

# Tel Formundaki Malzemeler Üzerine Yapılan Metalik Kaplamaların Kalınlık Ölçüm Metotları

## Measurement Methods Of Metallic Coating Thicknesses On Wire Form Materials

T. Ali SELEN

Yılmer Test ve Ölçü Sistemleri San. ve Tic. Ltd. Şti.  
Helmut Fischer GmbH

Tel denince aklımıza neler gelir? Gelin teli, gitar teli, telgraf teli, ampul teli, telefon teli, çit teli, çamaşır teli ve daha birçoğu.

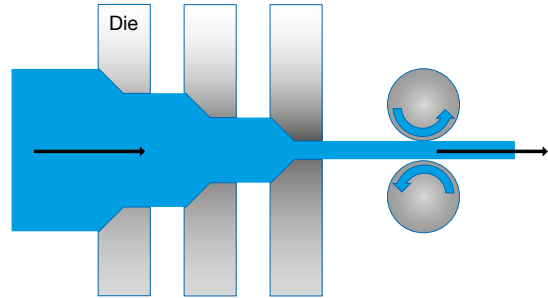
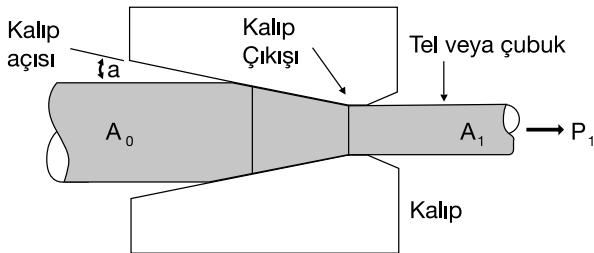
Teller, metal veya metal dışı bazı malzemelerden üretilen endüstriyel ürünler olarak yaşamın her alanında kullanılmaktadır. Çok ince iplikçik formunda olabildiği gibi, daha kalın çapta malzemeden üretilen teller genellikle esnek formdadırlar. Fe, paslanmaz çelik, Cu, CuZn, Al, Wolfram (Tungsten) gibi metal malzemelerden üretilen teller; elektronik, elektromekanik, otomotiv ve günlük yaşamda akla gelebilecek her alanda kullanılmaktadır. Cu teller çoğunlukla elektrik enerjisinin iletiminde kullanılmalarının yanı sıra, elektronik sektörünün vazgeçilmez malzemelerindendir.

Art arda yapılan haddeleme işlemleriyle, malzemeler çap değerleri düşürülerek farklı özellikte teller haline getirilirler. Bu işlemler sırasında malzeme yapısında ve yüzeyinde birçok değişiklik meydana gelmesi tel üretiminin bilinen önemli zorluklarından.

What comes to mind when we think about wires? Tinsel, guitar strings, telegraph wires, light bulb filaments, telephone wires, fence wires, laundry racks and many more.

Wires, whether made of metal or non-metal materials, are used as industrial products in all areas of life. While they can be in the form of very thin strands or have thicker diameters, wires are generally in flexible form. Wires produced from metal materials such as Fe, stainless steel, Cu, CuZn, Al, Wolfram (Tungsten) etc. are utilized in electronics, electromechanics, automotive and in many other fields, becoming essential to our everyday lives. While mostly used in the transmission of electrical energy, Cu wires are indispensable materials for the industry of electronics.

During wire production, the diameter of the materials is reduced through successive rolling processes, yielding products with different properties. Many changes occur in the material structure and surface during these processes, highlighting one important difficulty of wire production.



Metalik teller diğer yüzeylerde olduğu gibi korozyon koruması, iletkenlik artırmak ve aynı zamanda estetik amaçlarla diğer metaller

Metallic wires, alike other surfaces, are coated with other metals or protective layers for corrosion protection, to increase conductivity and for aesthetic purposes. In addition to the use of pure elements



such as Ag, Au, Ni, Sn, Zn, alloys like CuZn, CuSn, SnPb constitute a considerable proportion of these coating types. Whether coatings are made for functional or alternate purposes, it is required for their thickness to be measured. There are many known methods for measuring the coating thickness of wire-formed materials. The pros and cons of these said methods are explained and demonstrated below.

