

前 言

本标准修改采用 ISO 3892:2000《金属材料上的转化膜 单位面积膜质量的测定 重量法》(英文版)。

本标准根据 ISO 3892:2000 重新起草,并作如下修改:

——取消了 ISO 3892 的前言;

——用“本标准”代替“本国际标准”;

——为便于操作,4.3.1 具体规定了重铬酸铵 20 g/L(用质量分数为 25%~30%的氨水配制)。

本标准代替 GB/T 9792—1988《金属材料上的转化膜 单位面积上膜层质量的测定 重量法》。

本标准与 GB/T 9792—1988 相比主要变化如下:

——钢铁上的磷酸锌膜的退膜温度由 $70^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 改为 $75^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ (1988 年版 4.1.1、4.1.2,本版 4.2.2.2);

——除进行钢铁上的磷酸锰膜和磷酸铁膜的测定外,在进行其他转化膜的测定时,试件退膜、清洗、干燥、称量程序由原来须重复进行多次以达到恒质量,改为只要求进行一次操作(1988 年版 4.1.2,本版 4.2.2.2、4.3.2、4.4.2;1988 年版 4.2.2,本版 4.5.2;1988 年版 4.3.1.2,本版 4.6.1.3;1988 年版 4.3.2.2,本版 4.6.2.2);

——将铝及铝合金上的铬酸盐膜和非晶态磷酸盐膜的新鲜膜定义改为:在 $25^{\circ}\text{C} \sim 45^{\circ}\text{C}$ 之间干燥 3 h~5 h 的膜(1988 年版 4.3.1,本版 4.6.1.1)。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国金属与非金属覆盖层标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:武汉材料保护研究所。

本标准主要起草人:王菊荣、谢蕴丹、毕艳、余静琴、李鑫庆。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 9792—1988。

金属材料上的转化膜

单位面积膜质量的测定 重量法

警告:若不采取适当防护,本标准所列材料、操作和设备可能有害。本标准无意涉及与其应用相关的一切安全问题。本标准用户的责任是在使用本标准之前制定相应的健康和安全措施,并确定相应管理权限的适用范围。

1 范围

本标准规定了测定金属材料上单位面积转化膜质量的方法。

本方法适用于:

- 钢铁上的磷酸盐膜;
- 锌和镉上的磷酸盐膜;
- 铝及铝合金上的磷酸盐膜;
- 锌和镉上的铬酸盐膜;
- 铝及铝合金上的铬酸盐膜。

本方法仅适用于没有任何附加覆盖层(例如油膜、水基或溶剂型聚合物膜或蜡膜)的转化膜。

本方法未指明测量区的裸斑存在与否或转化膜厚度低于规定最低厚度的部位。此外,每个测量面所得到的一些单个数值是该测量面范围内的转化膜的平均厚度,不可能对这种单个的测量值作进一步的数学分析,例如为统计检验目的的分析。

2 仪器

2.1 器皿

由玻璃或其他不被试液腐蚀的适当材料制成,试件在此器皿中退除转化膜。

2.2 分析天平

感量为 0.1mg,用于称量转化膜溶解前和溶解后的试件。

2.3 电解设备

用于电解溶解锌和镉上的铬酸盐膜。

3 试件

试件的最大质量应为 200 g,总表面积应大到足以使退膜前后的质量损失能以满足要求的感量称量出来,而且应符合相关材料或产品规范的要求。为使测量结果有满意的准确度,试件总表面积应符合表 1 规定。

表 1 试验总表面积

预计的单位面积转化膜层质量(m_A)/(g/cm ²)	试件的最低总表面积(A)/cm ²
$m_A < 1$	400
$1 \leq m_A \leq 10$	200
$10 < m_A \leq 25$	100
$25 < m_A \leq 50$	50
$m_A > 50$	25

注:为使综合测定的不确定度不超过 5%(见 5.2),表面积测量的不确定度不应超过 1%。

4 试液和程序

4.1 总则

除非另有说明,配制试液采用分析级试剂,配制用水采用蒸馏水或纯度相当的去离子水。

取样程序应符合产品标准的规定。

4.2 钢铁上的磷酸盐膜

4.2.1 磷酸锰膜

4.2.1.1 试液

三氧化铬 50 g/L

4.2.1.2 程序

干燥试件(面积为 A),用分析天平(2.2)称量,精确到 0.1 mg, (质量为 m_1)。浸试件于试液(4.2.1.1)中,在 $75^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下保持 15 min。取出试件立刻在洁净的流动水中漂洗,然后用蒸馏水漂洗;迅速干燥,再称量。重复 4.2.1.2 程序,直至达到恒定的质量(相差 < 0.1 mg)为止(质量为 m_2)。

每一试件都采用新配制的试液。

4.2.2 磷酸锌膜

4.2.2.1 试液

氢氧化钠 100 g/L

二水合乙二胺四乙酸四钠盐(EDTA 四钠盐) 90 g/L

三乙醇胺 4 g/L

4.2.2.2 程序

干燥试件(面积为 A),用分析天平(2.2)称量,精确到 0.1 mg(质量为 m_1)。浸试件于试液(4.2.2.1)中,在 $75^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下保持 5 min。取出试件立刻在洁净流动水中漂洗,然后用蒸馏水漂洗;迅速干燥,再称量(质量为 m_2)。

