствора и перед продолжением испытания струей испытуемый участок протирают фильтровальной бумагой. 3. Снятие пленки йодистого серебра, образующейся при растворении серебряного покрытия, производят раствором тиосульфата натрия (300 г/л). После удаления капли раствора для испытания пожелтевшую поверхность протирают ватным тампоном, смоченным раствором тиосульфата натрия, а затем фильтровальной бумагой. 4. При определении толщины покрытия сплавом олово — свинец применяется пропускание через покрытие тока силой в 10 мА. Установка для пропускания тока аналогична применяемой при электроструйном методе измерения толщины покрытия. 5. На никелевые покрытия, полученные химическим путем, струйный метод не распространяется.

При последующих измерениях, когда известно примерное количество секунд, в течение которых растворяется покрытие данной толщины, перерывы в измерении делают возможно реже. Число секунд, в течение которых действует струя, суммируют. При измерении толщины многослойных покрытий отдельно отмечают время, затраченное на растворение каждого слоя покрытия, и ведут подсчет толщины, как указано ниже. После работы прибор промывают и наполняют дистиллированной водой.

Толщину покрытия h (мкм) определяют по формуле

$$h = h_i t,$$

где h_i — толщина покрытия, снимаемая за 1 с, мкм; t — время, затраченное на растворение покрытия, с.

Величина h_i для различных покрытий приведена в табл. 6.

При расчете толщины в формулу вводят поправочные коэффициенты в виде множителя для медных покрытий из цианистых электролитов — 1,35; кадмиевых из сернокислых электролитов — 0,7; хромовых блестящих из сернокислых электролитов — 1,09; хромовых блестящих из саморегулирующихся электролитов — 1,2; хромовых матовых из саморегулирующихся электролитов — 1,04 и хромовых матовых из тетрахроматных электролитов — 1,3.

При расчете толщины никелевых покрытий из электролитов с блескообразующими добавками в формулу вводят коэффициенты, представленные в табл. 7. За результат измерения принимают среднеарифметическое трех измерений. Точность измерения при струйно-периодическом методе (способ прямого наблюдения) для покрытий толщиной 2 мкм и более находится в пределах $\pm 10\%$.

В отличие от способа прямого наблюдения, при котором признаком окончания процесса измерения служит изменение цвета металла под действием струи раствора, при *электроструйном нуль-методе* окончание процесса измерения толщины покрытия определяется по гальванометру.

При измерении применяют установку (рис. 2), аналогичную описанной ранее (рис. 1), за исключением того, что в пробку 3, закрывающую воронку 5, вставлена вторая стеклянная трубка 10, в закрытый конец которой впаивана платиновая проволока 11. Нижний конец стеклянной

трубки должен находиться в растворе в постоянном положении на расстоянии 250 ± 5 мм от конца капиллярной трубки 9. Платиновую проволоку и испытуемый образец подключают к электрической схеме, в которую входят: источник тока 13 (аккумуляторная батарея или батарея сухих элементов на 3 В); гальванометр 16 (нуль-прибор); сопротивление 14 непроволочное постоянное типа ВС на 10 кОм; сопротивление 15 непроволочное переменное типа СП на 22 кОм; выключатель 12. Испытуемый образец должен быть электрически изолирован от металлического штатива.

Подготовку прибора производят так же, как в предыдущем случае. При измерении включают электрическую схему, одновременно открывают кран 6 и включают секундомер, затем останавливают секундомер и закрывают кран в момент отклонения стрелки прибора, которое происходит при растворении покрытия и появлении основного металла или подслоя.

Результаты измерений обрабатывают аналогично варианту струйно-периодического метода с прямым наблюдением.

Сущность *струйно-объемного метода* заключается в определении объема раствора, израсходованного на растворение покрытия под действием струи, вытекающей из бюретки с определенной скоростью ($10 \pm 0,5$ мл в течение 30 с) и падающей на поверхность детали под углом 45° .

При измерении применяют установку, состоящую из бюретки вместимостью 50 мл с ценой деления 0,1 мл со

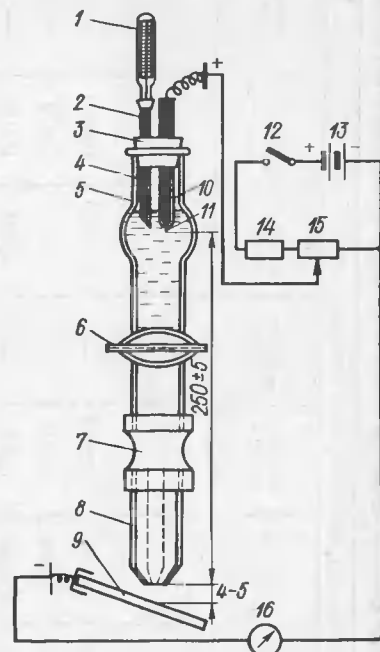


Рис. 2. Схема установки для струйно-периодического (электроструйного) метода:

1—9 по рис. 1; трубка 11 — платиновая проволока; 12 — выключатель; 13 — источник тока; 14, 15 — сопротивления; 16 — гальванометр

Таблица 6. Значения h_f (мкм) при определении толщины покрытий струйно-периодическим методом

Температура, °С	Толщина слоя покрытия, растворяемая за 1 с									
	цинково-вогo	кадмиево-вогo	медного	медного*	никелево-вогo	хромо-вогo	серебря-вогo	сплава медь—цинк	свинцово-вогo	оловяного**
10	0,493	0,180	—	—	—	—	—	—	—	—
11	0,500	0,185	—	—	—	—	—	—	—	—
12	0,515	0,190	0,538	0,443	0,236	—	—	0,443	—	—
13	0,530	0,195	0,568	0,470	0,262	—	—	0,470	—	0,909
14	0,542	0,201	0,602	0,498	0,294	—	—	0,498	—	0,930
15	0,560	0,207	0,641	0,526	0,333	0,094	—	0,526	—	0,952
16	0,571	0,211	0,685	0,560	0,376	0,101	—	0,560	—	0,976
17	0,589	0,217	0,735	0,594	0,424	0,109	—	0,594	—	1,000
18	0,610	0,223	0,794	0,629	0,467	0,120	—	0,629	—	1,026
19	0,630	0,229	0,862	0,664	0,493	0,131	—	0,664	0,907	1,053
20	0,645	0,235	0,926	0,699	0,521	0,139	—	0,699	0,980	1,081
21	0,670	0,241	0,980	0,734	0,546	0,147	—	0,734	1,020	1,111
22	0,690	0,247	1,042	0,768	0,575	0,156	—	0,768	1,058	1,143

Продолжение табл. 6

Температура, °С	Толщина слоя покрытия, растворяемая за 1 с									
	цинково-вогo	кадмиево-вогo	медного	медного*	никелево-вогo	хромо-вогo	серебря-вогo	сплава медь—цинк	свинцово-вогo	оловяного**
23	0,715	0,253	1,099	0,802	0,606	0,164	0,431	0,802	1,087	1,176
24	0,740	0,260	1,163	0,836	0,641	0,169	0,439	0,836	1,124	1,212
25	0,752	0,265	1,220	0,870	0,671	0,174	0,450	0,870	1,149	1,250
26	0,775	0,272	1,266	—	0,709	—	—	—	1,176	1,290
27	0,790	0,279	1,333	—	0,741	—	—	—	1,205	1,333
28	0,808	0,286	1,389	—	0,769	—	—	—	—	—
29	0,824	0,294	1,429	—	0,800	—	—	—	—	—
30	0,833	0,302	1,471	—	0,833	—	—	—	—	—

Примечания: 1. Величина h_f представлена для никелевых покрытий, полученных из сернокислых электролитов; медных — из сернокислых и сернокислых с подслоем меди, полученных из цинковых электролитов; кадмиевых — из цианистых электролитов; цинковых — из цианистых, сернокислых, аммиачных и цинковых электролитов. В случае электроструйного варианта h_f может быть использовано для никелевых покрытий, полученных из сернокислых и боратных электролитов; медных — из сернокислых и цианистых; хромо- и серебристых — из сернокислых и цианистых; роданистосинеродистых; латунных — из цианистых электролитов.

* Раствор, содержащий треххлористую сурьму.

** Для сплава олово—свинец при 10 мА и 18—25° С $h_f = 0,11$.

Т а б л и ц а 7. Поправочные коэффициенты для блестящих никелевых покрытий при определении их толщины струйно-периодическим методом

Интервал времени, с	Поправочные коэффициенты для покрытий из никелевых электролитов с блескообразующими добавками			
	1,4-бутиндиола	кумарина и п-толуолсульфамнда	натриевой соли 2,6—2,7-нафталиндисульфокислоты и формалина	натриевой соли 2,6—2,7-нафталиндисульфокислоты
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	—

стеклянным краном, к которому при помощи резиновой трубки присоединяют капиллярную трубку. Капиллярную трубку калибруют таким образом, чтобы при полном открывании крана за 30 с, при температуре 18—20° С из бюретки вытекало $10 \pm 0,1$ мл дистиллированной воды. При измерении фиксируют температуру раствора, открывают полностью кран бюретки, пускают струю раствора. Через некоторое время кран закрывают и смотрят, не изменилась ли окраска поверхности в месте падения струи. Если окраска не изменилась, то кран снова открывают, и так поступают до тех пор, пока окраска поверхности в месте падения струи не изменится.

Растворы, применяемые для измерения, и признаки конца измерения указаны в табл. 5. При измерении многослойных покрытий отдельно отмечают объем, затраченный на растворение каждого слоя покрытия; объемы раствора, затраченные на растворение покрытия, суммируют и подсчет толщины h (мкм) ведут следующим образом:

$$h = h_v V,$$

где h_v — толщина покрытия, растворяемая 1 мл раствора, мкм (табл. 8); V — объем раствора, затраченный на определение толщины, мл.

За результат измерения принимают среднеарифметическое трех измерений.

Т а б л и ц а 8. Значения h_v (мкм) при определении толщины покрытий, растворяемая 1 мл раствора

Температура, °С	Толщина слоя покрытия, растворяемая 1 мл раствора						
	цинкового	кадмиевого	медного	медного *	никелевого	латунного	оловянного
10	—	—	—	—	—	1,587	—
11	1,465	0,886	2,268	1,777	0,995	1,682	—
12	1,501	0,900	2,370	1,872	1,091	1,777	2,778
13	1,540	0,914	2,481	1,967	1,211	1,872	2,825
14	1,597	0,929	2,604	2,062	1,355	1,967	2,882
15	1,610	0,943	2,747	2,173	1,510	2,062	2,941
16	1,645	0,957	2,915	2,284	1,681	2,173	2,994
17	1,688	0,971	3,115	2,396	1,832	2,284	3,058
18	1,740	0,986	3,344	2,507	1,908	2,396	3,125
19	1,776	1,000	3,546	2,618	1,996	2,507	3,185
20	1,845	1,014	3,717	2,726	2,070	2,618	3,257
21	1,895	1,029	3,906	2,834	2,151	2,726	3,333
22	1,945	1,043	4,065	2,941	2,242	2,834	3,401
23	1,990	1,057	4,255	3,048	2,347	2,941	3,484
24	2,033	1,071	4,425	3,155	2,433	3,048	3,571
25	2,080	1,086	—	—	2,520	3,155	3,650
26	2,126	1,100	—	—	2,620	—	—
27	2,173	1,114	—	—	2,720	—	—
28	2,219	1,129	—	—	2,820	—	—
29	2,266	1,143	—	—	2,920	—	—
30	—	—	—	—	—	—	—

Примечание. Величина h_v представлена для никелевых покрытий из сернокислых электролитов; медных — из сернокислых; кадмиевых — из цианстых; цинковых — из цианстых, сернокислых, аммиачных и цинк-цинковых тропных.

* Раствор содержит треххлористую сурьму.

Таблица 9 Поправочные коэффициенты для блестящих никелевых покрытий при определении их толщины струйно-объемным методом

Интервал объемов, мл	Поправочные коэффициенты для покрытий, полученных из никелевых электролитов с блескообразующими добавками			
	1,4-бутидиола	кумарина и п-толуолсульфамида	натриевой соли 2,6—2,7-нафталидасульфокислоты и формалина	натриевой соли 2,6—2,7-нафталидинсульфокислоты
0—6,7	1,2	1,6	1,3	1,5
6,7—13,4	1,1	1,4	1,0	1,4
13,4—26,8	1,0	1,3	0,9	1,3
26,8—33,3	0,9	1,2	0,8	—

При расчете толщины в формулу вводят поправочные коэффициенты в виде множителя для кадмиевых покрытий из сернокислых электролитов — 0,7; для медных покрытий из цианистых электролитов — 1,35; при расчете толщины никелевых покрытий, полученных из электролитов с блескообразующими добавками, в формулу расчета вводят коэффициенты, указанные в табл. 9; для всех остальных случаев — 1.

Максимальное отклонение при струйно-объемном варианте при толщинах покрытия более 2 мкм (цинка, кадмия и никеля — до 30 мкм, меди — до 50 мкм) лежит в пределах $\pm 15\%$.

Физические методы. К группе физических разрушающих методов относятся: микроскопический, метод хорды и спектральный. При использовании этих методов разрушению подвергается как покрытие, так и материал основы. Указанные методы являются лабораторными и могут быть рекомендованы только для выборочного контроля в специальных условиях.

Микроскопический метод основан на определении толщины покрытия на поперечном шлифе при увеличении и применим для определения местной толщины однослойных и многослойных электролитических и анодизационных покрытий главным образом как арбитражный. Этот метод заключается в измерении с помощью микроскопа толщины покрытия на поперечном срезе детали. Допу-

скается применение металлографических микроскопов всех типов. Рекомендуемые увеличения: 500—1000-кратное для покрытий толщиной до 20 мкм, 100—200-кратное для покрытий толщиной более 20 мкм.

Для измерения толщины покрытия изготавливают шлиф с поперечным разрезом покрытия (поперечный шлиф). Последующие операции для получения микрошлифа складываются из шлифования, полирования и травления. Для предотвращения отслаивания покрытия, а также во избежание завала кромок деталь покрывают слоем другого металла толщиной не менее 20—30 мкм, который должен обладать достаточной твердостью, прочностью сцепления с металлом покрытия, а также должен отличаться от него по цвету. Кроме того, выбранный защищающий слой должен по возможности электрохимически мало отличаться от измеряемого слоя: например, при определении толщины никелевых или цинковых покрытий медное покрытие можно нанести сначала из цианистого электролита (толщиной 2—5 мкм), а затем из кислого (не менее 15—20 мкм). Для защиты медных покрытий применяют никель. Окисные пленки на алюминии и его сплавах, а также хромовые покрытия не покрывают защитным слоем. Иногда для предотвращения завала кромок, а также в целях увеличения опорной поверхности шлифов вместо осажденных гальваническим способом защитных покрытий применяют заливку образца легкоплавкими металлическими сплавами (например, сплав Гутри, Вуда, Розе, третник и др.) или органическими соединениями (оргстекло, полистирол и др.).

Срез должен быть отшлифован и отполирован известным способом с применением последовательно все более и более тонких абразивов — крупный напильник, бархатный напильник, наждачная бумага от крупнозернистой к мелкозернистой [17]. Во избежание смазывания металлов обработку шлифа следует вести под углом 45° к покрытию, а не вдоль и поперек покрытия. Переходить к следующей стадии шлифования можно только тогда, когда следы предыдущей окончательно стерлись.