### Microscopical Examination of Cross Section:

Coating Thickness by Microscopical Examination of Cross Section ASTM B487-20

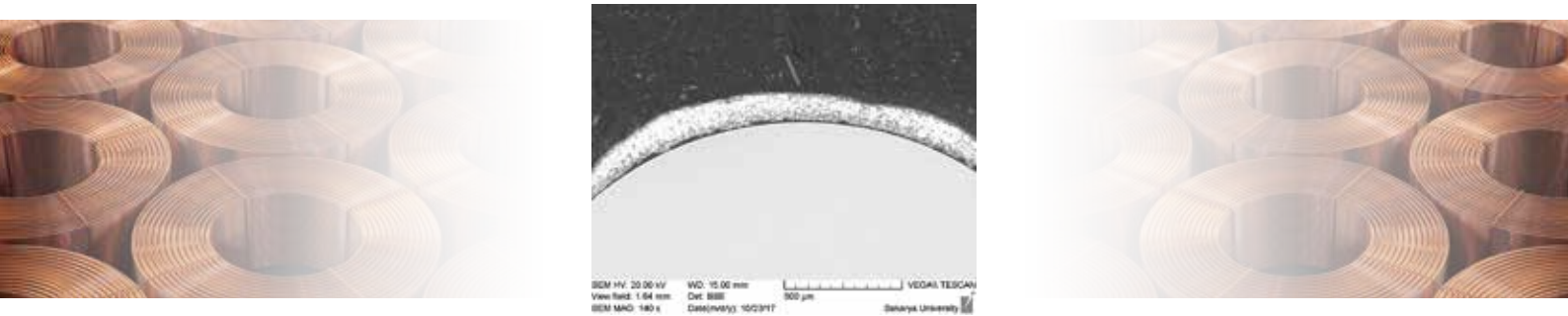
To perform this method, a specimen from the coated wire material is extracted via cutting and the necessary surface preparation methods are applied. Following the preparation, the coating thickness of the specimen, now mounted in bakelite, is measured under a microscope. However, this method is not optimal from a technical standpoint, as it only yields results in a single section, requires a long preparation duration and experience for accurate measuring.

veya koruma katmanlarıyla kaplanmaktadır. Özellikle Ag, Au, Ni, Sn, Zn gibi saf elementlerin kullanılmasının yanı sıra, CuZn, CuSn, SnPb gibi alaşımlar da kaplama çeşitlerini oluştururlar. Kaplamalar, ister fonksiyonel ister başka amaçlarla yapılsın, mutlaka kalınlıklarının ölçülmesi gereklidir. Tel formuna getirilmiş malzemelerin kaplama kalınlıklarının ölçülmesi için bilinen birçok metot mevcuttur. Aşağıda bu metotlara ilişkin teknik ayrıntılar, avantaj ve dezavantajlarıyla ele alınmıştır.

### Mikro kesit yöntemi :

Coating Thickness by Microscopical Examination of Cross Section ASTM B487-20

Kaplanmış tel malzemeden alınan numune kesilerek gerekli yüzey hazırlama yöntemleri kullanıldıktan sonra bakalit içine alınarak bir mikroskop altında kaplama kalınlığı ölçülür. Ancak bu metot teknik olarak sadece tek bir kesitte sonuç vermesi ve ölçüm için uzun



The method also poses a challenge as it is not applicable for wires with very thin diameters and additionally disadvantageous as it is a destructive method of measurement.

süren bir hazırlık ve deneyim gerektirmesi bakımından çok uygun bir yöntem değildir. Ayrıca çok ince çaplı tellerde uygulanması zordur. Tahribatlı ölçüm metodu olması ayrı bir dezavantajdır.



