

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF 1707—2018

电解式（库仑）测厚仪校准规范

Calibration Specification for
Electrolytic (Coulometric) Coating Thickness Instruments

2018-06-25 发布

2018-09-25 实施

国家市场监督管理总局发布

电解式(库仑)测厚仪

校准规范

JJF 1707—2018

Calibration Specification of Electrolytic
(Coulometric) Coating Thickness Instruments

归口单位：全国新材料与纳米计量技术委员会

主要起草单位：广东省计量科学研究院

重庆市计量质量检测研究院

广州计量检测技术研究院

上海市计量测试技术研究院

中国计量科学研究院

本规范委托全国新材料与纳米计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

张欣宇（广东省计量科学研究院）

蒋 聪（重庆市计量质量检测研究院）

代鲲鹏（广州计量检测技术研究院）

廖 寅（上海市计量测试技术研究院）

施玉书（中国计量科学研究院）

参加起草人：

吴小丽（重庆市计量质量检测研究院）

朱小平（中国计量科学研究院）

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 概述	(1)
4 计量特性	(1)
4.1 厚度测量示值误差	(1)
4.2 厚度测量示值重复性	(1)
5 校准条件	(2)
5.1 环境条件	(2)
5.2 测量标准及其他设备	(2)
6 校准项目和校准方法	(2)
6.1 厚度测量示值误差	(2)
6.2 厚度测量示值重复性	(2)
7 校准结果表达	(3)
8 复校时间间隔	(3)
附录 A 电解式(库仑)测厚仪示值误差测量结果的不确定度评定示例	(4)
附录 B 校准过程的其他要求	(7)
附录 C 推荐使用的标准厚度片类型和厚度范围	(8)
附录 D 标准厚度片的技术要求	(9)
附录 F 电解式(库仑)测厚仪校准记录格式	(10)
附录 G 电解式(库仑)测厚仪校准证书(内页)格式	(11)

引　　言

JJF 1001《通用计量术语及定义》、JJF 1059.1《测量不确定度评定与表示》、JJF 1094《测量仪器特性评定》共同构成支撑本校准规范制定工作的基础性系列文件。

本规范参考了 JJG 818—2005《磁性、电涡流式覆层厚度测量仪》、JJF 1306—2011《X 射线荧光镀层测厚仪校准规范》的相关内容。

本规范为首次发布。

电解式（库仑）测厚仪校准规范

1 范围

本规范适用于测量范围为(0~20) μm、分辨力为0.1μm和0.01μm的电解式（库仑）测厚仪校准，不适用于多层镍厚度和线材镀层厚度测量的电解式（库仑）测厚仪校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1071—2010 国家计量校准规范编写规则

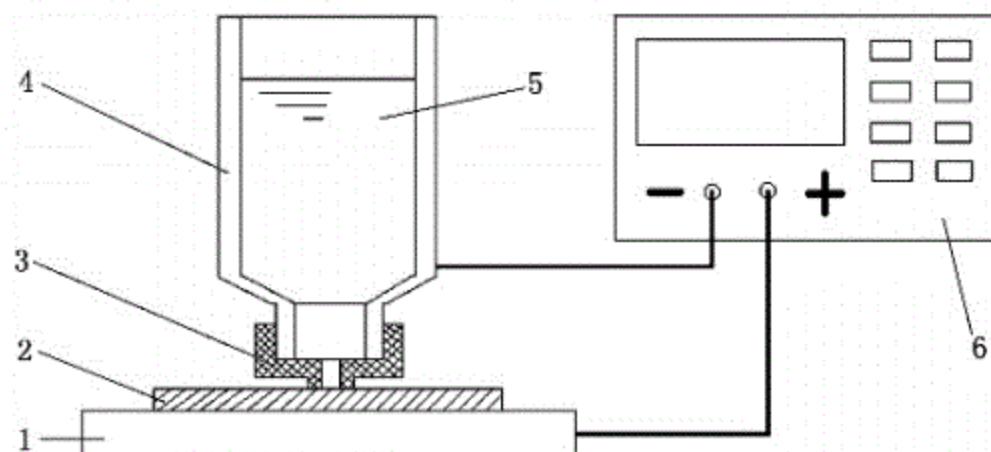
GB/T 4955—2005 金属覆盖层 覆盖层厚度测量 阳极溶解库仑法

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用本规范。

3 概述

电解式（库仑）测厚仪，又称电解式测厚仪、库仑测厚仪，是一种破坏式测量导电性金属镀层厚度的常用仪器。电解式（库仑）测厚仪依据法拉第定律设计，测量原理是基于镀层的恒电流阳极溶解（退镀）。电解式（库仑）测厚仪对被测金属镀层进行局部阳极溶解，通过计算溶解阳极镀层所需的电量来进行镀层厚度的测量。