Окончательная отделка шлифа — полирование — производится на мягком сукне или авиационном войлоке (кордном фетре), натянутом на диски. Для твердых покрытий частота вращения диска составляет обычно 700—750 об/мин; для мягких покрытий — 250. Полирование

Т а б л и ц а 10. Составы для травления шлифов при определении толщины покрытий микроскопическим методом

Вид покрытия	Основной металл или металл подслоя	Компоненты раствора	Концентрация компонента	Металл, подвергаемый травлению
Цинковое, кадмиевое, никелевое	Сталь, цинк и его сплавы	Ангидрид хромовый Натрий сернокислый	200 г/л 15 г/л	Кадмий и цинк
Никелевое	Медь и ее сплавы, медный подслоя на стали, цинке и его сплавах	Аммиак водный (плотность 0,9 г/см ³) Перекись водорода 3%-ная	1 объемная часть 1 объемная часть	Медь
Никелевое, хромовое	Сталь	Кислота азотная (плотность 1,41 г/см ³) Спирт этиловый	5 мл/л 95 мл/л	Сталь
Никелевое, медное, серебряное	Алюминий	Кислота фтористоводородная (плотность 0,99 г/см ³) Вода дистиллированная	0,5 мл/л 99,5 мл/л	Алюминий
Серебряное	Сталь медь и ее сплавы	Аммиак водный, (плотность 0,9 г/см ³) Перекись водорода 3%-ная Вода дистиллированная	60 мл/л 15 мл/л 25 мл/л	Серебро
Оловянное	Сталь	Кислота пикриновая Спирт этиловый	4 г/л 96 г/л	Сталь

Продолжение табл. 10

Вид покрытия	Основной металл или металл подслоя	Компоненты раствора	Концентрация компонента	Металл, подвергаемый травлению
Оловянное	Медь и ее сплавы	Аммиак водный (плотность 0,9 г/см ³) Перекись водорода 3%-ная	1 объемная часть 1 объемная часть	Медь
Свинцовое	Сталь	Железо хлорное Кислота соляная (плотность 1,19 г/см ³) Вода дистиллированная	10 г/л 2 мл/л 95 »	Сталь

рекомендуется производить с применением паст ГОИ, при этом продолжительность обработки шлифа следующая: грубой — 7—10 мин; средней — 4—7 мин; тонкой — 1—3 мин. После механического обычно применяют электрополирование.

Для получения наибольшего контраста между покрытием и смежными металлами применяется травление или электротравление шлифа. Рекомендуемые составы растворов для травления шлифов представлены в табл. 10. Перед травлением, а также после него шлифы необходимо промывать водой и высушить спиртом и фильтровальной бумагой. Подготовленные таким образом шлифы могут быть применены для определения толщины покрытия.

Микроскоп для измерения подготавливают согласно инструкции к прибору. Производят не менее трех измерений по всей длине шлифа. За результат измерения принимают среднеарифметическое трех измерений.

Вследствие трудоемкости данный метод не может быть рекомендован для осуществления текущего цехового контроля, он может быть использован для проверки равномерности покрытия и изучения структуры электролитических покрытий.

Метод хорды и спектральный сложны по исполнению, дают относительно большие погрешности в результатах и не могут быть рекомендованы для широкого практического использования. Их подробное описание можно найти в специальной литературе [18].

2. НЕРАЗРУШАЮЩИЕ (ФИЗИЧЕСКИЕ) И ДРУГИЕ МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ТОЛЩИНЫ СЛОЯ

К физическим методам контроля толщины слоя электролитических покрытий, не связанных с разрушением изделия и покрытия, относятся метод прямого измерения, измерения масс, магнитные, радиоактивный, а также различные оптические методы (поляризационный, интерференционный, метод определения по цвету окраски покрытия, метод светового сечения, теневого сечения и др.).

Метод прямого измерения. Сущность этого метода заключается в измерении размеров изделия до и после покрытия. Измерение производится с помощью микрометра или оптиметра. Микрометр позволяет измерять только покрытия значительной толщины, так как погрешность измерений достигает ± 10 мкм. Иногда применяют одновременную завеску пробного катода, на котором происходит осаждение покрытия при тех же условиях, что и на изделии. После конца электролиза покрытие с пробного катода сдирают и производят измерение его толщины микрометром. Для этой цели обычно применяют полированную пластинку из нержавеющей стали, алюминия, титана или наносят разделительный слой.

Метод измерения масс. Он заключается во взвешивании детали до и после покрытия. Этот метод применим только для мелких изделий, которые могут быть взвешены и измерены с достаточной степенью точности.

Расчет толщины покрытия может быть произведен по формуле: $h_{\text{ср}} = 10\,000P/(Sd)$.

Прибыль в массе на 1 г металла на 1 дм² поверхности соответствует следующей толщине покрытий (мкм):

Цинк	14,3	Хром	15,4
Кадмий	11,6	Олово	13,7
Медь	11,2	Серебро	9,5
Никель	11,5	Золото	5,1

Магнитные методы. Основными магнитными методами, применяемыми для измерения толщины покрытий, являются отрывной, индукционный и метод вихревых токов.

Отрывной магнитный метод основан на измерении силы отрыва магнита от поверхности испытываемой детали. Приборы, основанные на магнитном методе измерения толщины покрытий, разделяются: на приборы с постоянными магнитами, сила отрыва от детали (или притяжения) которых измеряется при помощи пружинных динамометров; приборы с электромагнитами, сила отрыва от детали которых измеряется по изменению тока намагничивания.

Метод следует применять для контроля толщины покрытий непосредственно в производственных условиях при серийном и массовом выпуске изделий, в случае, когда идут однотипные детали из ферромагнитного материала с более или менее постоянными магнитными свойствами. Этот метод рекомендуется применять для измерения немагнитных покрытий на ферромагнитной основе или же в случае резкого различия их магнитных свойств.

Измеренная сила притяжения магнита является функцией толщины покрытия. При ферромагнитных покрытиях (никель или железо) на немагнитном основном металле сила притяжения магнита увеличивается с ростом толщины покрытия; при немагнитных или никелевых покрытиях по стали сила притяжения магнита уменьшается с возрастанием толщины покрытия. Толщину покрытия на испытуемых деталях определяют по эмпирическим градуировочным кривым, построенным для данного прибора по специальным эталонам с известной толщиной слоя покрытия.

Толщиномеры, основанные на магнитном отрывном методе, просты по конструкции, большинство из них портативны. Некоторые из них освоены отечественной промышленностью (толщиномер конструкции Н. С. Акулова, ИТП-5); имеются также приборы карандашного типа. Пределы измерения этими приборами 0—50 мкм. Наибольшая погрешность измерения достигает $\pm 10\%$; продолжительность измерения 5—6 с.

В условиях крупносерийного и массового производства, когда покрытию подвергаются однотипные детали с однородными свойствами и технологической подготов-

кой, приборы, основанные на магнитном отрывном методе, являясь по сравнению с другими наиболее компактными, могут быть рекомендованы для производства контроля покрытий непосредственно в цеховых бюро.

Индукционный магнитный метод основан на измерении магнитного потока, проходящего в сердечнике электромагнита. Толщина магнитного потока так же, как и сила притяжения магнита, зависит от толщины покрытия. При контроле толщины немагнитного покрытия на крупных стальных деталях с различными магнитными свойствами целесообразно применение приборов, основанных на изменении магнитного потока в цепи.

Приборы, основанные на индукционном методе измерения толщины покрытий, можно разделить на две группы:

1) приборы, конструктивно приспособленные для автоматизированного контроля, что чрезвычайно важно в современных условиях серийного выпуска деталей;

2) приборы для неавтоматизированного контроля.

К индукционным приборам относится прибор ТПО, при помощи которого можно вести автоматизированный контроль толщины покрытий на мелких деталях в условиях их массового производства. Он предназначен для измерения толщины немагнитных и слабомагнитных (никелевых) покрытий на изделиях, изготовленных из ферромагнитных материалов.

Наиболее широко распространены и выпускаются серийно приборы типа МИП (МИП-10) и МТ. Для стали имеется толщиномер ТС-1. Эти приборы имеют датчики переносного типа, позволяющие измерять толщину покрытия на разнообразных деталях, а также на труднодоступных участках и в отверстиях. Компенсация влияния магнитных свойств, формы и габаритных размеров деталей на показания приборов достигается установкой нуля по непокрытой детали, подобной контролируемой.

Сущность *метода вихревых токов* сводится к следующему. Если изделие из металла поместить в переменное электромагнитное поле, создаваемое катушкой индуктивности, то в поверхностном слое изделия появляются вихревые токи, поле которых, взаимодействуя с полем катушки, приводит к изменению ее полного сопротивления. Величина этого изменения зависит от размеров, конфигурации, качества поверхности изделия и электрофизических свойств материалов покрытия и изделия, от кон-

структивного исполнения прибора. Измеряя полное сопротивление катушки датчика с помощью специальных измерительных и усилительных схем, можно контролировать параметры изделия, в частности толщину покрытия.

Приборами, основанными на методе вихревых токов, наиболее целесообразно контролировать толщину немагнитных металлических, слабомагнитных (никелевых) и неметаллических покрытий, нанесенных на немагнитные металлы, и немагнитных металлических покрытий, нанесенных на неметаллы (диэлектрики). Особенно хорошие результаты получены при применении этого метода для определения толщины серебряных покрытий на бронзе.

Радиоактивный метод. Определение толщины покрытия этим методом основано на обратном рассеянии (отражении) β -излучения. Мерой интенсивности отраженного (рассеянного) излучения служит ток, возникающий в ионизационной камере. С увеличением толщины основного металла изделия интенсивность отраженного β -излучения (ионизационный ток) растет сначала линейно, затем рост начинает замедляться и наступает насыщение. Значение толщины насыщения определяется физической природой отражателя и энергией излучения. При увеличении атомного номера отражателя интенсивность отраженного излучения также увеличивается.

Для использования отраженного β -излучения требуется наличие трех условий:

1) толщина детали должна быть больше толщины насыщения;

2) толщина покрытия должна быть меньше толщины насыщения;

3) атомный номер металла покрытия должен отличаться от атомного номера металла основы не менее, чем на 2—3.

Отечественной промышленностью выпускается isotопный β -микрометр, применяемый в основном для измерения толщины покрытий драгоценными металлами. Имеются также импортные приборы («Бетаметр» и «Бетаскоп»). Пределы измерения приборами, выпускаемыми отечественной промышленностью, достигают 0—100 мкм.

Достоинствами этого метода являются: возможность контроля покрытия без контакта с поверхностью детали, длительный срок службы датчиков, возможность автоматизации процесса контроля.

Оптические методы. Эти методы рекомендуются применять в основном для измерения толщин тонкослойных покрытий, обладающих хорошими оптическими свойствами и нанесенных на хорошо подготовленные поверхности подложки. При этом определение толщины пленок во многом зависит от точности установления показателя преломления света прозрачными средами.

В специальной литературе и некоторых руководящих материалах упоминается целый ряд оптических методов, пригодных для контроля толщины покрытий: поляриза-

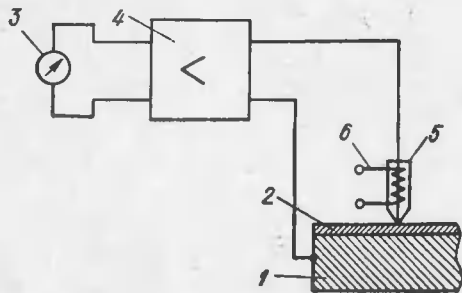


Рис. 3. Принципиальная схема термоэлектрического метода:

1 — основа; 2 — металлическое покрытие; 3 — электроизмерительный прибор; 4 — усилитель постоянного тока; 5 — щуп; 6 — нагревательный элемент щупа

ционный метод; метод определения толщины по окраске покрытия; интерференционный метод; метод светового сечения; метод теневого сечения [2]. Однако большинство оптических методов и приборов не получили широкого распространения для определения толщины электролитических покрытий и используются иногда лишь в лабораторных условиях для проведения специальных исследовательских работ.

Существуют и другие методы измерения толщины слоя.

Термоэлектрический метод может быть применен для определения толщины металлических покрытий на металлической основе, т. е. пригоден для большинства электролитических покрытий, в том числе никелевого по стальной основе.

Сущность метода заключается в следующем: при нагреве места соединения покрытия с основным металлом возникает термоэлектродвижущая сила (т. э. д. с.), зависящая от сочетания металлов и температуры нагрева. При строгом соблюдении одинаковых условий нагрева чем толще слой покрытия, тем ниже окажется температура

места соединения (спая), а следовательно, и возникающая при этом т. э. д. с. Таким образом, возникающая т. э. д. с. будет определять функциональную зависимость между толщиной покрытия и различными сочетаниями металлов контролируемых покрытий и изделий. Измеряя с помощью специального электроизмерительного прибора т. э. д. с., увеличенную усилителем постоянного тока, можно определить толщину покрытия.

Принципиальная схема метода представлена на рис. 3. Для его осуществления необходимо соблюсти следующие условия:

1) для каждого сочетания материала покрытия и основы необходима индивидуальная и тщательная тарировка прибора по соответствующим мерным образцам;

2) факторы, влияющие на точность измерения толщины покрытий (температура нагревателя, давление, площадь контактирования его с деталью и т. д.), должны быть по возможности постоянными;

3) контактируемая с измеряемой деталью часть нагревателя-щупа должна быть изготовлена из того же материала, что и покрытие, в противном случае в месте соединения покрытия со щупом образуется новый спай с дополнительным источником возникновения т. э. д. с.

На использовании этого метода английской фирмой «Радар лимитед» был разработан прибор для измерения никелевых покрытий толщиной от 6 до 50 мкм на стальных, медных, латунных деталях, а также цинковых деталях, полученных литьем под давлением. Измеряемая площадь составляла 5 см²; точность измерения прибором $\pm 15\%$.

Существуют также *тепловой и ультразвуковой методы*. Однако они не нашли пока распространения в практике и могут быть использованы только для специальных целей [2].



II ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОРИСТОСТИ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

Коррозионная стойкость покрытия, а следовательно, и возможность применения его в той или иной области является во многом функцией его беспористости. В связи с этим при оценке защитных свойств катодных покрытий определение их пористости имеет большое значение.



Рис. 4. Канальчатая пористость хромовых покрытий (поперечное сечение покрытия; $\times 600$)

Обычно порами называют макро- или микроканалы, образующиеся в покрытиях металлов, полученных электролитическим путем. По размерам поры подразделяют на микропоры (радиус менее 15 \AA), макропоры (радиус свыше 1000 \AA) и поры, промежуточные по размеру. Образование макропор может быть обусловлено наличием непроводящих участков на поверхности основного металла или подслоя, например пузырьков водорода, частиц полировочной пасты или плохим обезжириванием, оседанием шлама в процессе электролиза и т. д. Поры образуются в основном в связи со структурными особенностями электролитического покрытия; они также появляются под действием внутренних напряжений, возникающих в покрытии.

Поры могут быть сквозными, т. е. доходящими до основного металла или подслоя, или замкнутыми; могут иметь разнообразную форму (точечная, канальчатая по-

ристость — рис. 4) и значительно отличаться по своим размерам. Обычно размеры пор невелики, а поэтому они не могут быть различимы невооруженным глазом.

Наличие в электролитических покрытиях пор различного характера и размера весьма затрудняет получение качественной и количественной характеристики пористости. Существует несколько методов определения пористости защитных и защитно-декоративных покрытий, а также износостойких хромовых покрытий.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОРИСТОСТИ ЗАЩИТНЫХ И ЗАЩИТНО-ДЕКОРАТИВНЫХ ПОКРЫТИЙ

Наиболее простыми и распространенными методами измерения пористости электролитических покрытий являются коррозионные, заключающиеся в том, что для выявления пор производится обработка испытуемого образца специальным раствором, который, не действуя на металл покрытия, реагирует через поры с металлом основы, образуя хорошо видимые продукты реакции. Полученные таким образом точки коррозии подсчитывают, наблюдая их невооруженным глазом или при увеличении (через лупу или в поле зрения микроскопа). Продуктами реакции могут являться точки коррозии на поверхности при испытаниях в атмосферных условиях, в камерах влажности или солевого тумана, пузырьки выделяющегося газа при погружении испытуемого образца в раствор и т. п.

Наиболее распространенным можно считать метод обнаружения пор при помощи реактивов, дающих с основным металлом окрашенные соединения. Универсальным реагентом в этом отношении является раствор красной кровяной соли $K_3Fe(CN)_6$ (железосинеродистый калий), который, реагируя с ионами железа, образует турнбулеву синь, с ионами меди — железосинеродистую медь, а с ионами никеля — железосинеродистый никель.

Индикатор — железосинеродистый калий — применим для определения пористости медных, никелевых, хромовых, оловянных, свинцовых, серебряных и золотых покрытий. Способы проведения испытаний могут быть различными. В некоторых случаях испытуемый образец погружают на некоторое время в электролит, затем его

вынимают и подсчитывают число появившихся окрашенных точек. Иногда испытуемую поверхность не погружают в электролит, а смачивают посредством тампона. Наиболее распространен *метод наложения*: на изделия с покрытием накладывают фильтровальную бумагу, смоченную специальным раствором, или пасту определенного состава.