### Ağırlık kaybı yöntemi :

Bu yöntem, kaplanmadan önce ağırlığı tartılan birim malzemenin kaplama sonrasındaki ağırlığının tartılması yoluyla elde edilen ortalama kaplama kalınlığı değeridir. Sadece genel ortalama değeri verdiği için noktasal veya yüzeye dağılım değerlerini içermeyen çok hassas bir yöntem değildir. Tahribatlı ölçüm metodu olması ise başka bir dezavantajdır.

### Coulometric yöntem :

Coulometric Test Method DIN EN ISO 2177

Kaplamanın ters işlemiyle (negatif akım) tel yüzeyindeki kaplama kalınlığını voltaj/zaman değişimine bağlı olarak hesaplayan bir metottur. Coulomb formülüne göre, kaplama kalınlığını hesaplayan bu yöntemde cihaza tel çapı, sökme kimyasalına daldırılan tel uzunluğu girilerek uygun kaplama/baz kombinasyonu için geliştirilmiş programcık vasıtasıyla ortalama kaplama kalınlığı ölçülür. Bu metodun dezavantajı tahribatlı olmasıdır.

Sistem, numune telin bağlandığı ve sökme kimyasalının bulunduğu bir ölçme standı ile elektronik değerlendirme kısmından meydana gelmiştir. (Şekil 1.)

### The Weight Loss Method:

The weight loss method yields the average coating thickness value obtained by weighing the unit material before and after coating. It is not a method of high sensitivity since it only gives the general average value and cannot provide point or surface distribution values. An additional disadvantage of this method is it being a destructive one.

### The Coulometric Method:

Coulometric Test Method DIN EN ISO 2177

The coulometric method calculates the coating thickness on the wire surface depending on the voltage/time variation by reversing the coating process (negative current). In this method, which calculates the coating thickness according to the Coulomb formula, the wire diameter and the length of the wire immersed in the stripping chemical are entered into the device and the average coating thickness is measured by the program developed for the appropriate coating/base combination. The disadvantage of this method is that it is destructive.

The system consists of a measuring stand where a wire sample is attached, a vessel where the stripping chemical is placed, and an electronic evaluation monitor. (See fig.1)

$$d = \frac{e\ddot{A} \cdot I \cdot \gamma \cdot t}{A \cdot \rho}$$

### Coulomb Formülü

- d : Kaplama kalınlığı (µm)  
eĀ : Elektrokimyasal eşdeğer (g/AS)  
I : Sökme Akımı (Amper)  
8 : Akım Verimi  
d : Sökme Süresi (dak.)  
A : Sökme alanı (cm<sup>2</sup>)  
g : Kaplama Malzemesinin yoğunluğu (g/cm<sup>3</sup>)



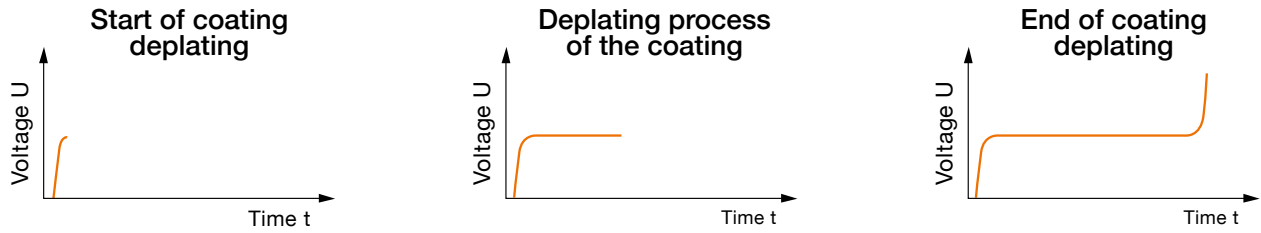
Şekil 1- Tel Ölçme Standı Düzenegi

### The Coulomb Formula

- d : Coating thickness (µm)  
eĀ : Electrochemical equivalent (g/AS)  
I : Deplating current (Ampere)  
8 : Current efficiency  
d : Deplating duration (min.)  
A : Deplating area (cm<sup>2</sup>)  
g : Density of coating material (g/cm<sup>3</sup>)