电解式（库仑）测厚仪的结构示意图见图1。



1—基体；2—镀层；3—橡胶密封圈；4—电解槽；5—电解液；6—控制单元。

图1 电解式（库仑）测厚仪的结构示意图

4 计量特性

4.1 厚度测量示值误差

仪器镀层厚度测量的相对示值误差应不超过±10%。

4.2 厚度测量示值重复性

仪器镀层厚度测量的相对示值重复性应不超过5%。

注：

- 1 允许首次校准时按用户和制造商达成的技术协议进行校准，复校时按用户的要求进行校准。
- 2 由于校准工作只给出测量结果，不判断合格与否，上述计量特性仅供参考。

5 校准条件

5.1 环境条件

温度：(20±5)℃。

相对湿度： $\leq 75\%$ 。

5.2 测量标准及其他设备

标准厚度片：可根据仪器测量范围和实际使用情况选用不同的标准厚度片。

校准时推荐使用的标准厚度片类型和厚度范围见附录 C。标准厚度片标准厚度值的相对扩展不确定度应不大于 5% ($k=2$)，厚度均匀性不大于 2%，标准厚度片的技术要求见附录 D。

6 校准项目和校准方法

校准前，需确保仪器处于正常的工作状态及没有影响校准计量性能的因素后方可进行校准。所用的标准厚度片应确保表面洁净，避免划痕、腐蚀和氧化。每次仪器测量后应及时检查标准厚度片表面电解状况，对出现不均匀溶解的情况，应重做该次测量。

6.1 厚度测量示值误差

首先按使用说明书对被校仪器进行参数设置，必要时进行系统调校，再按仪器测量范围，选取 1~5 种不同材料的镀层/基体类型，每种类型再选择 1~2 个标准厚度值不同的标准厚度片。通常情况下，建议选择 Cu/Fe、Ni/Cu 和 Cr/Ni 三种类型的标准厚度片，每种厚度片选取 1 个厚度值进行校准。Cr/Ni 类型标准厚度片标准厚度值一般为 (0.5~1) μm，Cu/Fe 和 Ni/Cu 类型标准厚度片的标准厚度值为 (10~15) μm。允许根据仪器的实际使用情况和用户要求选择其他类型的标准厚度片和标准厚度值进行校准。

分别在每个标准厚度片同一测量区域相邻位置处重复测量 3 次并记录仪器示值，计算算术平均值 \bar{h}_i 作为第 i 个标准厚度片的测量结果，根据公式 (1) 计算仪器厚度测量示值误差：

$$\delta_i = \bar{h}_i - H_i \quad (1)$$

式中：

δ_i —— 对第 i 个标准厚度片，仪器的示值误差，μm；

\bar{h}_i —— 对第 i 个标准厚度片，仪器示值的平均值，μm；

H_i —— 第 i 个标准厚度片的标准厚度值，μm。

根据公式 (2) 计算仪器厚度测量相对示值误差 $r(\delta_i)$ ：

$$r(\delta_i) = \frac{\bar{h}_i - H_i}{H_i} \times 100\% \quad (2)$$

6.2 厚度测量示值重复性

在仪器有效测量范围内,选取一个仪器常用的镀层/基体类型的标准厚度片。建议选择 Cu/Fe 和 Ni/Cu 中的一种,标准厚度片的标准厚度值为(10~15) μm。仪器测量程序与所选标准厚度片的镀层/基体类型保持一致,在同一测量区域相邻位置处连续测量该标准厚度片 5 次,记录仪器示值 h ,按公式(3)计算实验标准差 s :

$$s = \frac{h_{\max} - h_{\min}}{C} \quad (3)$$

式中:

h_{\max} ——仪器示值的最大值, μm;

h_{\min} ——仪器示值的最小值, μm;

C ——极差系数, 5 次测量条件下, C 取 2.33。

实验标准差 s 除以仪器 5 次测量结果的算术平均值 \bar{h} 所得到的百分数即为仪器镀层厚度测量的相对示值重复性 s_{rel} ,按公式(4)计算:

$$s_{\text{rel}} = \frac{s}{\bar{h}} \times 100\% \quad (4)$$

式中:

s ——实验标准差, μm;

\bar{h} ——仪器 5 次测量结果的算术平均值, μm。

7 校准结果表达

经校准的电解式(库仑)测厚仪出具校准证书。校准证书包括的信息应符合 JJF 1071—2010 中 5.12 的要求。

8 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由电解式(库仑)测厚仪的使用状况、使用者、设备本身质量等诸因素所决定的,因此,送校单位可根据仪器实际使用情况自主决定复校时间间隔。建议复校时间间隔一般不超过 1 年。