每一试件都采用新配制的试液。

4.2.3 磷酸铁膜

4.2.3.1 试液

三氧化铬 50 g/L

4.2.3.2 程序

干燥试件(面积为 A),用分析天平(2.2)称量,精确到 0.1 mg(质量为 m_1)。浸试件于试液(4.2.3.1)中,在 $75^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下保持 15 min。取出试件立刻在洁净流动水中漂洗,然后用蒸馏水漂洗;干燥,再称量。重复 4.2.3.2 程序,直至达到恒定的质量(相差 < 0.1 mg)为止(质量为 m_2)。

每一试件都采用新配制的试液。

4.3 锌和镉上的磷酸盐膜

4.3.1 试液

重铬酸铵 20 g/L(用质量分数为 25%~30%的氨水配制),在配制过程中,温度不得超过 25°C 。

4.3.2 程序

干燥试件(面积为 A),用分析天平(2.2)称量,精确到 0.1 mg(质量为 m_1)。浸试件于试液(4.3.1)中,在室温下保持 3 min~5 min(在通风橱中完成此操作)。取出试件立刻在洁净流动水中漂洗,然后用蒸馏水漂洗;迅速干燥,再称量(质量为 m_2)。

每一试件都采用新配制的试液。

4.4 铝及铝合金上的晶态磷酸盐膜

4.4.1 试液

硝酸(质量分数为 65%~70%)

4.4.2 程序

干燥试件(面积为 A),用分析天平(2.2)称量,精确到 0.1 mg(质量为 m_1)。浸试件于试液(4.4.1)中,在 $75^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下保持 5 min,或浸入同样试液在室温下保持 15 min(在通风橱中此操作)。取出试件立刻在洁净流动水中漂洗,然后用蒸馏水漂洗;迅速干燥,再称量(质量为 m_2)。

每一试件都采用新配制的试液。

4.5 锌和镉上的铬酸盐膜

4.5.1 试液

氰化钠(或钾) 50 g/L

氢氧化钠 5 g/L

4.5.2 程序

干燥试件(面积为 A),铬酸盐处理后自然老化至少 24 h,但不超过 14 d,用分析天平(2.2)称量,精确到 0.1 mg(质量为 m_1)。浸试件于试液(4.5.1)中,在室温下以试件作阴极在电解条件下溶解膜层约 1 min。

阳极应为不溶性材料,例如石墨。

试件浸入试液或取出,均于带电状态下进行。采用的阴极电流密度为 $15 \text{ A}/\text{dm}^2$ 。当膜层已溶解(约经 1 min 之后),从试液中取出试件立刻在洁净的流动水中漂洗,然后用蒸馏水漂洗;迅速干燥,再称量(质量为 m_2)。

每一试件都采用新配制的试液。

4.6 铝及铝合金上的铬酸盐膜和非晶态磷酸盐膜

4.6.1 新鲜膜

4.6.1.1 总则

新鲜膜是指在 $25^{\circ}\text{C} \sim 40^{\circ}\text{C}$ 之间干燥 3 h~5 h 的膜。

4.6.1.2 试液

以 1 体积质量分数为 65%~70% 的硝酸加 1 体积水配制。

4.6.1.3 程序

风干试件(面积为 A),用分析天平(2.2)称量,精确到 0.1 mg(质量为 m_1)。浸试件于试液(4.6.1.2)中,在室温下保持 1 min。取出试件立刻在洁净的流动水中漂洗,然后用蒸馏水漂洗;迅速干燥,再称量(质量为 m_2)。

每一试件都采用新配制的试液。

4.6.2 老化膜

注意:药剂可能飞溅,采用此法要带防护眼镜和穿防护衣。熔化试剂时要远离槽子,直到顶部的破碎物已熔化为止。要避免药剂与有机物的任何接触,防止混合物发生爆炸。

4.6.2.1 试剂

用 98 份质量的固体硝酸钠与 2 份质量的固体氢氧化钠混合配制。

4.6.2.2 程序

置试剂(4.6.2.1)于耐蚀材料(例如 Ni)制成的容器中,从容器底部和侧面缓慢加热到混合物完全熔化。

干燥试件(面积为 A),用分析天平(2.2)称量,精确到 0.1 mg(质量为 m_1)。浸试件于熔化试液中,在不低于 370°C 的温度下保持 2 min~5 min。 370°C 的温度适用于一些膜,但是,一般都要提高到 500°C 的温度,以保证在所有情况下都完全退除膜层。采用较高退膜温度时,最好是用未作转化膜处理的试件作空白测定,以确定试液对基体铝或铝合金腐蚀导致的质量损失,并从经转化膜处理的试件测得的质量损失中减去此数值。

在洁净的流动水中漂洗试件,小心飞溅危险。

浸试件于稀硝酸溶液(4.6.1.2)中,在室温下保持 15 s~30 s。取出试件立刻在洁净的流动水中漂洗,然后用蒸馏水漂洗;干燥,再称量(质量为 m_2)。

5 结果表示

5.1 计算

单位面积质量为 m_A ,以 g/m^2 表示,应由下式计算:

$$m_A = 10 \times (m_1 - m_2) / A$$

式中:

m_1 ——有转化膜的试件的质量,单位为毫克(mg);

m_2 ——溶解退膜之后的试件的质量,单位为毫克(mg);

A ——试件覆膜表面的面积,单位为平方厘米(cm^2)。

若进行两次或三次重复测定,应取平均值。

5.2 测定的不确定度

本方法测定的不确定度取决于总表面积测量和试件称量的准确度,即取决于在充足的总表面积上进行测量的可能性,而该总表面积相对于其上的膜层质量而言是足够大的。在最佳条件下,本方法测定的不确定度为 5%。