Метод наложения фильтровальной бумаги применим для определения пористости катодных металлических покрытий на стали, меди и ее сплавах, а также на деталях простой формы, если профиль детали допускает наложение фильтровальной бумаги. На обезжиренную поверхность детали накладывают фильтровальную бумагу, пропитанную раствором специального состава (табл. 11). Бумагу накладывают таким образом, чтобы между поверхностью детали и бумагой не оставалось пузырьков воздуха. После снятия бумагу с отпечатками пор в виде точек или пятен промывают струей дистиллированной воды и просушивают на чистом стекле. При испытании медных покрытий бумагу снимают через 20 мин, при испытании однослойных никелевых покрытий, осажденных на сталь, — через 5 мин и при испытании всех остальных типов покрытий, кроме оловянных, — через 10 мин.

До выявления пор, доходящих до меди и латуни, фильтровальную бумагу с отпечатками пор после промывки накладывают на чистое стекло и на нее равномерно наносят раствор железистосинеродистого калия (40 г/л). При этой обработке желтые точки (следы никеля) исчезают, после чего бумагу промывают струей воды и сушат на стекле. Оставшиеся на бумаге красно-бурые и синие пятна — следы пор до меди и стали — подсчитывают. При определении сквозных пор до никеля бумагу дополнительно обрабатывают аммиачным раствором диметилглиоксима (2 г диметилглиоксима в 1 л 12,5 %-ного водного раствора аммиака). После образования в местах пор точек или пятен ярко-розового цвета, характерного для никеля, фильтровальную бумагу промывают струей воды и сушат на стекле. При этой обработке следы пор до стали и меди бледнеют и не мешают подсчету числа пор до никеля.

Указанные составы индикаторов можно применять также при проверке пористости серебряных и золотых покрытий на меди, латуни и никеле. Пористость золотых покрытий на меди и латуни с большей точностью

Т а б л и ц а 11. Растворы для определения пористости покрытия методом наложения

Вид покрытия	Основной металл или металл подслоя	Компоненты раствора	Концентрация, г/л	Время выдержки раствора, мин	Признак пористости
Хромовое однослойное и многослойное (никель—хром, медь—никель—хром)	Сталь	Калий железосинеродистый	10	10	Синие точки — поры до стали
			30		
	Медь и ее сплавы	Натрий хлористый	60		Красно-бурые точки — поры до меди; желтые точки — поры до никеля
Никелевое однослойное	Сталь	Калий железосинеродистый	10	5	Синие точки — поры до стали
	Медь и ее сплавы			10	Красно-бурые точки — поры до меди
Никелевое многослойное (медь—никель, никель—медь—никель)	Сталь	Калий железосинеродистый	20	10	Синие точки — поры до стали; красно-бурые точки — поры до меди; желтые точки — поры до никеля
Оловянное	Сталь	Калий железосинеродистый	10	60	Синие точки — поры до стали
		Натрий хлористый	5		

определяется при испытаниях под стеклянным колпаком в среде влажного воздуха с присутствием сероводорода (содержание сероводорода — 1% по объему). При таком испытании в местах пор на золотом покрытии образуются темнокоричневые пятна.

Определение пористости покрытий с верхним слоем хрома производят не ранее чем через 30 мин после окончания процесса хромирования. В случае очень пористых хромовых покрытий по омедненной стали, меди и ее сплавам следы пор до меди и латуни неполностью отпечатываются на бумаге, и следует считать красно-бурые точки на самой детали. Следы пор определяют невооруженным глазом.

Метод нанесения паст применим для определения пористости металлических покрытий на стали, меди, алюминии, цинке и их сплавах и неметаллических неорганических покрытий на алюминии и его сплавах, на деталях любой формы и габаритных размеров; особенно целесообразно применение этого метода для сложнопрофилированных деталей. Детали сначала обезжиривают, затем кистью, пульверизатором или другим способом наносят на поверхность изделия пасту. Составы паст и способы приготовления приведены в ГОСТ 16875—71. Паста должна быть нанесена равномерным слоем; выдерживают ее на поверхности не более 10 мин. Расход пасты 0,5—1,0 г/дм². После проведения контроля пасту удаляют промывкой детали проточной дистиллированной водой, деталь сушат и производят повторное определение на том же участке поверхности. На испытуемой поверхности покрытия подсчитывают количество окрашенных участков, соответствующих числу пор. За результат измерения принимают среднеарифметическое трех измерений. Полученную пористость относят к единице поверхности. Метод отличается высокой чувствительностью.

Для мелких профилированных деталей при определении пор, доходящих до стали, рекомендуют применять метод заливки раствором. Метод заключается в том, что испытываемую деталь заливают раствором, в состав которого кроме железосинеродистого калия (10 г/л) и хлористого натрия (15 г/л) входит желатина (20 г/л). Приготавливают раствор следующим образом: 20 г желатины заглигект дистиллированной водой до набухания, после

чего нагревают на водяной бане до образования коллоидного раствора. Затем к раствору желатины прибавляют раствор из 10 г железосинеродистого калия и 15 г хлористого натрия. Полученный объем доводят водой до 1 л. Слянку с раствором хранят в темном месте. Раствором можно пользоваться до тех пор, пока он не начнет темнеть, что служит признаком его разложения.

Деталь перед испытанием тщательно обезжиривают. После заливки деталь должна находиться в покое 5 мин, после чего поверхность детали осматривают и подсчитывают на ней точки. Для крупных деталей вокруг испытываемого участка делают бортики из менделеевской замазки и в образовавшуюся полость заливают раствор. Следы пор обнаруживают невооруженным глазом по выявившимся на поверхности детали синим точкам. Испытание пористости оловянных покрытий на стали кроме метода наложения проводится методом смазывания. Оба метода дают одинаковую точность определения. При методе смазывания применяют раствор следующего состава (г):

Железосинеродистый калий	2
Желатина	20
Серная кислота 0,5 н., мл	10
Этиловый спирт, мл	200

Смазывание детали производят кисточкой дважды. Поры подсчитывают через 10 мин. Для ускорения процесса растворения металла в порах иногда применяется анодная поляризация испытываемого образца. В некоторых случаях для выявления пор вместо анодной применяется катодная поляризация. Последняя используется в случае низкой электропроводности поверхностного слоя, в частности при анодном окислении, когда в результате большей проводимости основного металла осаждение металла происходит в порах. Кроме того, возможно выявление пор при катодной поляризации по числу пузырьков водорода, выделяющихся в порах вследствие более низкого перенапряжения водорода на основном металле.

При использовании анодной поляризации выявляются поры оловянного покрытия на меди и латуни. Анодная обработка производится в растворе, содержащем 10 г/л железосинеродистого калия, 10 г/л кристаллического сернокислого натрия при плотности тока $0,55 \pm 0,05$ А/дм² в течение 5 мин. Катод — свинцовая пластинка. Для крупных изделий можно применять накладку из 4—6

слоев марли, пропитанной этим раствором. Деталь соединяют с положительным полюсом источника постоянного тока, отрицательный полюс присоединяют к свинцовой пластинке, которую кладут на пропитанную раствором марлю. Условия электролиза те же.

Анодную поляризацию применяют также при контроле пористости цинковых и кадмиевых покрытий. В этом случае используют также универсальный индикатор, а анодную обработку делают для того, чтобы железо через поры реагировало с ним. Подготовленную деталь погружают в ванну с раствором следующего состава: 40 г/л железосинеродистого калия и 2 г/л сернокислого натрия (сернокислый натрий можно заменить сернокислым магнием в том же количестве). Затем деталь соединяют с положительным полюсом источника тока (если необходима подвеска, то она должна быть оцинкована или кадмирована). Отрицательным полюсом служит свинцовая пластинка. Электролиз ведут при напряжении $4 \pm 0,4$ В в течение 5 мин, после чего деталь вынимают, промывают водой и высушивают фильтровальной бумагой или потоком теплого воздуха. В местах пор после испытания появляются синие точки. Поверхность детали замеряют и определяют число пор на 1 см^2 испытуемой поверхности.

Электрографический метод является некоторой разновидностью метода коррозионного испытания с наложением тока. Сущность его заключается в том, что при определенном потенциале металл подкладки растворяется через поры покрытия, и продукты растворения образуют в результате взаимодействия с проявителем окрашенный отпечаток, характеризующий распределение пор по поверхности. Этот метод испытания имеет многостороннее применение и с успехом используется в практике.

Аппаратурное оформление опыта несколько различно у разных авторов. Согласно Л. М. Кульбергу и В. П. Милину, методика снятия электрограммы состоит в следующем. На фотографическую бумагу, служащую подложкой, накладывают фильтровальную бумагу, смоченную соответствующим электролитом. Затем подложку желатинированной стороной накладывают на очищенную сухую поверхность образца, зажимают между двумя электродами в прессе (рис. 5) и включают ток. Через 15 с под-

ложку отделяют и проявляют характерным реактивом (см. табл. 11). В местах пор образуются окрашенные пятна с резко очерченными границами (четкость электрограммы определяется давлением прессы, которое должно составлять $1\text{--}2 \text{ кгс/см}^2$). На рис. 6 представлена схема электрографической установки для контроля пористости в заводских условиях.

Для электрографического исследования неплоско-параллельных проб пользуются двумя методами. По пер-

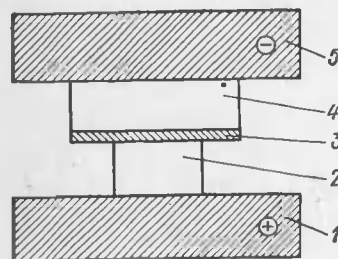


Рис. 5. Расположение образца и подложки при электрографическом методе испытания пористости (Л. М. Кульберг и В. П. Милин):

1 — алюминиевый анод; 2 — изделие с нанесенным покрытием; 3 — фотографическая бумага; 4 — фильтровальная бумага; 5 — алюминиевый катод

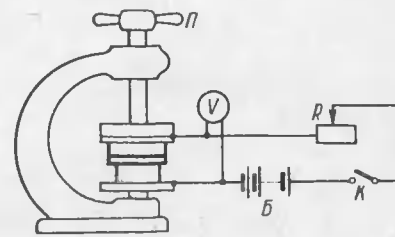


Рис. 6. Схема электрографической установки для контроля пористости (Л. М. Кульберг и В. П. Милин): П — пресс; R — реостат; К — ключ; Б — батарея

вому методу деталь заливают гипсом и после его отверждения помещают в ванну с электролитом. Гипс достаточно

проницаем для того, чтобы на его внутренней стороне появился отпечаток пор. После электролиза гипсовую форму разрезают.

Второй метод заключается в том, что соответствующую деталь покрывают слоем желатины, пропитываемым электролитом, содержащим окрашивающий индикатор. Пробу вместе с желатиновым слоем переносят в электролитическую ванну. В прозрачном желатиновом слое будут видны окрашенные дефектные места. Отпечатки, полученные электрографически, можно представить и в количественном выражении, если цветные пятна подвергнуть количественному анализу.

Для измерения пористости покрытий, предварительно снятых с основы, электрографический метод усовершенствован П. М. Вячеславовым, Н. Н. Борцовым и др. [11].

В основе метода лежит электрохимическая реакция окисления ионов йода на аноде. Образующийся йод дает сильное окрашивание с крахмалом. Эта качественная реакция на наличие йода очень чувствительна, что позволяет значительно повысить разрешающую способность метода. С целью закрепления окрашенных мест в индикаторный раствор крахмала добавляют желатину. Этот метод позволяет определять только сквозные поры, независимо от материала покрытия. Для выявления пор в покрытии на электроды накладывают постоянное по величине на-

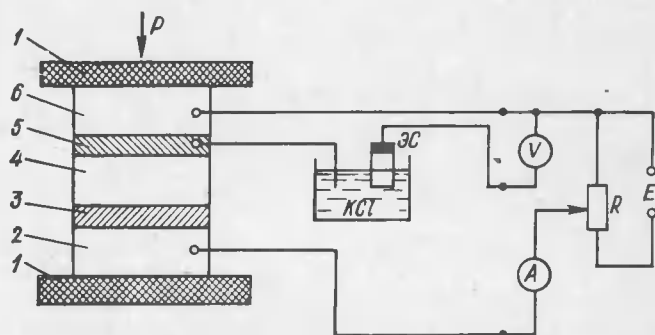


Рис. 7. Установка для определения пористости: P — нагрузка (0,5—1,0 кгс/см²); ЭС — электрод сравнения; R — реостат (10—20 Ом); E — источник постоянного напряжения (12—24 В)

пряжение. В этом случае протекающий ток будет зависеть от количества пор и пропорционален их суммарной площади. Схема установки показана на рис. 7. Под действием электрического поля, возникающего между катодом 2 и анодом 6, анионы йода из фильтровальной бумаги 3, смоченной раствором Kj , проникая через поры исследуемой фольги 4, окисляются на аноде до йода и дают в местах пор окрашенное соединение с крахмалом в виде отдельных синих точек на поверхности фильтровальной бумаги 5, пропитанной раствором крахмала с желатиной. Анодом и катодом могут служить пластины из нержавеющей стали. В схеме применяют электроизоляционные прокладки 1.

Для обеспечения постоянного времени экспозиции (30—40 с) необходимо поддерживать постоянный потенциал анода, равный +1,5 — +1,7 В. Рекомендуемые составы растворов: раствор № 1 — 20%-ный раствор

йодистого калия, раствор № 2 — 5%-ный раствор крахмала (1 об. часть) и 1%-ный раствор желатины (4 об. части).

Прочие методы определения пористости защитных и защитно-декоративных покрытий, известные из литературных источников (метод газопроницаемости, фотографический, радиохимический, абсорбционный), не получили широкого распространения и могут быть рекомендованы лишь для специальных исследований и для проверки эталонов [1].

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОРИСТОСТИ ИЗНОСОСТОЙКИХ ХРОМОВЫХ ПОКРЫТИЙ

Рассмотренные ранее методы определения пористости защитных и защитно-декоративных покрытий не могут быть использованы для исследования износостойких хромовых покрытий, так как поры и каналы, пронизывающие хромовое покрытие, имеют иной характер (большая протяженность, извилистость) и в большинстве своем не являются сквозными. Наиболее простым методом оценки пористости хромовых покрытий является *визуальный метод*, заключающийся в исследовании хромированной поверхности с помощью лупы и сравнении ее с эталонными образцами. В свою очередь, для эталонных образцов, изготовленных при различных условиях хромирования, можно использовать *способ планиметрирования*. С этой целью на увеличенных микрофотографиях с помощью планиметра измеряют площадь, занимаемую порами.

Пористость выражают в процентах от общей площади измеряемого участка.

Для проверки пористости может быть также использован *метод контактных отпечатков*, который заключается в обработке покрытия специальной пастой с последующим печатанием поверхности покрытия на фотобумаге. Получение отпечатков на фотобумаге основано на взаимодействии сернистого натрия, содержащегося в пасте, с бромистым серебром фотобумаги с образованием сернистого серебра (черный цвет). Для того чтобы получить на бумаге достаточно четкие отпечатки, пасту необходимо тщательно уплотнить в каналах и порах и полностью удалить с горизонтальных площадок между ними.

Паста имеет следующий состав:

Сернистый натрий, мл	15
Тальк, г	10
Глидерин, капли	2

Для покрытий малой степени пористости применяется 20%-ный раствор сернистого натрия, для покрытий со степенью пористости больше 20% — 50%-ный раствор.

Вместо талька можно применять мел, графит и другие индифферентные материалы. Степень пористости покрытия

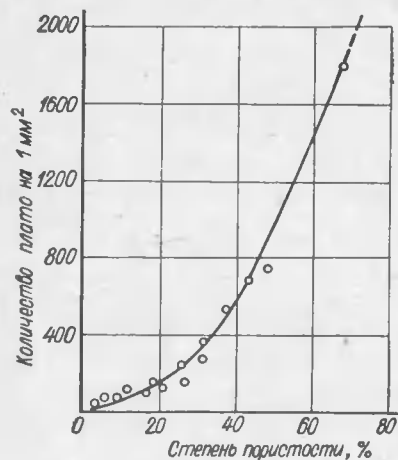


Рис. 8. Градуировочная кривая для определения пористости хромовых покрытий

в процентах определяется по градуировочной кривой (рис. 8) путем подсчета количества горизонтальных площадок (плато), приходящихся на единицу поверхности хромового покрытия с помощью стеклянной микрорешетки, разделенной на квадратные миллиметры. Оценка пористости хромовых покрытий может быть произведена и другими методами. Так, был предложен метод определения пористости хрома путем пропитывания детали парафином по разности масс до и после пропитывания. Н. П. Федотьев, П. М. Вячеславов и С. Р. Юдилевич предложили очень точный метод определения пористости хромовых покрытий на стали, основанный на вдавливании ртути (*метод ртутной порометрии*). Этим методом можно определить объем пор с эффективным радиусом от 350 тыс. до нескольких ангстрем. Вдавливание ртути в поры хромированного образца производится с помощью специального ртутного порометра. При этом имеется возможность определить: общий объем пор; диаметр пор; объем пор, соответствующий определенному диаметру пор.