Fig. 1 - Wire Measuring Stand Apparatus



**Fig. 2** Voltage/time Deplating Diagram in Coulometric Measuring Method

### EDXRF Measuring Method:

Energy Dispersive X-RAY Fluorescence Measuring Method DIN ISO 3497, ASTM B 568

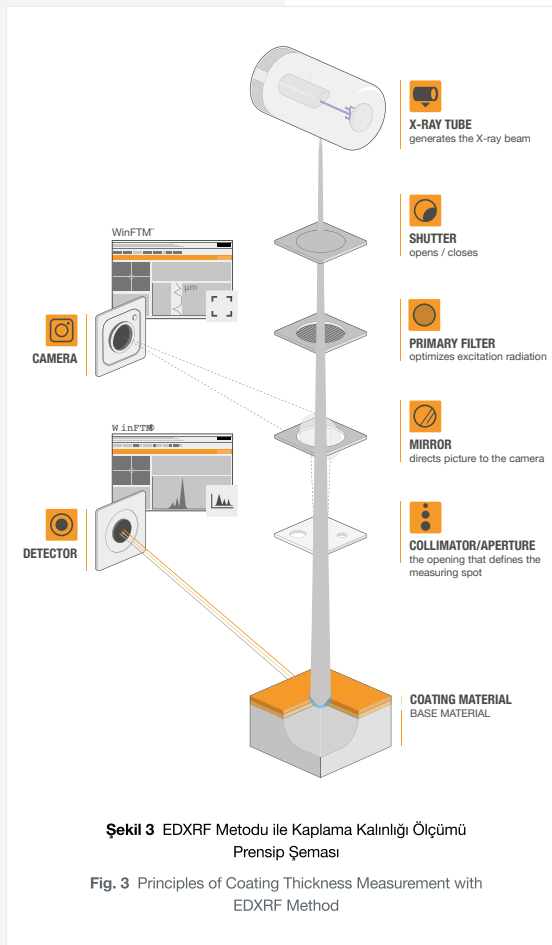
The EDXRF method is a non-destructive, fast, clean and in relation to alternate methods, a sporadically more sensitive measurement technique used in metallic material analysis and coating thickness measurement. EDXRF, which has been an indispensable method in coating thickness measurement in the past 20 years, being extremely useful both for sample measurements with desk top instruments and for in-line measurements used in production lines, holds accelerating importance in today's industries. Very small X-ray spots are required in order to execute surface measurements in wire form. In today's technology, X-ray measurement spots can be reduced up to 20x20 µm, thanks to capillary optic technologies. This technology also makes possible for the delivery of primary X-rays to extremely high intensities.

Standard collimators (hole structures that shape x-ray spots) result in considerable energy loss whilst shrinking X-ray spots. To make a precise and correct measurement utilizing the EDXRF coating thickness measurement method, it is necessary to have as high of an excitation energy as possible.

In the coating thickness measurements made on wire, there is a found ratio between the x-ray spot size and the wire diameter. The wire diameter (d) should be 4-6 times larger than the x-ray spot. In practice, this value is multiplied by five times.

