



**METALES NO FERROSOS - ALUMINIO Y SUS ALEACIONES -
RECUBRIMIENTOS METÁLICOS - MEDICIÓN DEL ESPESOR DE
CAPA - DISOLUCIÓN ANÓDICA - MÉTODO DE PRUEBA
COULOMBIMÉTRICO (CANCELA A LA NMX-W-141-1986)**

**NON FERROUS METALS - ALUMINIUM AND ITS ALLOYS -
METALLIC COATINGS - MEASUREMENT OF COATING
THICKNESS - ANODIC DISSOLUTION - TEST METHOD
COULOMETRIC**

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el procedimiento para la medición del espesor de la capa de un recubrimiento metálico: por el método de disolución anódica. Los recubrimientos electrodepositados y los sustratos en los cuales se aplican están indicados en la tabla 1. También puede aplicarse a otros recubrimientos tomando en cuenta situaciones especiales como la presencia de aleaciones.

2 PRINCIPIO

La disolución anódica del recubrimiento de un área bien definida de la superficie recubierta usando un electrolito adecuado. La indicación del punto de terminación de la prueba es cuando cambio el potencial del electrodo (desde la tensión de la celda); esto ocurre cuando el recubrimiento es virtualmente removido por completo. El cálculo del espesor del recubrimiento puede ser:

- Del intervalo de tiempo entre el inicio y final de la prueba si la prueba se lleva a cabo a una densidad de corriente constante.
- De la cantidad de electricidad, registrada directamente por un contador integrado, consumida en la disolución del recubrimiento.

3 APARATOS

Pueden ser varios tipos de aparatos, como los que se indican en el capítulo 8 apéndice normativo.

4 ELECTRÓLITO

El electrólito usado debe ser tal que:

- Éste no reaccione con el recubrimiento en ausencia de un flujo de corriente aplicado.
- La disolución anódica del recubrimiento debe ser al 100 % de eficiencia (o un valor constante cercano a éste).
- Un marcado cambio ocurrido en el potencial del electrodo cuando el recubrimiento es penetrado y un aumento de área del sustrato expuesto.

El electrólito debe ser escogido en relación con el recubrimiento y sustratos metálicos, la densidad de corriente y circulación del electrólito dentro de la celda de prueba. Los electrólitos típicos que han dado resultados satisfactorios para usarse con dos tipos de aparatos de prueba están indicados en la tabla 2, su aplicación está listada en la tabla 1. Los electrólitos satisfactorios con un tipo de aparato, está indicado por los símbolos A 1, A 2, etc., y para el segundo tipo se indica por los símbolos B 1, B 2, etc.

TABLA 1.- Aplicación de electrólitos típicos (véase tabla 2) para recubrimientos electrodepositados

Recubrimiento	Sustrato (metal base)				
	Acero	Cobre y aleaciones de cobre tales como bronce	Níquel	Aluminio	Zinc
Cadmio	A1 B1	A1 B1	A1 --	A1 --	-- --
Cromo	A2 B2	A3 B3	A2 B4	A2 B4	-- --
Cobre	A4 B5	-- --	A4 B6	A4 --	-- B7
Plomo	-- B8	-- B8	-- B8	-- --	-- --
Níquel	A5 B9	A5 B10	-- --	A5 B9	-- --
Plata	A6 --	A7 B11	A6 --	-- --	-- --
Estaño	A3 B12	A3 B12	A3 --	A2 B13	-- --
Zinc	A8 B14	A8 B14	A8 --	A8	-- --

NOTA: Estos electrólitos no pueden ser adaptados a todos los aparatos y cuando ciertos aparatos comerciales son usados, se recomienda seguir las recomendaciones del fabricante.

5 PROCEDIMIENTO

Se limpia el área de la prueba con un paño mojado con algún solvente orgánico para remover la grasa si es necesario. Para ciertos recubrimientos puede ser necesario el empleo de tratamientos adicionales para asegurar que la superficie esté libre de películas pasivas o recubrimientos de conversión.

Prensar una celda electrolítica adaptada con un anillo de sellar flexible e incorporando un cátodo anular, en el recubrimiento de tal manera que el círculo del área conocida sea expuesta a la solución de prueba, se introduce la solución de prueba en la celda, se inserta y se opera el agitador.

Se hacen las conexiones eléctricas, con el espécimen anódico.

Se continúa la electrólisis hasta que la solución del recubrimiento sea completa; esto es indicado por un cambio súbito en el potencial del ánodo o la tensión de la celda, y registrar la cantidad de electricidad consumida.

Se examina el espécimen, asegurándose que la remoción del recubrimiento esté virtualmente completo en el área encerrada por el sello.