Пористость хромовых покрытий может быть определена *методом маслосемкости*. Измерение маслосемкости может быть произведено весовым и капельным методом. При весовом методе определяется масса впитавшегося

масла (цилиндровое масло № 2 или авиационное марки МС), отнесенный к 1 дм² хромового покрытия. С этой целью взвешенный образец пропитывают маслом в течение 1—1,5 ч при температуре 80° С, затем тампоном снимают масляную пленку и вновь взвешивают.

Определение маслосемкости капельным методом производится по продолжительности впитывания капли очищенного керосина в каналы и поры покрытия. Для обеспечения постоянства размеров капель, наносимых из пипетки на поверхность покрытия, необходимо произвести калибровку пипетки. При диаметре выходного отверстия пипетки ~0,8 мм масса одной капли керосина равна ~13 мг. Высота падения капли не должна превышать 1 см. Для расчета абсолютной маслосемкости (количество масла, поглощенного 1 дм² поверхности) изготавливают эталоны. На этих эталонах определяют маслосемкость весовым и капельным методами и строят градуировочную кривую.



III ИЗМЕРЕНИЕ БЛЕСКА ПОКРЫТИЙ

Блеск покрытия целесообразно отнести к физико-химическим свойствам, которые могут быть положены в основу характеристики и сравнения блестящих и матовых покрытий. Самым простым способом оценки блеска является визуальное наблюдение. Однако оно носит субъективный характер и дает лишь качественное впечатление. Поэтому визуальное наблюдение может быть применено лишь во время поисковых опытов в качестве предварительной оценки.

Блеск металлической поверхности обусловлен тем, что падающий на поверхность металла свет не рассеивается равномерно по всем направлениям, как в случае матовых поверхностей, а отражается от поверхности по закону геометрической оптики, т. е. так, что угол отражения равен углу падения. Чем меньше света рассеивает поверхность и чем больше его отражается, тем более блестящей будет поверхность. Иначе говоря, блеск поверхности определяется соотношением между интенсивностью зеркально отраженного и диффузно рассеянного

света. Поэтому блеск поверхности может быть охарактеризован уравнением:

$$\text{Блеск} = I_o / (I_o + I_p) = I_o / I_c,$$

где I_o — интенсивность зеркально отраженного света; I_p — интенсивность диффузно рассеянного света; $I_c = I_o + I_p$ — суммарная интенсивность светового луча.

В случае идеально зеркальной поверхности это отношение $I_o / I_c = 1$, так как $I_p = 0$. Чем больше блеск поверхности, тем ближе к единице отношение I_o / I_c . Измерение интенсивности зеркально отраженного света для характеристики степени блеска металлической поверхности применяется чаще других методов.

Зеркально отраженный свет при измерении улавливается либо оптическим прибором — фотометром (фотометрический метод), либо фотоэлектрическим — фотоэлементом (фотоэлектрический метод). Коэффициент отражения света обычно определяется следующим образом. Измеряется общая интенсивность отраженного и диффузно рассеянного от поверхности образца света и сравнивается с интенсивностью такого же светового луча, отраженного от зеркала (серебряного или алюминиевого), т. е.

$$K = 100I_1 / I_2,$$

где K — коэффициент отражения; I_1 — величина фототока для изучаемой поверхности; I_2 — величина фототока для зеркальной поверхности.

Существует целый ряд приборов, основанных на этом принципе, но не получивших большого практического распространения (рефлектометр Лайнера, рефлектометр Ланге, фотометр Пульфриха, рефлектометр Миллса и др.). На несколько ином принципе основано измерение степени блеска поверхности блескомером, действие которого связано с тем, что четкость отображенного в блестящей поверхности образца предмета (черные цифры на белой бумаге) тем меньше, чем больше расстояние между ними. Указанный способ определения блеска применяется только для плоских поверхностей и для поверхностей с очень малой кривизной. Принципиальная схема определения степени блеска покрытия блескомером приведена на рис. 9.

Большое практическое распространение получил фотоэлектрический блескомер ФБ-2, принцип работы кото-

рого основан на измерении отраженного света по отношению к степени отражения на серебряном зеркале. Для лабораторных исследований большой интерес представляет блескоопределятель А. Т. Ваграмяна и З. А. Соловьевой, позволяющий изучать блеск электролитических покрытий в процессе электролиза. Измерение блеска покрытия на готовых образцах имеет некоторые недостатки. При таком способе исследования зависимости блеска от толщины покрытия требуется изготовление

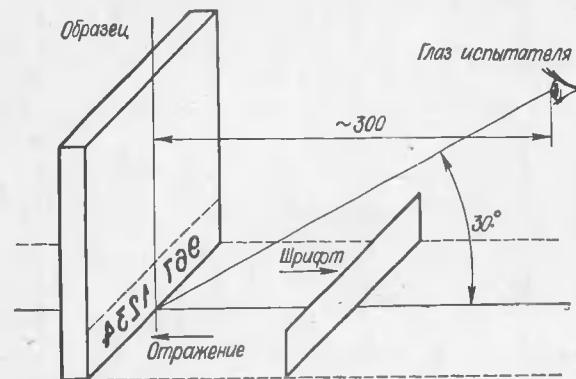


Рис. 9. Схема определения степени блеска покрытия

многих образцов. Кроме того, наличие атмосферных агрессивно действующих факторов может вызвать потускнение блестящей поверхности, степень которого зависит от природы покрываемого металла и толщины покрытия. При помощи этого блескоопределятеля о степени блеска можно судить в течение всего процесса электролиза. Принципиальная оптико-электрическая схема его показана на рис. 10. Подробное описание работы прибора приведено в [11].

Для измерения зеркального коэффициента отражения малых участков плоских и криволинейных поверхностей (отражателей) в лабораторных и цеховых условиях можно рекомендовать зеркальный фотометр ФЗ-65. Погрешность измерения на приборе не более $\pm 5\%$. В комплект его входят оптический блок, блок стабилизированного питания, микроамперметр М-95 с наружным шунтом. Принципиальная оптико-электрическая схема этого прибора показана на рис. 11.

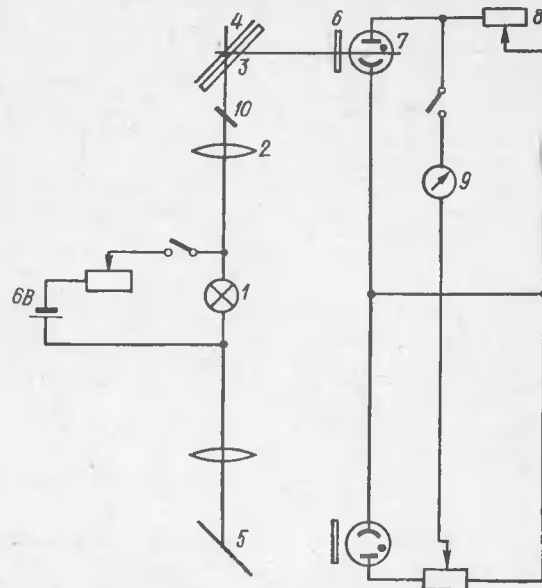


Рис. 10. Оптико-электрическая схема блескоопределителя:

1 — лампочка; 2 — линза; 3 — электролитическая ячейка; 4 — изучаемый электрод; 5 — эталон; 6 — диафрагма; 7 — фотоэлемент; 8 — сопротивление; 9 — гальванометр; 10 — зеркало

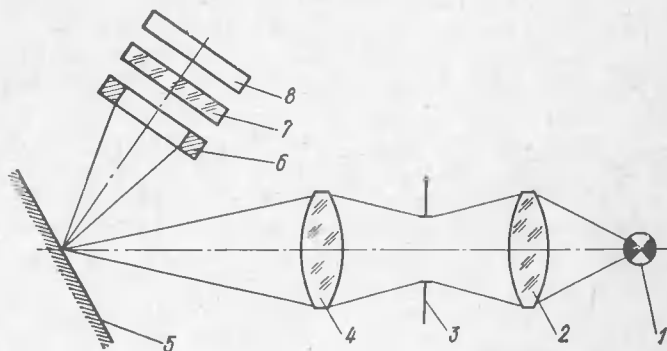


Рис. 11. Принципиальная оптико-электрическая схема прибора ФЗ-65

Пучок света от лампы с концентрированным телом накала 1 попадает на линзу 2, которая создает изображение тела накала в плоскости отверстия промежуточной диафрагмы 3. Линза 4 фокусирует изображение диафрагмы на выходное отверстие наконечника оптического блока прибора. К наконечнику оптического блока прибора прикладывается исследуемая поверхность 5, на которую

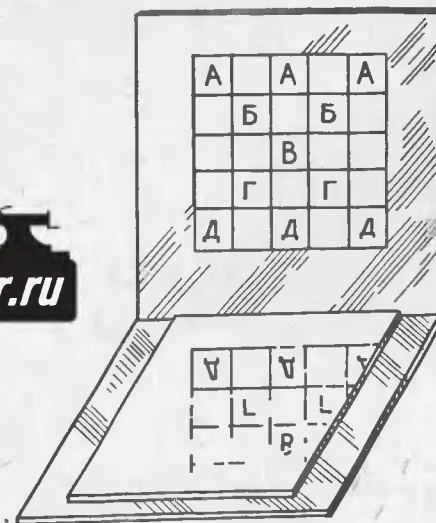


Рис. 12. Приспособление для определения степени блеска покрытия

проектируется световое пятно $\varnothing 2$ мм. Пучок света, отразившись от исследуемой поверхности, попадает через диафрагму 6 на матированное стекло 7 и на селеновый фотоэлемент 8, фототок которого регистрируется микроамперметром М-95.

Данным прибором можно измерять зеркальный коэффициент отражения не только плоских, но и криволинейных поверхностей с радиусом кривизны сферы от 60 мм и выше.

Для определения в цеховых условиях блеска защитно-декоративных покрытий рекомендуется методика определения блеска по резкости отражения. Испытуемый образец готовится по принятой на предприятии технологии. Для определения блеска пользуются вспомогательным

приспособлением, состоящим из согнутого под прямым углом оргстекла, на вертикальной поверхности которого приклеивается сетка или рисунок (рис. 12). Образец размещают на горизонтальной поверхности приспособления, вплотную к вертикальной поверхности с рисунком. Оценивают степень блеска сидя за столом, на котором приспособление с испытуемым образцом находится на расстоянии примерно 30 см от испытателя. Свет должен падать на приспособление слева и сзади. Блеск оценивается качественно следующим образом:

1) зеркальный — резкость изображения рисунка на покрытии соответствует изображению в зеркале;

2) блестящий — резкое изображение рисунка на покрытии, но верхний конец изображения несколько размыт;

3) полублестящий — изображение рисунка заметное, но не резкое;

4) матовый — изображение рисунка сильно размыто и заметно лишь на ближней к рисунку части образца;

5) глубокоматовый — изображение предмета отсутствует.

Для измерения блеска берут результат из трех независимых определений.

В цеховых условиях для определения блеска покрытий можно также использовать *визуальный метод сравнения с эталонами*.

Для оценки блеска изготавливаются 10 эталонов от совершенно матового до зеркально-блестящего. Величина блеска исследуемого образца определяется номером эталона.

IV ИЗМЕРЕНИЕ ПРОЧНОСТИ СЦЕПЛЕНИЯ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ С ОСНОВОЙ

Покрытие, связанное с основным металлом, подвержено влиянию температуры, механическим нагрузкам, нагрузкам от собственных напряжений и другим внешним и внутренним силам. Наиболее напряженным, критическим местом является граничная поверхность между покрытием и основным металлом. В связи с этим прочность сцепления покрытия и основного металла является одним

из важных факторов, характеризующих возможность применения металлических покрытий.

Состояние поверхности основного металла перед покрытием во многом определяет полученную прочность сцепления. Следы загрязнений, пленки жиров и окислов в значительной степени влияют на нее. Поэтому очистка поверхности изделий перед покрытием имеет решающее значение. Сцепление будет тем лучше, чем более шероховатой и развитой будет поверхность основного металла, что можно объяснить увеличением площади соприкосновения между основным металлом и покрытием. Следовательно, такие методы подготовки под покрытия, как пескоструйная обработка, шлифование, травление должны благоприятно влиять на качество сцепления. Следует отметить, что на прочность сцепления покрытия влияет не только предварительная подготовка поверхности основы, но и состав электролита и режим электролиза. В частности, имеют значение плотность тока, перемешивание, температура и т. п. [9]. Можно привести некоторые значения прочности сцепления электролитических покрытий (кгс/см²), полученные авторами [9]:

Серебряное покрытие (по стали из синеродистороданитского электролита)	700
Серебряное покрытие (по меди из того же электролита)	1220
Медное покрытие (по стали из пиродифосфатного электролита)	981
Медное покрытие (по стали из цианистого электролита)	1890
Медное покрытие (по стали из этилендиаминового электролита)	835
Никелевое покрытие (по стали из сернокислого электролита)	2450

Различают качественные и количественные методы измерения прочности сцепления. В практике чаще всего применяются качественные методы испытаний: они допускают непосредственное испытание без большой подготовки образца, однако дают только более или менее относительные результаты и в значительной степени зависят от аккуратности и наблюдательности испытателя. Количественные испытания, как правило, требуют придания образцу специальной формы или, по крайней мере, какой-то предварительной обработки детали для снятия напряжений. В большинстве случаев они ограничиваются областью металлических покрытий и требуют относительно

большой их толщины. Достоинством количественных методов является возможность получения абсолютных данных. Абсолютные же величины позволяют прежде всего производить непосредственное сравнение результатов измерения между различными методами, различными исполнителями и различными объектами.

Б. КАЧЕСТВЕННЫЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРОЧНОСТИ СЦЕПЛЕНИЯ

Методы основаны на различии физико-механических свойств металлов покрытий и основного металла детали. Большинство качественных методов основано на сильной деформации образца, при которой происходит разрушение покрытия или основного металла. Метод контроля выбирают в зависимости от металла покрытия, вида и назначения детали. Для контроля допускается применять оборудование и приспособления различных типов (полировальные и крацевальные станки, муфельные печи, тиски и т. п.).

Метод полирования. Поверхность покрытия полируют не менее 15 с. Для полирования применяют круги из бязи, фетра и других материалов, пасты — крокусную, хромовую и др. Скорость полирования — 20—30 м/с. После полирования на контролируемой поверхности не должно наблюдаться вздутия или отслаивания покрытия.

Метод крацевания. Поверхность покрытия крацуют не менее 15 с. Для крацевания применяют стальные и латунные щетки (для мягких покрытий) с диаметром проволоки 0,1—0,3 мм; частота вращения 1500—2800 об/мин. После крацевания на контролируемой поверхности не должно наблюдаться вздутия и отслаивания покрытия.

Метод навивки. Метод применим для определения прочности сцепления покрытий на проволоке. Проволоку диаметром до 1 мм навивают на стержень утроенного диаметра; диаметром более 1 мм — на проволоку того же диаметра таким образом, чтобы образовалось 10—15 плотно прилегающих друг к другу витков. Пружины диаметром проволоки до 1 мм контролируют выпрямлением; диаметром более 1 мм — растягиванием пружины на двойную их длину. После контроля на поверхности покрытий не должно наблюдаться отслаивания покрытия.

Метод нанесения сетки цапапин. На поверхность кон-

тролируемого покрытия стальным острием наносят 4—6 параллельных линий, глубиной до основного металла, на расстоянии 2,0—3,0 мм друг от друга и 4—6 параллельных линий, перпендикулярных к ним. Линии следует проводить в одном направлении. На контролируемой поверхности покрытия не должно наблюдаться отслаивания.

Метод изгиба. Детали с покрытием подвергают изгибу под углом 90° в обе стороны до излома. В месте излома покрытие не должно отслаиваться.

Метод вдавливания. При проверке пригодности листового материала к глубокой деформации (штамповка) применяют пресс Эриксона. Результаты испытаний считают хорошими, если трещины появляются при одинаковой глубине вдавливания на покрытом и непокрытом образцах, причем при образовании трещин на покрытом образце не обнаруживается отслаивания покрытия от основы.

Метод распиловки. При распиловке образца не должно наблюдаться отслаивания покрытия в месте распиловки. Целесообразно спиливание кромки вести таким образом, чтобы направление штрихов напильника содействовало отрыву покрытия от основного металла.