$$\text{X-Ray spot size}/4-6 \leq \varnothing d$$

Below, the coating thickness measurement techniques on wire, that



**Şekil 3** EDXRF Metodu ile Kaplama Kalınlığı Ölçümü Prensi Şeması

**Fig. 3** Principles of Coating Thickness Measurement with EDXRF Method

### ED-XRF Ölçme Metodu :

Energy Dispersive X-RAY Fluorescence Measuring Method DIN ISO 3497, ASTM B 568

EDXRF metodu metalik malzeme analizi ve kaplama kalınlığı ölçümünde kullanılan tahribatsız, hızlı, temiz ve diğer metotlara göre yer yer daha hassas bir ölçme tekniğidir. Geçtiğimiz 20 yıl içinde kaplama kalınlığı ölçümünde vazgeçilmez bir metot olan EDXRF hem masa tipleriyle numune ölçümlerinde hem de özellikle günümüzde çok önem kazanan üretim hatlarında kullanılan in-line ölçümler için son derece kullanışlıdır. Tel formundaki ölçüm yüzeyleri için çok küçük X-ışını spotlarına gereksinim vardır. Günümüz teknolojisinde x-ışını ölçüm spotları Capiller optikler sayesinde 20x20 µm'a kadar küçültülebilmektedir. Aynı zamanda primer X-ışınlarını son derece yüksek yoğunluklara ulaştırılmaktadır.

Klasik ölçme alanı collimator (x-ışını spotlarını şekillendiren delikli yapılar) ler ise X-ışını spotlarını küçültürken enerji kaybına yol açmaktadır. EDXRF metodu ile kaplama kalınlığı ölçümlerinde hassas ve iyi bir ölçüm yapmak için olabildiğince yüksek exitation (tahrik) enerjisine ihtiyaç vardır.

Tel üzerine yapılmış olan kaplama kalınlığı ölçümlerinde x-ışını spot büyüklüğü ile tel çapı arasında bulunmuş bir oran mevcuttur. Tel çapı (d) x-ışını spotundan 4-6 kat daha büyük olmalıdır. Pratikte bu değer 5 katı olarak kullanılmaktadır.

$$\text{X-Ray spot size}/4-6 \leq \varnothing d$$

Aşağıda klasik kolimatörlerle EDXRF metoduyla yapılabilecek tel üzerinde kaplama kalınlığı ölçüm teknikleri gösterilmiştir.

#### Eksenel:

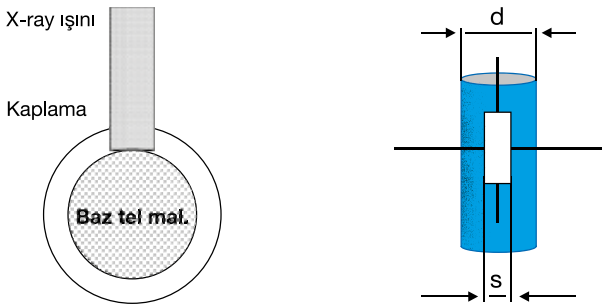
Bu durumda X-ışını spotu dikdörtgen formda ve uzun kenar tel eksenine boyunca pozisyonlanmıştır. Kısa kenar ölçüsü tel çapıyla yukarıdaki oranı sağlaması durumunda doğru bir ölçüm yapılabilmektedir. Avantajı, sertifikalandırılmış düz kalibrasyon setleri kullanılabilmesidir.

#### Yuvarlak:

Dikdörtgen şekilli x-ışını spotu tel eksenine dik bir konumda pozisyonlanmıştır. Spot teli örtmemektedir. Bu durumda kalınlığı bilinen benzer bir tel ile aynı pozisyonda kalibre edilmesi gereklidir. Kaplama kalınlığı bilinen referans tel temin etmek çok kolay değildir.

#### Demet (bundle):

Yuvarlak ve büyük bir x-ışını spotu varsa teller yan yana getirilip demet şeklindeki bir arada ölçülür. Yapılacak çoklu ölçümlerin ortalaması noktasal ölçüm ortalamalarıyla karşılaştırıldığında son derece yakın kaplama kalınlık değerleri vermektedir.