TABLA 2.- Electrólitos típicos

No.	Electrólito	Notas
A1	Yoduro de potasio (KI) 100 g/l con trazas de yodo	
A2	Sulfato de sodio (Na ₂ SO ₄) : 100 g/l	
A3	Ácido clorhídrico (HCL) : 73 g/l o Hidróxido de sodio (NaOH) : 150 g/l	Diluir 175 ml de ácido clorhídrico (d=1,18) a 1 L
A4	Tartrato de sodio potasio (NaKC ₄ H ₄ O ₆) : 80 g Nitrito de amonio (NH ₄ NO ₃) : 100 g	} en 1 L
A5	Nitrato de amonio (NH ₄ NO ₃) 30 g Tiocianato de sodio (NaCNS) : 30 g	
A6	Nitrato de sodio (NaNO ₃) : 100 g Ácido nítrico (HNO ₃) : 5 g	} en 1 L
A7	Tiocianato de potasio (KCNS) : 180 g/l	
A8	Cloruro de sodio (NaCL) : 100 g/l	
B1	Cloruro de potasio (KCL) : 30 g Cloruro de amonio (NH ₄ CL) : 30 g	} en 1 L
B2	Ácido ortofosfórico (H ₃ PO ₄) : 186 g Óxido crómico (CrO ₃) : 10 g	
B3	Carbonato de sodio (Na ₂ CO ₃) : 100 g/l	Para recubrimientos arriba de 5 µm
B4	Ácido ortofosfórico (H ₃ PO ₄) : 98 g/l	Diluir 64 ml de ácido ortofosfórico (d=1,75) en 1 L
B5	Nitrato de amonio (NH ₄ NO ₃) : 800 g Hidróxido de amonio (NH ₄ OH) : (d=0,88) 10 ml	} en 1 L
B6	Sulfato de potasio (K ₂ SO ₄) : 100 g Ácido ortofosfórico (H ₃ PO ₄) : (d=1,75) 20 ml	
B7	Ácido fluosilícico (H ₂ SiF ₆) : solución pura con no menos de 30 % de ácido fluosilícico	Ácido ligeramente débil puede ser usado si algo de fluosilicato de magnesio (Mg Si F ₆) es agregado a la solución

(Concluye)
TABLA 2.- Electrólitos típicos

No.	Electrólito	Notas
B8	Acetato de sodio (CH ₃ COONa) : 200 g Acetato de amonio (CH ₃ COONH ₄) : 200 g } en 1 L	
B9	Nitrato de amonio (NH ₄ NO ₃) : 800 g Tiourea (NH ₂) ₂ CS : 3,8 g } en 1 L	Hacer una solución fresca cada 5 días
B10	Ácido clorhídrico (HCL) : 42 g/l	Diluir 100 ml de ácido clorhídrico (d=1,18) a 1 L
B11	Fluoruro de potasio (KF) : 100 g/l	
B12	Nitrato de potasio (KNO ₃) : 100 g Cloruro de potasio (KCL) : 100 g } en 1 L	
B13	Ácido sulfúrico (H ₂ SO ₄) : 90 g Fluoruro de potasio (KF) : 50 g } en 1 L	Diluir 50 ml de ácido sulfúrico (d=1,84) y 5 g de cloruro de potasio a 1 L
B14	Cloruro de potasio (KCL) : 100 g/l o Cloruro de sodio (NaCL) : 100 g/l	

6 CÁLCULO DE ESPESOR DEL RECUBRIMIENTO

El espesor del recubrimiento se obtiene por la siguiente fórmula:

$$S = 100 k \frac{QE}{AP}$$

donde:

- S es el espesor del recubrimiento, en micrómetros;
- K es la eficiencia de la corriente del proceso de disolución (igual a 100 en el caso de 100 % de eficiencia), y
- Q es la cantidad de electricidad, en Coulombs, utilizada en la disolución del recubrimiento y se obtiene por la fórmula:

$$Q = it$$

donde:

- i es la corriente en amperes;
- t es la duración de la prueba en segundos;
- E es el equivalente electroquímico del recubrimiento metálico, en gramos por Coulomb, para las condiciones de la prueba.
- A es el área sobre la cual el recubrimiento es disuelto en centímetros cuadrados,
- y
- P es la densidad del recubrimiento, en gramos/centímetro cúbico.

La fórmula puede también ser expresada como:

$$S = C \cdot Q$$

donde:

- C es una constante para el recubrimiento metálico, electrólito y celda. El valor de C puede ser determinado experimentalmente por la medición de un recubrimiento de espesor conocido, se recomienda hacer esto normalmente.

7 EXACTITUD DEL MÉTODO

En términos generales el método tiene una exactitud de + 10 %. Exactitudes mayores pueden ser obtenidas en circunstancias particulares. La exactitud puede ser menor cuando el espesor de los recubrimientos exceden los 50 μm o es menor de 0,2 μm . La presencia de una capa de aleación en la interfase puede afectar la exactitud de los resultados obtenidos.