Метод удара. Для оценки сцепления используют боек, падающий с определенной высоты. Прочность сцепления тем выше, чем больше ударов бойка выдерживает испытуемый участок поверхности до отслаивания.

Метод трения. В пробах, подвергнутых высоким нагрузкам, от трения в процессе испытания образуется значительное количество теплоты. Эта теплота вызывает расширение как основного материала, так и его покрытия. Если коэффициенты линейного расширения обоих металлов в значительной степени отличаются друг от друга, в местах с плохим сцеплением может произойти вспучивание покрытия, образование пузырей, и покрытие может отслоиться.

Этот метод испытания не зависит от геометрической формы образца, однако он подвержен влиянию скорости трения и влиянию давления, в результате которых создается нагрузка трения.

Метод нагрева. Этот метод основан на тех же физических основах, что и предыдущий. Детали с покрытием нагревают в течение 0,5—1,0 ч и охлаждают на воздухе. Температура нагрева (°С) деталей со всеми видами по-

крытий, за исключением цинковых, кадмиевых, оловянных, свинцовых, сплавом олово—свинец, следующая:

Алюминий и его сплавы	190±5
Магний и его сплавы	125±5
Медь и ее сплавы	250±5
Сталь и чугун	350±5
Титан и его сплавы	210±5
Цинк и его сплавы	140±5

Допускается понижение температуры нагрева для деталей, имеющих швы, паяные припоями с температурой плавления ниже температуры нагрева, указанной выше. Для цинковых и кадмиевых покрытий температура нагрева должна быть 180—200° С; для оловянных, свинцовых и покрытий сплавом олово—свинец — 140—160° С. После нагрева на контролируемой детали не должно быть вздутия или отслаивания покрытия.

Электрохимические методы. Для изучения прочности сцепления плотных покрытий в том случае, когда ток в начале электролиза не расходуется на побочные реакции и целиком идет на восстановление ионов металла, может быть использован электрохимический метод. Сущность метода заключается в том, что на основании значения поляризации в момент включения тока определяется активная часть поверхности катода, на которой происходит осаждение металла, что и характеризует степень сцепления электролитического покрытия. Пробу в качестве катода помещают в электролит, из которого происходит осаждение металла покрытия без побочных реакций (выход металла по току 100%) и обычными способами измеряют поляризацию электрода.

В тех случаях, когда в момент включения тока поляризация имеет повышенное значение, уменьшающееся со временем электролиза электрохимический метод однозначно указывает на плохую сцепляемость. В случае же отсутствия повышенного значения поляризации в момент включения тока имеет место хорошее сцепление покрытия с основой при условии, что весь ток расходуется на осаждение металла.

Другой электрохимический метод заключается в следующем: пробу в качестве катода помещают в электролит, состоящий из 5%-ного раствора едкого натра или едкого кали при относительно высоком напряжении на ванне (около 10 В). Выделенный на катоде атомарный водород диффундирует сквозь покрытие, скапливается в местах де-

фектов на пограничной поверхности, при продолжительном насыщении образует пузыри. Если покрытия выдерживают продолжительность насыщения водородом более 15 мин без образования пузырей, можно считать, что они имеют хорошее сцепление с основой.

6. КОЛИЧЕСТВЕННЫЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРОЧНОСТИ СЦЕПЛЕНИЯ

Все количественные методы испытания основываются в большей или меньшей степени на определении силы, необходимой для отрыва покрытия от его основания или для его срезывания. Прочность сцепления выражается частным от деления отрывающей или срезывающей силы на площадь сцепления. Количественные методы измерения по сравнению с качественными имеют преимущества, так как измеряют абсолютные величины, хотя применение их в производственных условиях и сдерживается трудностью изготовления специальных образцов и дороговизной испытательных станков.

Методы отрыва. Один из них — *метод Е. Олларда* — заключается в осаждении металла на торцевую часть цилиндрического образца 3 и последующем отделении покрытия на разрывной машине. На рис. 13 представлена схема отрыва покрытия 1 от основы 2 по Е. Олларду. Путем деления силы, необходимой для отрыва, на площадь можно определить силу сцепления покрытия с основным металлом. Недостатки такого способа заключаются в необходимости осаждения толстых покрытий, пригодных для испытания, и сложности подготовки катода после электролиза к испытанию, так как катод обрабатывается на станке для получения выступающих краев покрытия, за которые он удерживается при испытании на разрыв.

Метод Жаке схож с описанным выше методом Олларда. Разработан он для никелевых покрытий по стали. Плоский никелированный образец определенных размеров частично погружают в специальный раствор, который при последующем омеднении понижает сцепление электролитического слоя меди в смоченных этим раствором местах (применяется раствор протеина). Толщина медного слоя должна быть не ниже 300 мкм.

По этому методу участок медного покрытия с ослабленным сцеплением отгибают под прямым углом и опреде-

ляют перпендикулярно к поверхности образца силу, необходимую для отрыва никелевого покрытия от основного металла. Метод основан на том, что сцепление между электролитическим слоем меди и никелевым слоем значительно больше, чем между никелевым слоем и сталью. По этому методу испытывают медные слои печатных плат, нанесенные на синтетические материалы. В практике метод применяют и для других металлических покрытий.

Существенное усовершенствование в установку для испытания по методу Жаке внесено Ю. Лукомским. При-

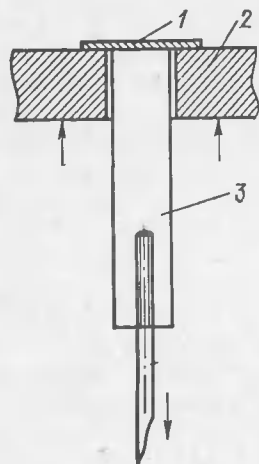


Рис. 13. Схема катода для испытания прочности сцепления по Е. Олларду

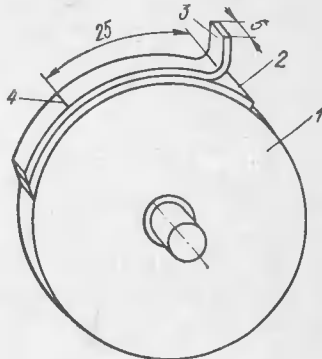


Рис. 14. Схема образца для измерения прочности сцепления: 1 — ролик; 2 — основа; 3 — покрытие; 4 — надрез

менное устройство позволяет в течение всего испытания сохранять постоянно угол отрыва. Схема отрыва электролитического покрытия по способу Лукомского показана на рис. 14. Предварительно отогнутый конец покрытия присоединяется к верхнему зажиму разрывной машины. Поворот ролика обеспечивает постоянство угла отрыва. Чтобы сохранить неизменной длину отрыва, на покрытии делается надрез на расстоянии 25 мм от исходной линии.

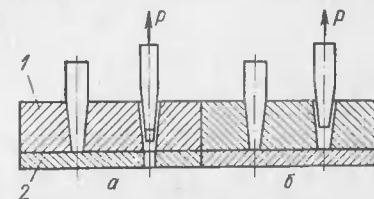
Метод Гугунишвили показан на рис. 15. В основной материал вставлено несколько конических шпилек из одинакового материала. Суженные концы шпилек образуют с поверхностью основного материала единую пло-

скость, на которую наносится покрытие. Сцепляемость определяется силой, необходимой для извлечения шпилек из плиты основного материала и, следовательно, для отрыва от покрытия. Недостатком метода Гугунишвили является трудность изготовления образцов для испытаний.

В несколько модифицированном методе Гугунишвили (усовершенствованном П. М. Вячеславовым, А. И. Золотовым и А. Ш. Мурадовым) [9] применяется образец (рис. 16), представляющий собой цилиндрок 1 диаметром

Рис. 15. Испытание прочности сцепления по Г. Г. Гугунишвили: а — хорошее сцепление; б — плохое сцепление

1 — основной материал; 2 — покрытие



10 мм с коническим отверстием, в которое вставляется конусная шпилька 2, имеющий токопровод 4 от минуса источника постоянного тока. На торцевую поверхность цилиндрика и конусной шпильки наносится слой покрытия толщиной 10 мкм, на который для предотвращения сквозного разрыва наращивается дополнительный слой какого-либо другого металла (толщина не менее 150 мкм). Боковая поверхность образца при осаждении

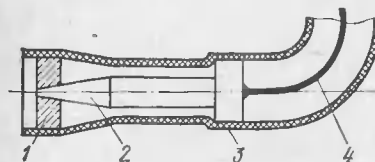


Рис. 16. Образец для измерения прочности сцепления

покрытия изолируется полихлорвиниловой трубкой 3. Прочность сцепления определяется силой отрыва шпильки от покрытия при помощи разрывной машины. Отрыв производится с определенной скоростью, так как скорость отрыва влияет на абсолютное значение полученных результатов. Диаметр торцов шпилек измеряется на микроскопе с точностью 0,1 мм. Конструкция зажимов для разрывной машины показана на рис. 17.

Методы среза. Испытания методами среза покрытия (рис. 18) пригодны главным образом для толстых покры-

тий. Применение этих методов сильно ограничивается сложностью изготовления пробных образцов: они должны быть выполнены таким образом, чтобы на основном материале 1 оставалась только частичка покрытия прямоугольной или квадратной формы 3 размером в несколько квадратных миллиметров, на которую оказывается давление штампом 2. Кусок плоского материала из закаленной стали используют как пуансон, сдвигающий оставшийся на основном материале кусочек покрытия, причем верхний край пуансона и верхний край основного материала должны совпадать. Если пробный образец и пуансон

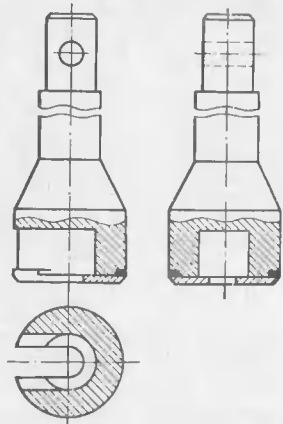


Рис. 17. Зажимы для разрывной машины

используют как пуансон, сдвигающий оставшийся на основном материале кусочек покрытия, причем верхний край пуансона и верхний край основного материала должны совпадать. Если пробный образец и пуансон

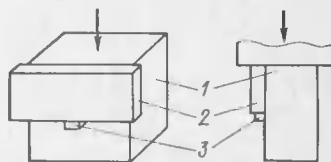


Рис. 18. Испытание прочности сцепления методом среза

сжимать под соответствующим прессом в вертикальном направлении, то основной материал, а также частица покрытия уплотнятся, и высота их уменьшится. Закаленный же пуансон сохранит при этом примерно свою исходную высоту. К тому моменту, когда сила сцепления кусочка покрытия не сможет больше противостоять действующей на него через пуансон силе, кусочек отпадет от основного металла. Давление на поверхность образца или разность в высоте нагруженного и ненагруженного образца, отнесенная к поверхности сцепления, дает величину прочности сцепления.



V ИЗМЕРЕНИЕ ТВЕРДОСТИ ПОКРЫТИЙ

Твердость покрытий, полученных электролитическим путем, значительно выше твердости металлических покрытий, полученных другими методами, или соответствующих металлов в литом или деформированном состоянии. Это хорошо иллюстрируется диаграммами, показанными на рис. 19. Известно также, что твердость электролитического покрытия металла в значительной степени зависит от структуры, которая с свою очередь определяется условиями электролиза: плотностью тока, температурой электролита, его составом, природой и концентрацией добавок поверхностно-активных веществ и т. д.

Исследование твердости электролитических покрытий наталкивается на существенные трудности, одна из которых — влияние твердости самой подкладки, особенно при сравнительно небольших толщинах электролитического покрытия. В настоящее время наиболее точным и удобным методом измерения твердости электролитических покрытий является метод статического вдавливания алмазной пирамидки под малыми нагрузками (от 2 до 200 г) или так называемый метод измерения микротвердости. Измерение микротвердости производится с помощью специального прибора — микротвердомера ПМТ-2 или ПМТ-3 конструкции М. М. Хрущева и Е. С. Берковича. Внешний вид прибора показан на рис. 20. При испытании на микротвердость должны соблюдаться следующие условия:

- 1) плавное возрастание нагрузки до заданного значения;
- 2) постоянство приложенной нагрузки P в течение установленного времени;
- 3) допускаемая относительная погрешность нагрузки P не должна превышать $\pm 1\%$ для нагрузок более 10 г и $\pm 0,1$ г для нагрузок менее 10 г.

Применяемый при испытании на микротвердость алмазный наконечник представляет собой правильную четырехгранную пирамиду с углом между противоположными гранями при вершине $\alpha = 136^\circ \pm 20'$. Грани пирамиды должны быть тщательно отполированы и не должны иметь трещин, царапин и других поверхностных дефектов.

Поверхность испытуемого образца должна быть плоской, гладкой, свободной от загрязнений на участке с радиусом, равным длине диагонали, считая от центра отпечатка. При подготовке поверхности испытуемого образца необходимо принять меры предосторожности против возможного изменения твердости испытуемого образца вследствие нагрева или наклепа поверхности в ре-

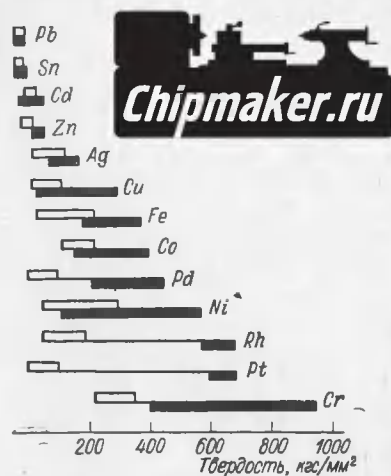


Рис. 19. Твердость металлов, полученных различными способами:

□ — металлургическим; ■ — электролитическим

зультате механической обработки. Образец должен быть установлен на столике прибора так, чтобы в процессе испытания он не смещался и не прогибался. Поверхность участка образца, подлежащего испытанию, должна быть установлена перпендикулярно к направлению перемещения пирамиды при вдавливании. Прибор должен быть хорошо защищен от возможных вибраций, передаваемых через стены или пол здания или через стол, на котором он установлен.

Испытание производится при температуре $20 \pm 5^\circ \text{C}$. В случае испытания при другой температуре последняя указывается. Рабочая поверхность алмазной пирамиды и испытуемая поверхность образца при испытании должны быть сухими (без смазки).

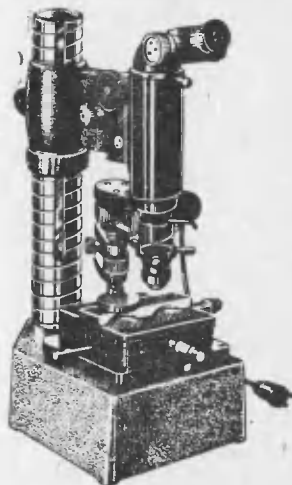


Рис. 20. Внешний вид микротвердомера ПМТ-3

Микротвердость покрытия определяют путем деления нагрузки P (кгс) на условную площадь боковой поверхности F полученного отпечатка:

$$H = P/F = 2P \sin(\alpha/2)/d^2 = 1,854 P/d^2,$$

где d — длина диагонали отпечатка после снятия нагрузки, мм. Если P выразить в граммах, а d — в микрометрах, то H (кгс/мм²)

$$H = 1854 P/d^2.$$

Микротвердость электролитических покрытий, определенная при различных нагрузках, как правило, не

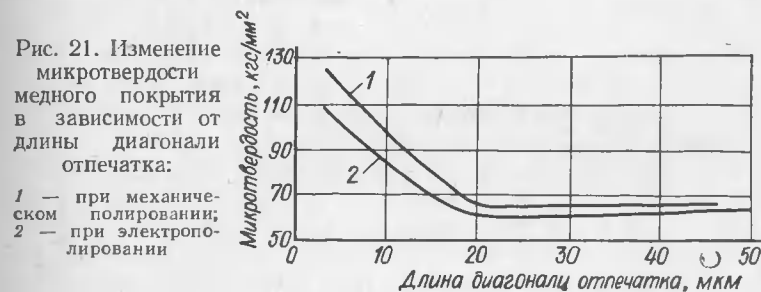


Рис. 21. Изменение микротвердости медного покрытия в зависимости от длины диагонали отпечатка:

1 — при механическом полировании;
2 — при электрополировании

остается постоянной: она уменьшается с увеличением нагрузки. По мере увеличения нагрузки значения микротвердости приближаются к постоянной величине (рис. 21).