**Şekil 4.** Yüksek Enerji ve Küçük X-ışını Spotu İçin Capillary (Kılcal) X-ışını Demet Teknolojisi

Tel formundaki küçük çaplar gibi yüzeylerde kaplama kalınlığı ölçümü yapmak gerektiğinde veya çok kısa excitation (ışınlama) süreleriyle ölçüm/analiz yapma mecburiyetleri ortaya çıktığında kılcal (capillary) optik sistemler kullanılmaktadır.

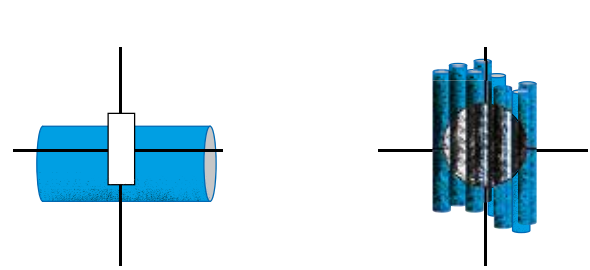
X-ışını kılcal (capillary) optikleri, X-ışınıni yönlendirmek ve şekillendirmek için kullanılır. Bu tür sistemler, çok sayıda içi boş kılcal kanalın monolitik bir sisteminden oluşan silindirik, elipsoidal veya paraboloidal kılcal damarlar veya polikapillerler gibi monokapillerden meydana gelir. Bu kılcal kanalların fonksiyonları, pürüzsüz iç yüzeylerinden geçen, X-ışınlarından oluşan toplam dış yansımalarının etkisine dayanır. Toplam yansıma açısından küçük insidans açıları için yansıma katsayısı yüzde 100'e yakın değerlere ulaşır ve X-radyasyonuna optiklerden en az enerji kaybıyla yönlendirilir. Kritik açı esas olarak yansıtıcı materyale ve X-ışını foton enerjisine bağlıdır. X-ışını kılcal damarları için temel malzeme camdır. Yansıtıcı cam yüzeylerin düşük pürüzlülüğü X-ışınının kılcal damarlardan etkili bir şekilde taşınmasını sağlar. Bu özelliklerden dolayı kılcal optikler, X-ışınlarını kaynaktan numuneye yüksek bir yoğunluk oluşturacak şekilde yönlendirir.

are achievable utilizing the EDXRF method with conventional collimators, are demonstrated.

**Axial:** In this case, the X-ray spot is rectangular and positioned along the long side of the wire axis. An accurate measurement can be made if the measurement of the short side and the diameter of the wire meets the ratio given above. The advantage to this method is that it makes it possible for certified flat calibration to be used.

**Round:** The rectangular x-ray spot is positioned perpendicular to the wire axis. The spot does not cover the wire. In this case, it must be calibrated in the same position with a similar wire of known thickness. The disadvantage is that it is difficult to obtain a reference wire of known coating thickness.

**Bundle:** If there is a round and large x-ray spot, the wires are brought together and thus measured together in the form of a bundle. The average of the multiple measurements to be made gives extremely close coating thickness values when compared to the point measurement averages.



**Şekil 4.** Yüksek Enerji ve Küçük X-ışını Spotu İçin Capillary (Kılcal) X-ışını Demet Teknolojisi

Capillary systems are utilized under circumstances where it is necessary to make coating thickness measurements on wire form surfaces with small diameters or when measurements/analysis are required to be made using very short excitation periods.

X-ray capillary optics are used to guide and shape X-radiation. Such systems are either monocapillary, such as cylindrical, ellipsoidal or paraboloidal capillaries or polycapillary, consisting of a monolithic system of many hollow capillary channels. Their function is based on the effect of total external reflection of X-rays from the smooth internal surfaces of the capillary channels. For the incidence angles lower than the critical angle of total reflection, the reflection coefficient reaches values nearing 100 percent and the X-radiation is guided through the optics with minimum loss. The critical angle depends mainly on the reflecting material and the X-ray photon energy. The basic material for X-ray capillaries is glass. The low roughness of reflective glass surfaces leads to a minimum degree of diffuse scattered X-rays, facilitating the efficient transportation of X-radiation through the capillaries. Due to these properties, capillary optics can steer X-rays from source to sample in such a way that a high intensity is concentrated in an accurately defined area on the sample surface.