8 APÉNDICE NORMATIVO

8.1 Descripción de los tipos de aparatos

8.1.1 General

Con un tipo de circuito la corriente a través de la celda de prueba debe ser controlada a un valor constante, se usa un reloj para medir el tiempo entre el inicio y el fin de la prueba. Una alternativa es usar un contador integrador para medir la cantidad de electricidad pasada, en este caso, un control preciso de la corriente y una medición de tiempo en forma separada son innecesarios.

El punto final puede ser determinado al observar un cambio repentino en la tensión de la celda en un voltímetro adecuado, o usando un interruptor relevador que termine automáticamente la prueba, en este caso el relevador es ajustado para operar a un valor predeterminado de una u otra tensión de la celda o del cambio en el incremento de la tensión.

La corriente para medir el espesor del recubrimiento en un área definida de aproximadamente $0,2 \text{ cm}^2$, en un tiempo razonable es de aproximadamente 20 mA para recubrimientos relativamente delgados, como de cromo; y 80 mA para recubrimientos relativamente gruesos como de níquel.

Ejemplo: La densidad de corriente es de aproximadamente 1 KA/m^2 a 4 KA/m^2 empleada para una disolución.

8.2 Celda electrolítica

La celda electrolítica consta de un recipiente cilíndrico aplicado debajo del espécimen de prueba, a través de un sello intermediario elástico y no conductor (por ejemplo caucho o materiales plásticos). Si la celda está hecha de metal por ejemplo acero inoxidable) es el cátodo, en cuyo caso el sello sirve como aislante entre cátodo y ánodo:

Si la celda es de material aislante, un cátodo separado debe ser introducido en el electrólito, antes de empezar la prueba.

El área de la superficie delimitada por el sello debe ser bien definida y lo suficientemente pequeña (aproximadamente $0,2 \text{ cm}^2$) para permitir la aplicación de superficies curvas. Pueden ser requeridas celdas pequeñas para la medición de espesores de recubrimiento en formas intrincadas. Con cualquier celda la exactitud del método es en gran parte controlada por la exactitud del área bajo la prueba.

Normalmente es necesario suplir la agitación al electrólito para minimizar cambios de tensión de la celda antes de alcanzar el punto final de la prueba.

9 BIBLIOGRAFÍA

- NOM-008-SCFI-2002 Sistema general de unidades de medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.
- NMX-W-141-1986 Metales no ferrosos - Aluminio y sus aleaciones – Recubrimientos metálicos – Medición del espesor de capa – Disolución anódica - Método de prueba coulombimétrico. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de abril de 1986.
- NMX-Z-013-1977 Guía para la estructuración, presentación y redacción de las normas mexicanas. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 31 de octubre de 1977.
- ISO 2177:2003 Metallic coatings - Measurement of coating thickness - Coulometric method by anodic dissolution.

10 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana es equivalente a la norma internacional ISO 2177:2003.

México D. F., a

**MIGUEL AGUILAR ROMO.
DIRECTOR GENERAL.**

RCG/DLR/MRG

NMX-W-141-SCFI-2004

**METALES NO FERROSOS - ALUMINIO Y SUS ALEACIONES -
RECUBRIMIENTOS METÁLICOS - MEDICIÓN DEL ESPESOR DE
CAPA - DISOLUCIÓN ANÓDICA - MÉTODO DE PRUEBA
COULOMBIMÉTRICO (CANCELA A LA NMX-W-141-1986)**

**NON FERROUS METALS - ALUMINIUM AND ITS ALLOYS -
METALLIC COATINGS - MEASUREMENT OF COATING
THICKNESS - ANODIC DISSOLUTION - TEST METHOD
COULOMETRIC**

PREFACIO

En la elaboración de la presente norma mexicana participaron las siguientes empresas e instituciones:

- ALMEXA ALUMINIO, S.A. DE C.V.
- ALUMINIO Y DERIVADOS DE VERACRUZ, S.A. DE C.V.
- ALUMEX, S.A. DE C.V.
- ALCOMEX, S.A. DE C.V.
- ALUMINIO EXTRUIDO EXTRAL, S.A. DE C.V.
- ALUQUÍMICOS, S.A. DE C.V.
- ASOCIACIÓN DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN, A.C. (ANCE)
- ANODIZADO INDUSTRIAL Y ARTÍSTICO, S.A. DE C.V.
- CINVESTAV DE QUERÉTARO
- CUPRUM, S.A. DE C.V.
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DEL ALUMINIO Y SUS ALEACIONES
- INDALUM, S.A.
- INDUSTRIA MEXICANA DEL ALUMINIO, S.A. DE C.V.
- INDUSTRIAL SANTA CLARA, S.A. DE C.V.