Для получения сравнительных данных измерение микротвердости должно производиться при постоянной диагонали отпечатка, для чего нагрузку на алмазную пирамиду меняют до получения отпечатка с требуемой диагональю. Проще производить измерения при постоянной нагрузке, однако этот способ менее точен. Полученное число твердости сопровождается обычно индексом, указывающим, при какой нагрузке (гс) или при какой диагонали отпечатка оно определено, например H_{50} или H_{10} .

Определение микротвердости электролитического покрытия можно производить двояким путем: вдавливанием алмазной пирамидки перпендикулярно слою покрытия либо в торец покрытия. Преимущество на стороне способа вдавливания перпендикулярно слою покрытия, так как в этом случае не надо готовить микрошлифы. Кроме того, в случае вдавливания пирамиды в торец покрытия тол-

щина его должна быть больше 10 мкм (при диагонали отпечатка 10 мкм), а в случае определения перпендикулярно слою покрытия глубина погружения алмазной пирамиды с углом при вершине 136° составляет $10 : 7 = 1,3$ мкм и, следовательно, измерение может быть проведено при меньшей толщине покрытия.

На результаты измерения микротвердости большое влияние оказывает подготовка поверхности образца к испытанию. При шлифовании и полировании покрытия происходит наклеп, повышающий твердость поверхностных слоев. Толщина наклепанных слоев для каждого вида покрытий различна. Так, для никеля толщина деформированного слоя не превышает 2 мкм, для меди — 3 мкм, для железа — 7 мкм и т. д. В случае применения повышенных нагрузок влияние наклепа практически не сказывается на результатах. В отдельных случаях при необходимости для снятия наклепа применяется электрополирование.

Полученные величины микротвердости могут зависеть от скорости нагружения образца и времени выдержки на грузки. Нагружение должно осуществляться плавно, без толчков и настолько медленно, чтобы скорость опускания пирамиды не сказывалась на размерах отпечатка. Продолжительность выдержки под нагрузкой должна составлять не менее 5 с. Для приборов ПМТ-2 и ПМТ-3 длительность опускания индентора принимается не менее 15 с.

Для правильного определения микротвердости электролитических покрытий необходимо также знать минимальную толщину слоя покрытия, при котором металл основы не будет оказывать искажающего влияния на точность измерений. Это особенно важно, если металл основы мягче металла покрытия. Н. П. Федотьев и П. М. Вячеславов установили, что минимальная толщина покрытия, при которой обеспечивается правильное измерение микротвердости, зависит от твердости покрытия и основы, а также от применяемой нагрузки при вдавлении (или, что то же, от диагонали отпечатка). Авторами предложена следующая формула для расчета минимальной толщины электролитического покрытия l (мкм) в случае, если основа мягче покрытия:

$$l = (H_1 - H_2) d/420,$$

где H_1, H_2 — соответственно микротвердость покрытия и основы при диагонали отпечатка 10 мкм, кгс/мм², d — фактическая длина диагонали отпечатка, мкм.

VI ИЗМЕРЕНИЕ ВНУТРЕННИХ НАПРЯЖЕНИЙ

В процессе электроосаждения вследствие различных структурных искажений в покрытии могут возникнуть внутренние напряжения, причем величина и характер этих напряжений зависят от природы осаждаемого металла и условий электрохимического осаждения. Возникновение внутренних напряжений в покрытии выражается в сжатости или растянутости его по сравнению с нормальным состоянием. В случае растянутого состояния покрытие стремится сжаться, т. е. в нем возникают напряжения сжатия, и, наоборот, если покрытие сжато, в нем возникают напряжения растяжения. Как правило, возникающие в электролитических покрытиях внутренние напряжения достигают больших значений. Наличие в покрытиях внутренних напряжений может привести к резкому снижению антикоррозионных свойств покрытий вследствие растрескивания металла и увеличения пор, а также к отслаиванию от подслоя и понижению усталостной прочности деталей. В связи с этим контроль внутренних напряжений покрытий в производственных условиях так же важен, как контроль толщины и пористости.

Существует множество разнообразных способов для изучения внутренних напряжений, основанных главным образом, на измерении деформации образца в результате сжатия или растяжения металла при электроосаждении. Эти методы можно подразделить на следующие основные группы: 1) методы деформации гибкого катода; 2) метод деформации стеклянного шарика; 3) метод датчиков; 4) рентгенографический метод.

Для измерения внутренних напряжений в практике наиболее часто применяются *методы деформации гибкого катода*. Они подразделяются на методы, при которых изгиб катода определяется в процессе осаждения металла, и методы, в которых величина прогиба (обычно стрела

прогиба) определяется после электролиза. В наиболее простом оформлении определение внутренних напряжений покрытия катода в процессе электролиза производится следующим образом. В качестве катода берется тонкая (толщиной 0,1—0,2 мм) стальная пластинка длиной в несколько сантиметров. Верхний конец катода жестко закреплен, а сторона, противоположная аноду, изолирована специальным лаком, стойким в данном электролите. Металл, таким образом, осаждается только на

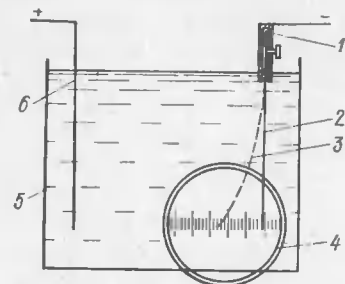


Рис. 22. Схема установки для определения внутренних напряжений в процессе электролиза:

1 — зажимное приспособление; 2 — катод до электролиза; 3 — катод после электролиза; 4 — зрительная трубка; 5 — электролизная кювета; 6 — анод

одной стороне катода. Электролиз ведут в электролизере прямоугольного сечения. Положение нижнего края катода фиксируется с помощью зрительной трубки по шкале, установленной перед электролизером на нуле (рис. 22). Изгиб катодной пластинки может происходить в обе стороны: при сжатии покрытия изгиб направлен в сторону анода, при расширении — в обратную сторону.

Удобная установка для определения изгиба катода в процессе электролиза посредством микроскопа с универсальным штативом состоит из стеклянной электролитической ванны, приспособления для крепления электродов и подводки тока, тубуса микроскопа и универсального штатива, который позволяет перемещать объектив микроскопа во всех направлениях. В некоторых случаях изгиб

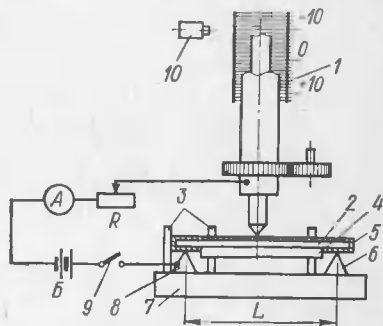


Рис. 23. Измерение остаточных внутренних напряжений в электролитических покрытиях:

1 — штифт вертикального оптиметра; 2 — пластинка; 3 — ограничитель; 4 — покрытие; 5 — изоляция; 6 и 8 — опоры пластинки; 7 — специальный столик; 9 — рубильник; 10 — окуляр

катода можно определить также при помощи оптических приспособлений. Например, поместив ячейку в оптический проектор, можно определить отклонение катода при электролизе по смещению его проекции на экране. Применение оптических приспособлений в несколько раз увеличивает чувствительность прибора. Различные способы и приборы более подробно описаны в специальной литературе [1]; они могут быть использованы для измерения внутренних напряжений в покрытиях по методу изгиба катода в процессе электролиза.

Методы второй подгруппы, которые основаны на изменении деформации гибкого катода, отличаются тем, что изгиб катода определяется после электролиза и характеризуется стрелой прогиба. В наиболее простом варианте испытание проводится следующим образом: испытуемый образец располагается до электролиза на двух опорах и его положение точно фиксируется с помощью микрометра. Затем на одну сторону образца наносится электролитическое покрытие, и образец под влиянием внутренних напряжений прогибается. Стрела прогиба определяется при повторном замере образца после электролиза. Обычно в качестве основы берут латунную плоскопараллельную пластину толщиной 0,8—1,0 мм.

Для более точных измерений внутренних напряжений предложен вертикальный оптиметр, позволяющий определять стрелу прогиба с точностью до 0,3 мкм. Кроме того, в момент соприкосновения измерительного штифта с поверхностью образца замыкается электрическая цепь, в которую последовательно включают миллиамперметр или электрическую лампочку (рис. 23). Таким образом, полностью устраняется возможная ошибка вследствие прогиба образца под давлением собственной массы измерительного штифта.

Расчет величины внутренних напряжений электролитических покрытий, измеренных методом гибкого катода, впервые был сделан Ж. Стони. Впоследствии уравнение выводилось и другими исследователями. Следует отметить, что при расчете внутренних напряжений нужно применять различные уравнения в зависимости от природы основного металла, способа измерения изгиба катода, толщины покрытия по сравнению с толщиной подкладки и других факторов. В большинстве случаев при

измерении деформации катода по стреле прогиба (кгс/мм²) можно пользоваться следующим уравнением:

$$\sigma = \frac{4}{3} \frac{E(h+h_1)^3 f}{l^2 h h_1},$$

где E — модуль упругости, кгс/мм²; h и h_1 — толщина основы и покрытия, мм; l — расстояние между опорами (база), мм; f — стрела прогиба, мм.

В случае измерения деформации катода не по стреле прогиба, а по смещению конца катода, для приближенного расчета величины внутренних напряжений может быть использована следующая формула:

$$\sigma = \frac{1}{3} \frac{E h^2 j}{h_1 l^2},$$

где E — модуль упругости материала катодной пластины кгс/мм²; y — отклонение конца катода, мм; l — длина участка катода с покрытием, мм.

Эта расчетная формула действительна в случае прямо пропорциональной зависимости величины отклонения катода от времени электролиза. Расчеты внутренних напряжений сжатия и растяжения различаются между собой лишь знаком.

VII НЕКОТОРЫЕ МЕХАНИЧЕСКИЕ ИСПЫТАНИЯ ПОКРЫТИЙ

7. ИСПЫТАНИЯ ПОКРЫТИЙ НА ИСТИРАНИЕ (ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ)

Износ — это нежелательное изменение поверхности предмета вследствие отрыва от нее мельчайших частиц. Отрыв частиц может произойти по причинам чисто механического порядка, но часто, в особенности на металлических парах, одновременно с механическими нагрузками наблюдаются также и химические реакции между трущимися парами или с окружающей средой (атмосферой, смазкой); при работе электрических контактов наблюдается электроэрозия.

Мерой износа обычно является убыль материала в результате испытания (истирание), определяемая взвешиванием. Такие испытания называют испытаниями на истирание. Иногда износ характеризуют изменением состояния поверхности, которое может быть определено с помощью специального прибора. В некоторых случаях пользуются другими измерителями (например, продолжительностью испытания или количеством шлифовального материала, необходимого для достижения определенного состояния поверхности). Эти измерители представляют собой, конечно, не абсолютную меру износа образца, а только сравнительные величины.

В большей степени чем ранее описанные, для испытания на истирание может быть рекомендован прибор, основным элементом которого является латунный барабан с натянутым на него сукном (для мягких покрытий) или наждачным полотном (для твердых покрытий). Вместо наждачного полотна иногда можно применять бумагу (чертежную), которая обладает высокими абразивными свойствами. Образец закрепляется в патроне рычага, который лежит на барабане под нагрузкой. Через каждые 50 или 100 оборотов образец приподнимают, охлаждают и с помощью индикатора проверяют на обнаружение основного металла. Мерой износоустойчивости покрытия является число оборотов барабана, необходимое для истирания электролитического покрытия определенной толщины при постоянной нагрузке.

К недостаткам этого прибора следует отнести плохую воспроизводимость результатов испытаний. Хорошая воспроизводимость результатов опытов получается на приборе, разработанном в ЛТИ им. Ленсовета, обеспечивающем возвратно-поступательное движение образца (рис. 24). Трущаяся пара представляет собой стальной или латунный диск диаметром ~15 мм с нанесенным на него покрытием, который перемещается по неподвижной плоскопараллельной пластине. Пластина в случае необходимости покрывается соответствующим электролитическим покрытием. В качестве нагрузки на образец используется съемная гиря. Одновременно истирается несколько образцов. Износоустойчивость покрытия определяется по времени истирания образца до обнажения основы. При высокой износоустойчивости образца определение производится по величине потерь в его массе.

Авторами [3] предложен прибор для оценки износостойкости тонких металлических покрытий. Износостойкость предлагается определять по стираемости покрытия, оцениваемой изменением величины его электрического сопротивления в процессе абразивного воздействия. Абразивный материал стирает покрытие и электрическое сопротивление покрытия возрастает.

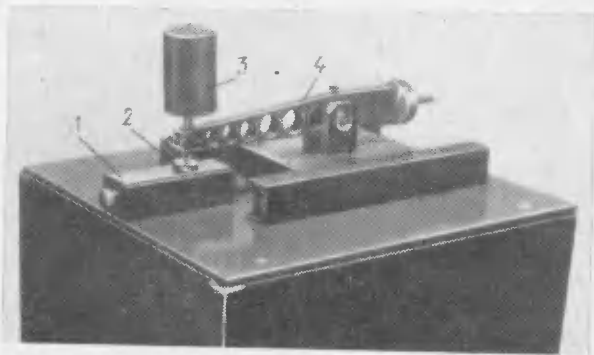


Рис. 24. Прибор для определения износостойкости электролитических покрытий:

1 — плоскопараллельная пластина, закрепленная неподвижно; 2 — подвижный диск; 3 — съемная гиря; 4 — коромысло с поводковым пальцем и противовесом

Критерий оценки износостойкости покрытия — число циклов до определенного значения удельного сопротивления, а также кривизна графика зависимости удельного сопротивления от числа циклов.

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНТИФРИКЦИОННЫХ СВОЙСТВ ПОКРЫТИЙ

При выборе покрытия для трущихся деталей конструируемой машины, а также при ее ремонте или изыскания способов повышения износостойкости прибегают к лабораторным исследованиям. Наиболее важными для оценки покрытия с этой точки зрения являются следующие характеристики: антифрикционные — износостойкость, прирабатываемость, способность выдерживать удельные давления; способность длительно работать при выключении подачи смазки; низкий коэффициент трения; способ-

ность противостоять схватыванию или заеданию; способность сопротивляться циклическим контактными нагрузкам; прочностные — способность сопротивляться динамическим ударными нагрузкам и прочность сцепления.

Способы оценки антифрикционных свойств материала покрытий различны. Из них могут быть рекомендованы следующие. Износостойкость и прирабатываемость покрытий может быть оценена на машине трения АЕ-5. Машина АЕ-5 позволяет испытывать на износ покрытия в широком диапазоне заданных удельных давлений, скоростей скольжения, температур и при различных режимах смазки. На этой же машине может производиться определение коэффициента трения, предельных нагрузок, которые способно выдержать покрытие при длительной работе в заданных условиях трения, а также способности материала покрытия длительно работать при выключении подачи смазки.

Способность материала покрытия противостоять схватыванию (заеданию) можно определять на специальном приборе для испытания металлов на заедание. В приборе между двумя параллельными короткими цилиндрическими образцами сжимается расположенный перпендикулярно им третий длинный образец. При протягивании этого образца на разрывной машине составляется график путь—сила трения. Анализируя величину силы трения и характер ее изменения, можно оценить склонность испытываемой пары к схватыванию. Меняя место контактирования, можно испытывать одни и те же образцы несколько раз. При этом несоответствие результатов в определении максимальной силы трения обычно составляет не более 10%. Описанный метод дает возможность точно определять площади контакта и удельные нагрузки при заедании, оценивать влияние тонких оксидных покрытий и электролитически нанесенных слоев металлов, а также влияние на схватывание и заедание различных факторов (смазок, температуры и др.).

Прочностные характеристики покрытий или их способность сопротивляться различным нагрузкам определяются обычно на специальных машинах или устройствах. Так, определение способности покрытия сопротивляться циклическим контактными нагрузкам можно провести на машине трения МИ; динамическим нагрузкам — на специальном приспособлении, которое позволяет подвергать

испытываемую поверхность ударной нагрузке — мгновенным сжатием или сжатием со сдвигом.

Комплексная оценка антифрикционных и прочностных свойств покрытия позволяет установить его пригодность к эксплуатации в условиях трения. В работе [10] дано более подробное описание методов испытаний антифрикционных свойств покрытий, а также некоторых результатов, полученных при испытаниях подобного рода для некоторых видов покрытий (никель, пористый хром и др.).