X-ray optics may be distinguished by the number of reflections from internal capillary surfaces. There are single-bounce and multiple-bounce capillary systems.

A monolithic system of many bent hollow capillary channels is termed X-ray polycapillary optics. This is a multiple-bounce capillary system. Such systems transport the radiation from an X-ray source to an area at a defined distance with minimum loss, thus a high X-ray intensity is achieved in the said area, deemed the focal point.

X-ray capillary optics are used for many applications like X-ray fluorescence analysis (XRF,  $\mu$ XRF, 3D- $\mu$ XRF), X-ray diffraction (XRD,  $\mu$ XRD), time resolved XRF and XRD, wavelength dispersive X-ray spectroscopy (WDX), electron microscopy (EM) and X-ray microscopy. Essential details for the specification of the geometry of optics are the properties of the X-ray source, the required X-ray shaping, the focal spot diameter, and the energy range of photons that require efficient guiding. The VDI/VDE guideline 5575 describes all types of X-ray optics incl. capillary optics and their main properties.

Types of capillary optics and their main properties are demonstrated below (see fig. 5)

X-ışını optiği, iç kılcal yüzeylerden yansıma sayısı ile ayırt edilebilir. Tek sıçramalı ve çoklu sıçramalı kılcal sistemler mevcuttur.

Birçok bükülmüş içi boş kılcal kanalın monolitik sistemine X-ışını polikapiller optik denir. Bu, çok sıçramalı kılcal bir sistemdir. Sistem x-ışını kaynağından alınan radyasyonu, düşük yoğunluk kayıplarıyla belirli bir mesafedeki bir alana taşıyabilir. Böylece odak noktası olarak adlandırılan alanda, çok yüksek ışın yoğunluğu elde edilebilir.

X-ışını kılcal optikleri, X-ışını floresan analizi (XRF,  $\mu$ XRF, 3D- $\mu$ XRF), X-ışını difraksiyonu (XRD,  $\mu$ XRD), zamanla çözünen XRF ve XRD, dalga boyu dağıtıcı X-RAY Spektroskopisi(WDX), elektron mikroskopisi (EM) ve X-ışını mikroskopisi gibi birçok uygulama için de kullanılır. Optik geometrisinin spesifikasyonu X-ışını kaynağının özellikleri, gerekli x-ışını şekillendirmesi, odak nokta çapı ve verimli bir şekilde yönlendirilmesi gereken fotonların enerji aralığı belirler. VDI/VDE kılavuzu 5575, X-ışını optiği dahil olmak üzere tüm X-ışını optiklerini tanımlar.

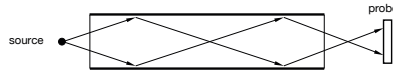
Kılcal optik türlerini ve temel özelliklerini Şekil 5. de görebiliriz.

#### Elliptical monocapillary



X-ray capillary with one reflection

#### Cylindric monocapillary



X-ray capillary with multiple reflection

#### Polycapillary optic



X-ray polycapillary

#### Referanslar | References

HELMUT FISCHER GMBH uygulama notları ve teknik dokümanları.  
Fotoğraf ve grafiklerin telif hakkı HELMUT FISCHER GMBH ya aittir. İzinsiz kullanılamaz.

Helmut Fischer GMBH application notes and technical documents.  
The copyrights of all photographs and graphs provided belong to Helmut Fischer GMBH. Unauthorized use is prohibited.



Yüzey işleme sektöründe yeni bir soluk!

**TÜYİ** DERGİ 'de yerinizi alın.

Reklam ve iş birliktelikleri için: +90 216 576 86 06