9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХРУПКОСТИ (ЭЛАСТИЧНОСТИ) ПОКРЫТИЙ

Хрупкость — один из основных показателей качества электролитического покрытия, определяющий возможность применения его в тех или иных условиях эксплуатации. В процессе электроосаждения и предварительной обработки поверхности металла кроме хрупкости покрытия может возникнуть хрупкость и самого изделия. Повышенная хрупкость деталей может быть причиной их быстрого разрушения при эксплуатации. Поэтому желательно определять хрупкость изделий при их контроле.

Характеристикой покрытия, обратной хрупкости, является его эластичность. Чем больше хрупкость покрытия, тем меньше его эластичность. Прибор для определения относительной эластичности покрытий предложен Н. Д. Томашевым, М. Н. Тюкиной и Г. К. Блинчевским (рис. 25).

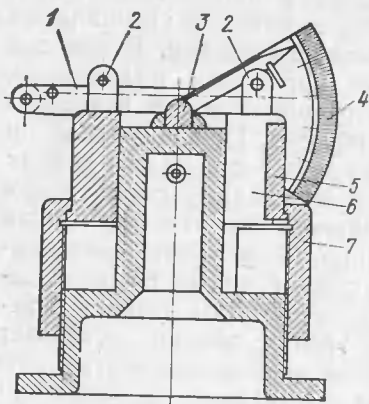


Рис. 25. Схема прибора для определения хрупкости (эластичности) покрытий:

1 — испытуемый образец; 2 — ролики; 3 — цилиндрическая опора; 4 — лимб; 5 — опорная втулка; 6 — шпонка; 7 — гайка рабочая

Построен он по принципу винтового пресса и дает возможность отсчитывать угол изгиба образца.

Испытуемый образец в виде пластинки размером $15 \times 60 \times 1$ мм подводится под ролики и при помощи спе-

циальной пружины плотно к ним прижимается. Ролики изгибают образец, опирающийся в центре на цилиндрическую опору, и стрелка прибора начинает двигаться по шкале. Степень эластичности (или хрупкости) покрытия определяют по углу изгиба до момента появления очень коротких (1—2 мм) трещин на поверхности образца. Чем больше угол, при котором покрытие начинает растрескиваться в месте изгиба, тем меньше хрупкость покрытия. Появление первичной трещины можно наблюдать визуально, если источник света (дневной свет или искусственное освещение) и глаз наблюдателя находятся с одной стороны от грани излома пленки. Этот способ определения эластичности и хрупкости покрытий может быть рекомендован для заводских лабораторий как быстрый способ оценки их качества. Прибор дает относительную оценку эластичности различных покрытий лишь в случае получения их на одном и том же материале и при одинаковой толщине образцов. Перед испытанием образцы рекомендуется выдерживать в эксикаторе не менее суток.

Другой метод определения хрупкости заключается в определении числа скручиваний, необходимых для перелома образца. Величина хрупкости при этом характеризуется сопротивляемостью скручиванию, выражаемой следующим образом (%):

$$Y = 100 v/v_0,$$

где v — число скручиваний, необходимое для излома изучаемого образца; v_0 — число скручиваний, необходимое для излома нехрупкой (стандартной) проволоки.

Предложен также метод оценки хрупкости электролитических покрытий, основанный на растяжении образца с покрытием до появления на поверхности трещин. Трещины определяются путем микроскопического наблюдения. Авторами метода [8] разработан портативный прибор.

10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕМЕННОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ (ПРЕДЕЛА ПРОЧНОСТИ) ПОКРЫТИЙ

Временное сопротивление, или предел прочности металла на разрыв (кгс/мм^2), определяется по формуле

$$\sigma_B = P_B/F_0,$$

где P_0 — нагрузка на образец, кгс; F_0 — начальное сечение образца, мм.

Образцы для испытаний готовят следующим образом. На полированную пластинку из нержавеющей стали наращивается электролитический слой покрытия толщиной 50—100 мкм, который затем легко отделяется. Из него при помощи штампа вырезается образец специальной формы (рис. 26), который испытывают на разрывной машине для испытания образцов проволоки и тонкой ленты на растяжение. Для этих же целей может быть применена микроразрывная машина конструкции Я. Б. Фридмана. Вырезка образца при помощи штампа приводит к образованию неровностей на его кромках. Кроме того, воздей-

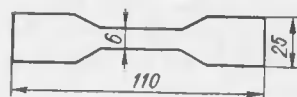


Рис. 26. Форма образца для испытания предела прочности

ствие штампа может привести к искажениям кристаллической решетки, что в свою очередь скажется на получаемых результатах. Эти недостатки метода устраняются при способе изготовления образцов, предложенном К. И. Тихоновым [13]. После электролиза и снятия покрытия с основы его поверхность покрывают воском. По воску прочерчивают контур испытываемого образца (рис. 26), по которому вытравливают образец. Раствор для вытравливания может быть подобран в каждом определенном случае. Например, для медных покрытий используют $FeCl_3$ (300 г/л). Воск с поверхности образца удаляется промывкой в бензине.

Следует отметить, что определение предела прочности электролитических покрытий связано с некоторыми трудностями, в то время как определение твердости производится значительно проще (см. гл. V). Зависимость между пределом прочности σ_b и микротвердостью H_μ изучалась для никелевых покрытий, полученных из серноокислых, хлористых, борфтористоводородных и сульфатных электролитов, и для медных покрытий, полученных из серноокислых, цианистых, борфтористоводородных, кремнефтористоводородных и пирофосфатных электролитов [12]. Было установлено, что предел прочности и микротвердость покрытий связаны между собой прямолинейной

зависимостью, которая может быть выражена следующим уравнением:

$$\sigma_b \approx KH_\mu,$$

где K — эмпирический коэффициент, равный 0,35 для медных покрытий и 0,25 для никелевых. Значение коэффициента K может колебаться в известных пределах (например, $K = 0,23$ для серноокислого электролита никелирования и 0,31 для хлористого), однако на практике во многих случаях можно пользоваться приведенным уравнением для определения предела прочности покрытия по известному значению его микротвердости.

11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УСТАЛОСТНОЙ ПРОЧНОСТИ ПОКРЫТИЙ

Усталость — процесс избирательного разрушения металла, вызываемого многократными нагружениями циклического характера. Известно, что электролитические покрытия значительно снижают усталостную прочность стали. Например, в результате электролитического осаждения хромовых покрытий усталостная прочность стали значительно снижается, причем это снижение находится в прямой зависимости от толщины слоя покрытия, что в ряде случаев приводит к разрушению деталей в процессе эксплуатации. В связи с этим после покрытия изделия следует проверять на их соответствие требованиям по усталостной прочности. Испытания проводятся по методикам, принятым для стальных образцов без покрытий. При этих испытаниях нагружения, способные вызвать усталость, производятся многократным повторением циклов нагружений от наибольшего значения к наименьшему, и обратно. Число циклов нагружения во время испытаний является его важнейшей характеристикой и обычно автоматически регистрируется специальным счетчиком.

Машины для испытаний на усталостную прочность чрезвычайно разнообразны. Они могут быть классифицированы по разновидности напряженного состояния образца, а также по схеме и способу нагружения образца. По первому признаку машины делятся на осуществляющие циклы переменного нагружения на изгиб, кручение, растяжение — сжатие, сложные напряженные состояния

и т. д. По второму признаку машины следует разделить на две большие группы: 1) машины с задаваемой величиной нагружения образца, осуществляющие принцип постоянства нагрузки в течение всего времени испытания; 2) машины с задаваемой величиной деформации образца, когда осуществляется принцип неизменности деформации во все время испытания. В частности, испытания образцов с покрытиями можно проводить на машине типа Шенка на цилиндрических стальных образцах диаметром 7,2 мм. Базой для определения предела усталости при испыта-

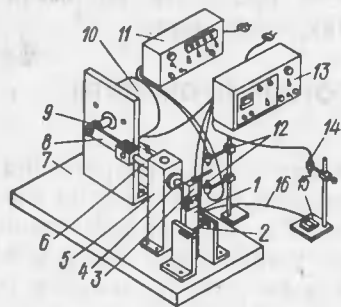


Рис. 27. Схематическое изображение автоматической установки:

1 — образец; 2 — прижимные стержни; 3 — верхний прижим (тиски); 4 — изолятор; 5 — направляющая стойка; 6 — шток; 7 — изоляционное основание; 8 — шатуны; 9 — эксцентрик; 10 — электродвигатель; 11 — полупроводниковый счетчик с программным задатчиком ЕСА-3; 12 — фотодатчик; 13 — блок автоматики и питания; 14 — осветитель; 15 — милливольтметр; 16 — провода электрические

нии служат $5 \cdot 10^6$ циклов. Подробное описание и схемы других испытательных машин имеются в специальной литературе [15].

Г. Г. Гугунишвили и Г. И. Чантурия сконструирована усовершенствованная установка настольного типа, позволяющая в автоматическом цикле с высокой точностью испытывать образцы на усталостную прочность [5]. Установка осуществляет поворотный изгиб с определенным плечом перегиба и оснащена быстродействующими средствами объективного контроля и фиксации результатов испытаний. Весьма простая электромеханическая система установки (рис. 27) обеспечивает надежность ее работы и позволяет при необходимости проводить испытания при малых величинах амплитуды колебания образцов (несколько миллиметров). Электрическая схема установки обеспечивает увеличение электрического сопротивления образца при появлении усталостной трещины вследствие повышения напряжения в цепи. То же наблюдается при мгновенном возникновении усталостной трещины на образце по всему его поперечному сечению. Эксперименты показали надежность работы установки.

12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ ШЕРОХОВАТОСТИ ПОВЕРХНОСТИ ПОКРЫТИЙ

Для внешнего вида поверхностей после покрытий, их износостойкости, а также для их стойкости против коррозии существенное значение имеет степень шероховатости поверхности.

В процессе осаждения электролитических покрытий происходит изменение микрогеометрии поверхности. В некоторых случаях в процессе покрытия происходит сглаживание шероховатости поверхности основы, что приводит к ее улучшению (никелирование), в иных случаях, наоборот, наблюдается увеличение шероховатости (цинкование), а иногда процесс покрытия проходит при неизменной микрогеометрии (лужение, кадмирование и др.). Предложен ряд методов измерения степени шероховатости поверхности. Часть из них дает только качественные данные, что обычно является достаточным для технологического контроля в производстве. Другие методы допускают получение количественных данных о микрогеометрии поверхности и таким образом удовлетворяют более высоким требованиям технологического процесса и научных исследований.

Относительно широко используются так называемые *эталоны шероховатости*, которые допускают получение числовых выражений качества поверхностей детали путем зрительного и осязательного сравнения. Эталоны изготавливают гальванопластикой по исходному образцу, форму им придают штамповкой; выпускаются они с определенными характеристиками шероховатости. С ними сравнивают испытываемые изделия. *Испытание с помощью микроскопа в отраженном свете* позволяет определить шероховатость поверхности покрытия путем фокусирования микроскопа на впадины и вершины профиля. Шероховатость, таким образом, определяется как разница высот установки микроскопа.

В настоящее время для измерения шероховатости поверхности чаще всего применяют *метод ощупывания*. Приборы этого рода (профилографы, профилометры) ощупывают поверхность механическим щупом в двух измерениях. Колебания игольчатого щупа после оптического увеличения или электронного усиления являются мерой шероховатости. Вследствие малого радиуса закругления

острия игольчатого щупа (2—10 мкм) уже при нагрузках на щуп порядка 0,1 гс получают настолько высокие давления, что в процессе измерения на поверхности могут образоваться остаточные деформации. Это нужно иметь в виду, особенно при использовании мягких металлов. С помощью особого регистрирующего устройства можно получить диаграмму профиля. Такие диаграммы поверхности одновременно с количественной характеристикой поверхности дают ряд ее качественных характеристик. Приборы подобного рода позволяют определять не только шероховатость поверхности, но и так называемую волнистость и прочие дефекты поверхности. Протяженность участка, на котором производится «ощупывание», должна быть по возможности большой. Обычно пределы измерения шероховатости поверхности лежат между 0,1 и 1000 мкм.

По способам преобразования и усиления колебаний движущегося типа профилографы разделяются на механические, оптико-механические и электромеханические. В настоящее время механические приборы практически не применяются. В электрохимических исследованиях в настоящее время широко применяются индуктивный профилограф — профилометр отечественного производства «Калибр».

Предлагается также *оптический метод* определения шероховатости, заключающийся в измерении поперечных шлифов и связанный с разрушением изделия. Шероховатость в этом случае может определяться одновременно с толщиной покрытия. Следует отметить, что для определения шероховатости поверхности могут быть использованы все оптические методы, которые применяются для определения толщины покрытий.

Поскольку шероховатость поверхности является мерой различия между истинной поверхностью образца и его видимой поверхностью, то определяя шероховатость покрытия, тем самым можно определить и его истинную поверхность [6].



VIII ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПОКРЫТИЙ

13. ИЗМЕРЕНИЕ УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ

Измерение удельного сопротивления может производиться как на покрытии, отделенном от основы, так и вместе с основой. Метод основан на измерении удельного электрического сопротивления покрытия с помощью электроизмерительного моста. Метод применяется при определении удельного электрического сопротивления любых металлических покрытий. Измерение сопротивления от $1 \cdot 10^{-5}$ до 100 Ом производится при помощи моста МТВ по схеме двойного мостика. При измерении сопротивлений от 10^{-5} до 10^5 Ом можно применять мост типа МОД-54. Допускается применять приборы других типов с тем же пределом измерения и того же класса точности. Схема измерения представлена на рис. 28.

Основными элементами схемы являются: источник постоянного тока — аккумуляторная батарея B напряжением 2—4 В и емкостью 100—200 А·ч, зеркальный гальванометр G , амперметр A , реостат R , переключатель P — для изменения направления тока в цепи измеряемого сопротивления и образцовой катушки — и комплект образцовых катушек сопротивления. С измеряемым сопротивлением образцовая катушка должна быть соединена при помощи толстой медной шины сопротивлением не более $1,5 \cdot 10^{-4}$ Ом (включая переходные сопротивления зажимов) с хорошо защищенными контактными поверхностями. Сопротивление соединительных проводов к потенциометру должно быть не более 0,01% от сопротивлений плеч моста.

При пользовании схемой двойного моста в измерении участвуют сопротивления обоих штепсельных магазинов $R1$ и $R2$, а также сопротивления декад R_d . Магазины сопротивлений $R1$ и $R2$ совершенно одинаковы и каждый состоит из четырех сопротивлений (10, 100, 1000 и 10 000 Ом). Изменение пределов измерения осуществляется путем введения двух штепселей в соответствующие гнезда. Третий штепсель вводится в холостое гнездо T . К сопротивлениям $R1$ и $R2$ через зажимы R_N присоединяют потенциальные концы образцовой катушки сопро-

тивления R_N , а к сопротивлениям декад R_d через зажимы X_T присоединяются потенциальные концы измеряемого сопротивления. Измерение сопротивления производят следующим образом. Контролируемое покрытие осаждают на проволоку диаметром 0,1 мм, длиной 0,10—0,15 м из материала с большим электрическим сопротивлением (константановую). Длину проволоки и диаметр ее до и после нанесения покрытия измеряют на оптиметре. Проволоку с контролируемым покрытием присоединяют к соответствующим клеммам моста для измерения сопротивления. Измеряют сопротивление основного металла без покрытия и сопротивление проволоки с покрытием. Допускается производить измерение на плоском образце, представляющем металлическое покрытие, отделенное от основного металла. Вначале выбирается и включается образцовая катушка сопротивления R_N , затем регулировкой сопротивления реостата подбирается сила тока, допустимая для образцовой катушки и измеряемого сопротивления.

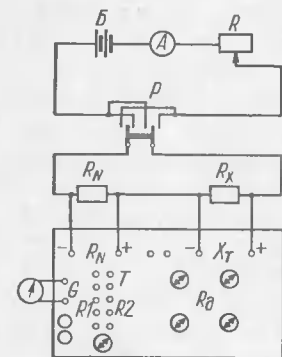


Рис. 28. Схема установки для измерения электропроводности электролитических покрытий

Путем регулировки положения рычажных переключателей плеча R_d добиваются отсутствия отклонения.

В случае измерения электросопротивления электролитического покрытия (без основы) особое внимание следует обратить на подбор металла основы, который должен обеспечить легкое снятие слоя покрытия и получение беспористой структуры. Осаждение ведется на плоский образец. Толщина слоя должна быть не менее 20—30 мкм. Из полученной заготовки вырубает штампом или вытраивают полоску фольги размером 50×5 мм. Значение измеряемого сопротивления определяется по формуле

$$R_x = R_N R_d / R_1 = R_N R_d / R_2,$$

где $R_1 = R_2$ — величина сопротивлений, установленных при помощи штепсельных переключателей.

В случае измерения сопротивления электролитического покрытия без отделения от основы необходимо,

чтобы основа обладала значительно большим сопротивлением, чем покрытие. Этого можно достигнуть уменьшением толщины основы или подбором соответствующего металла; толщина покрытия не должна быть менее 20—30 мкм. При этом способе необходимо произвести два измерения: измерение электросопротивления основы без покрытия и суммарного сопротивления основы с покрытием. Расчет сопротивления покрытия производится по формуле

$$R_x = R'_x R'' / R'' - R'_x,$$

где R'_x — суммарное сопротивление основы и покрытия; R'' — сопротивление основы.

Оба сопротивления измеряются и подсчитываются по формуле, приведенной в первом методе (см. стр. 80). Удельное сопротивление подсчитывается по следующей формуле:

$$\rho = R_x S / l,$$

где ρ — удельное сопротивление покрытия, Ом·мм²/м; R_x — измеренное сопротивление, Ом; S — поперечное сечение покрытия, мм²; l — длина измеряемого участка, м.

Поперечное сечение покрытия S (мм²) определяется по формуле

$$S = \frac{\pi}{4} (D_1^2 - D_2^2),$$

где D_1 и D_2 — диаметры проволоки с покрытием и без покрытия, мм.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение трех измерений.

Н. П. Гнусин, Н. Я. Коварский и В. М. Шкаруба предложили методику измерения электропроводности (электрического сопротивления) электролитических покрытий во время электролиза [4]. В качестве катода они использовали тонкую (примерно 20 мкм) фольгу из пермаллоя или никеля. Электросопротивление катода R_k измеряли по падению напряжения переменного тока при частоте 200—400 Гц с помощью лампового микровольт-

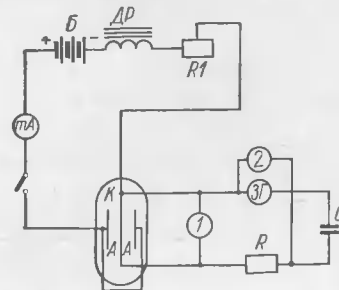


Рис. 29. Схема для измерения переходной электропроводности электролитического покрытия в процессе электролиза

метра У2-1А (1 на рис. 29). Источником переменного тока служил звуковой генератор ЗГ-10. Силу тока рассчитывали по показаниям лампового вольтметра МВЛ-3 (2), подключенного к концам эталонного сопротивления R . Разделение измерительной цепи и цепи постоянного тока осуществлялось дросселем Dp емкостью C и сопротивлением R_1 ($R_1 \gg R$).

Сосуд, в котором вели электролиз, представляет собой прямоугольную ванну $2 \times 4 \times 20$ см с симметричным расположением анодов относительно катода. Химическую устойчивость основы в исследуемом электролите проверяли по отсутствию изменения электропроводности $\kappa_{осн}$ (1/Ом) при длительной выдержке в растворе. Удельную электропроводность покрытия см/(Ом·мм²) рассчитывали по формуле

$$\kappa_{п} = \frac{(\kappa_{к} - \kappa_{осн}) l}{h d},$$

где $\kappa_{к}$ — конечное значение электропроводности катода после осаждения, 1/Ом; l и d — длина и ширина катода, см; h — толщина покрытия, мм.

Величину электропроводности покрытия никеля, полученную по описанной методике, сравнивали со значением электропроводности для этого же покрытия, отделенного от основы. Проверка показала полное совпадение результатов с точностью 1,5%.

14. ИЗМЕРЕНИЕ ПЕРЕХОДНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ

Определение переходного электрического сопротивления покрытий требуется при нанесении их на электрические контакты.

Методика измерения, предложенная Р. Р. Фределем, заключается в определении переходного сопротивления точечного контакта двух латунных или бронзовых проволок диаметром 1 мм с нанесенным на них электролитическим покрытием. Проволоки расположены крестообразно, причем с помощью специального приспособления нагрузку на верхнюю проволоку можно менять. Рекомендуемые нагрузки при измерении переходного электрического сопротивления 10, 20, 50, 100 гс при силе тока

50 мА, 100 мА. Измерение производят при температуре 18—25° С и относительной влажности воздуха 40—75%. К концам разных проволок через реостат и амперметр подключается источник постоянного тока. Падение напряжения в месте контакта, а следовательно, и сопротивление измеряется при помощи потенциометра, подключенного к другим концам этих же проволок. Принципиальная схема измерения приведена на рис. 30.

Контролируемые образцы подключают с помощью клемм $Kл1$, $Kл2$, $Kл3$ и $Kл4$ в установку, состоящую из источника постоянного тока B , амперметра, эталонной катушки L , реостата R . Нагрузку на контакт и силу тока устанавливают в зависимости от требований к контакту. Падение напряжения в месте контакта и падение напряжения на зажимах эталонной катушки измеряют потенциометрами типов Р306, Р307 и др.

Переходное электрическое сопротивление R_x (Ом) определяют по формуле

$$R_x = \Delta E / I,$$

где ΔE — падение напряжения в контакте, мВ; I — сила тока в цепи, мА.

Силу тока в цепи I (мА) определяют по формуле

$$I = \Delta E_1 / R_{эт},$$

где ΔE_1 — падение напряжения на зажимах катушки, мВ; $R_{эт}$ — сопротивление эталонной катушки, Ом. Рекомендуемые значения $R_{эт} = 0,1 \div 1,0$ Ом.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение трех измерений.

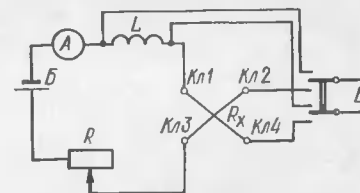


Рис. 30. Схема для измерения переходного электрического сопротивления электролитического покрытия



IX ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОРРОЗИОННОЙ СТОЙКОСТИ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

Коррозионная стойкость металла — это способность металла противостоять химическому или электрохимическому разрушению при воздействии среды, в которой он эксплуатируется. Коррозионная стойкость может оцениваться качественно или количественно. К качественным методам оценки коррозии относятся, например, наблюдение внешнего вида (визуальный метод) и микроскопирование.

Визуальное наблюдение состояния поверхности применяется в тех случаях, когда продукты коррозии остаются на образце в виде нерастворимого осадка. Происходящие изменения регистрируются путем краткого описания, а также при помощи фотографирования. *Микроскопирование* применяется для более тщательного изучения образцов, подвергающихся коррозии. Для исследования обычно применяют бинокулярный микроскоп при увеличении 20—100.

Количественно коррозионная стойкость часто оценивается наиболее простыми показателями: временем появления первого коррозионного очага и числом коррозионных центров на единице поверхности. В ряде случаев о коррозионном процессе судят по изменению механических свойств, электрического сопротивления, отражательной способности. Весьма широко применяется определение потери массы образца (изменение толщины), при этом некоторая трудность заключается в том, чтобы удалить с образца продукты коррозии, не затронув в то же время самого металла. Это достигается подбором соответствующих растворителей.

Для пересчета глубинного показателя (мм/год) в массовый применяется формула

$$П = 876K/100\gamma,$$

где K — массовый показатель (потеря массы), г/м²·ч; γ — плотность металла, г/см³.

Наиболее правильное представление о коррозионной стойкости изделий может быть получено при испытаниях в естественных условиях эксплуатации (*полевые и натурные испытания*), но продолжительность этих испытаний

не позволяет рекомендовать их для производственного контроля. Для определения коррозионной стойкости изделий в производственных условиях чаще всего ограничиваются *ускоренными коррозионными испытаниями*.

Наиболее простым и доступным методом определения коррозионной стойкости металла является испытание в открытом сосуде (*метод погружения*). Образцы подвешиваются на нить из инертного материала (капроновая, шелковая нитка и др.). В одном сосуде должен испытываться только один образец (или несколько параллельных образцов). Количество раствора выбирается в зависимости от площади образца, предполагаемой скорости коррозионного разрушения и продолжительности испытания. Обычно на 1 см² поверхности образца приходится от 20 до 200 мл раствора. Образец может быть погружен полностью или наполовину. В последнем случае коррозионный процесс быстрее всего идет по границе раздела воздух—раствор. Испытание можно ускорить перемешиванием раствора. Значительное ускорение испытания в ряде случаев достигается при переменном погружении образца. Этот принцип переменного погружения используется в ряде различных приборов, в которых образец погружается и извлекается автоматически. Время пребывания образцов в жидкости и на воздухе выбирается чаще всего в пределах 1 : 1, 1 : 10, 10 : 1. Для некоторых видов катодных покрытий, предназначенных для защиты основного металла от агрессивной среды этот метод является весьма ценным.

Для испытания в условиях, приближающихся к атмосферной коррозии, применяют ускоренные коррозионные испытания в специальных *влажных камерах*. Образцы, находящиеся в этой камере, непрерывно или периодически обрызгиваются из пульверизатора коррозионным раствором, причем струя распыленной жидкости при любой конструкции камеры не должна попадать на образцы. Для этого перед пульверизатором укрепляется стеклянный экран под углом 45° к распыляемой струе. Специальный вентилятор равномерно распределяет по камере туман. В качестве раствора, применяемого для распыления, наиболее часто используется 3%-ный раствор хлористого натрия.

Для проверки коррозионной стойкости многослойных покрытий никель—хром или медь—никель—хром по

стали и цинковому литью под давлением можно рекомендовать так называемое *корродкот-испытание*. После испытания повреждения покрытия, доходящие до основного металла, определяют по местному выделению продуктов коррозии (например, точки ржавчины). Испытание производят следующим способом.

1. Очищают детали при помощи спирта, диэтилового эфира, ацетона или бензина.

2. Наносят на образец равномерно тонкий (около 50 мкм) слой корродкот-пасты. Пасту наносят вручную кисточкой или пульверизацией.

Корродкот-паста имеет следующий состав (г):

Хлорид железа	0,99
Нитрат меди	0,21
Хлорид аммония	6,0
Каолин	180
Вода дистиллированная или полностью обессоленная, мл	300

Хлорид железа, нитрат меди и хлорид аммония растворяют в 50 мл воды, затем добавляют каолин и остальные 250 мл воды. Все компоненты размешивают до состояния пасты. Для данной пасты пригоден не каждый сорт каолина. Хорошо оправдал себя каолин, соответствующий приведенным ниже требованиям:

Содержание вещества глины, % по массе	93±5
Остаток на сите, % (не более)	0,10
Общая щелочность (в виде $K_2O + Na_2O$), % по массе (не более)	0,60

3. Просушивают пасту на образце при комнатной температуре и относительной влажности ниже 50% в течение 1 ч.

4. Выдерживают образец во влажной камере при 38° С и 80—90%-ной относительной влажности воздуха: на деталях не должно быть никакого отложения конденсата. Во время испытания влажный воздух пропускают через соответствующий прибор для обеспечения равномерной температуры и распределения влажности. Продолжительность цикла — 16 ч.

5. По окончании выдержки образцы вынимают из камеры, очищают от пасты при помощи проточной воды и чистой мягкой салфетки или пластмассовой губки. Допускается применение слабого абразива.

6. Для повторного выявления мест повреждения образцы выдерживают во влажной камере или камере солевого тумана.

Корродкот-испытания применяют преимущественно для производственного контроля, так как результаты этих испытаний получают быстрее климатических.

Список литературы

1. Ваграмян А. Т., Соловьева З. А. Методы исследования электроосаждения металлов. Изд-во АН СССР, 1960. 448 с.
2. Валитов А. М., -З., Шиллов Г. И. Приборы и методы контроля толщины покрытий. Справочное пособие. Л., «Машиностроение», 1970. 120 с.
3. Вережкина С. А., Глуховский Г. С., Авиллов Г. В. Прибор для оценки износостойкости тонких металлических покрытий. — «Заводская лаборатория», 1973, т. 39, № 1. 94 с.
4. Гнусин Н. П., Коварский Н. Л., Шкаруба В. М. Измерение электропроводности гальванических осадков во время электролиза. — «Заводская лаборатория», 1966, т. 32, № 7. 826 с.
5. Гугуншвили Г. Г., Чантурия Г. И. Усовершенствованная установка для испытания тонких монометаллических образцов покрытий на усталостную прочность. — «Заводская лаборатория», 1975, т. 41, № 10. 1275 с.
6. Коварский Н. Л., Гнусин Н. П. Приближенная оценка истинной поверхности компактных гальванических осадков методом профилографирования. — «Защита металлов», 1965, № 4. 450 с.
7. Круглова Е. Г., Вячеславов П. М. Контроль гальванических ванн и покрытий. М.—Л., Машгиз, 1961. 144 с.
8. Лабораторный метод определения хрупкости электролитических покрытий. — «Заводская лаборатория», 1972, т. 38, № 5. 608 с.
9. Метод определения прочности сцепления электролитического покрытия с основой. — «Заводская лаборатория», 1973, т. 39, № 4. 469 с. Авт.: П. М. Вячеславов и др.
10. Плетнев Д. В., Брусенцова В. Н. Основы технологии износостойких и антифрикционных покрытий. М., «Машиностроение», 1968.
11. Способ измерения пористости фольги. — «Заводская лаборатория», 1976, т. 42, № 9, 1376 с. Авт.: П. М. Вячеславов и др.
12. Федотьев Н. П., Вячеславов П. М., Захарова Т. П. Предел прочности и микротвердость электролитического никеля. — В кн.: Теория и практика электроосаждения никеля. Вильнюс. 1967. 152 с.
13. Федотьев Н. П., Тихонов К. И. Исследование прочности электролитических осадков никеля. — ЖПХ, 1971, т. 44, № 8, 1828 с.
14. Хамракулов Т. К., Агасян П. К. Кулонометрический метод определения толщины серебряных гальванических покрытий. — «Заводская лаборатория», 1972, т. 38, № 1, 24 с.
15. Шапошников Н. А. Механические испытания металлов. М.—Л. Машгиз, 1954. 444 с.
16. Электрохимический метод определения толщины тонких хромовых покрытий на стали. — «Заводская лаборатория», 1972, т. 38, № 9. 1117 с. Авт.: И. В. Анисимова и др.

Содержание

Предисловие	3
I. Измерение толщины покрытий	4
1. Методы измерения толщины слоя с разрушением изделия	—
2. Неразрушающие (физические) и другие методы измерения толщины слоя	30
II. Определение пористости электролитических покрытий	36
3. Определение пористости защитных и защитно-декоративных покрытий	37
4. Определение пористости износостойких хромо-вых покрытий	45
III. Измерение блеска покрытий	47
IV. Измерение прочности сцепления электролитических покрытий с основой	52
5. Качественные методы определения прочности сцепления	54
6. Количественные методы определения прочности сцепления	57
V. Измерение твердости покрытий	61
VI. Измерение внутренних напряжений	65
VII. Некоторые механические испытания покрытий	68
7. Испытание покрытий на истирание (износостойкость)	—
8. Определение антифрикционных свойств покрытий	70
9. Определение хрупкости (эластичности) покрытий	72
10. Определение временного сопротивления (предела прочности) покрытий	73
11. Определение усталостной прочности покрытий	75
12. Определение степени шероховатости поверхности покрытий	77
VIII. Определение электрических характеристик покрытий	79
13. Измерение удельного электрического сопротивления	—
14. Измерение переходного электрического сопротивления	82
IX. Определение коррозионной стойкости электролитических покрытий	84
Список литературы	87

ИЗДАТЕЛЬСТВО «МАШИНОСТРОЕНИЕ»

БИБЛИОТЕЧКА ГАЛЬВАНОТЕХНИКА

ПЕРЕЧЕНЬ ВЫПУСКОВ

1. С. Я. Грилихес. Обезжиривание, травление и полирование металлов
2. В. А. Ильин. Цинкование, кадмирование, лужение и свинцевание
3. А. М. Ямпольский. Меднение и никелирование
4. М. Б. Черкез, Л. Я. Богорад. Хромирование
5. П. М. Вячеславов. Электролитическое осаждение сплавов
6. А. М. Ямпольский. Электролитическое осаждение благородных и редких металлов
7. С. Я. Грилихес. Оксидные и фосфатные покрытия металлов
8. В. А. Ильин. Металлизация диэлектриков
9. П. М. Вячеславов, Н. М. Шмелева. Методы испытаний электролитических покрытий

Вильямс

37013

chipmaker.ru