附录 A

电解式(库仑)测厚仪示值误差测量结果的不确定度评定示例

A.1 测量方法

在仪器有效测量范围内, 将标准厚度片的仪器测量值 h 与标准厚度片的标准厚度值 H 进行比较, 计算出仪器的示值误差 δ (本例中, 分别以厚度值为 $0.57 \mu\text{m}$ 的 Cr/Ni 类型和 $12.6 \mu\text{m}$ 的 Ni/Cu 类型标准厚度片为例进行分析)。

A.2 测量模型

$$\delta = h - H \quad (\text{A.1})$$

式中:

δ —— 示值误差, μm ;

h —— 仪器示值, μm ;

H —— 标准厚度片的标准厚度值, μm 。

A.3 不确定度传播公式

因 $\delta = h - H$, 所以灵敏系数 $c_1 = \frac{\partial \delta}{\partial h} = 1, c_2 = \frac{\partial \delta}{\partial H} = -1$ 。

令 u_1, u_2 分别表示 h, H 的标准不确定度, 因 h 和 H 的标准不确定度不相关, 则合成标准不确定度 u_c 为:

$$u_c^2 = \left(\frac{\partial \delta}{\partial h} \cdot u_1 \right)^2 + \left(\frac{\partial \delta}{\partial H} \cdot u_H \right)^2 = (c_1 \cdot u_1)^2 + (c_2 \cdot u_2)^2 = u_1^2 + u_2^2 \quad (\text{A.2})$$

A.4 标准不确定度分量的计算

A.4.1 仪器示值引入的标准不确定度分量 u_1

A.4.1.1 电解式(库仑)测厚仪的测量重复性引入的标准不确定度分量 u_{11}

电解式(库仑)测厚仪的测量重复性引入的不确定度分量可以通过 10 次重复测量得到, 对标称厚度为 $0.57 \mu\text{m}$ 的 Cr/Ni 标准厚度片进行 10 次重复测量试验, 得到结果为: $0.58, 0.57, 0.57, 0.56, 0.58, 0.57, 0.56, 0.57, 0.58, 0.58$ (单位均为 μm), 按贝塞尔公式计算其单次试验标准偏差为 $0.00789 \mu\text{m}$

采用 A 类方法进行评定, 实际测量时采用 3 次重复测量结果的平均值, 则:

$$u_{11} = \frac{0.00789 \mu\text{m}}{\sqrt{3}} = 0.00456 \mu\text{m}$$

对标称厚度为 $12.6 \mu\text{m}$ 的 Ni/Cu 标准厚度片进行 10 次重复测量, 得到的结果为: $12.8, 12.7, 12.6, 12.5, 12.8, 12.5, 12.4, 12.7, 12.8, 12.7$ (单位均为 μm), 按贝塞尔公式计算其单次实验标准偏差为 $0.143 \mu\text{m}$ 。

采用 A 类方法进行评定, 实际测量时采用 3 次重复测量结果的平均值, 则:

$$u_{11} = \frac{0.143 \mu\text{m}}{\sqrt{3}} = 0.0826 \mu\text{m}$$

A.4.1.2 电解式(库仑)测厚仪的测量分辨力引入的标准不确定度分量 u_{12}

电解式(库仑)测厚仪的厚度读数显示分辨力一般为 $0.1 \mu\text{m}$, 镀层是金或装饰铬的分辨力一般为 $0.01 \mu\text{m}$, 按均匀分布处理, 则:

$$\text{当测量值为 } 0.57 \mu\text{m} \text{ 时, } u_{12} = \frac{0.005 \mu\text{m}}{\sqrt{3}} = 0.00289 \mu\text{m}$$

$$\text{当测量值为 } 12.6 \mu\text{m} \text{ 时, } u_{12} = \frac{0.05 \mu\text{m}}{\sqrt{3}} = 0.0289 \mu\text{m}$$

取 u_{11} 和 u_{12} 中较大者, 则由仪器示值引入的标准不确定度分量:

$$\text{当测量值为 } 0.57 \mu\text{m} \text{ 时, } u_1 = u_{11} = 0.00456 \mu\text{m}$$

$$\text{当测量值为 } 12.6 \mu\text{m} \text{ 时, } u_1 = u_{11} = 0.0826 \mu\text{m}$$

A.4.2 标准厚度片引入的标准不确定度分量 u_2

标准厚度片引入的不确定度主要来源于标准厚度片标准厚度值测量结果的不确定度, 可根据相关技术资料或校准证书给出的扩展不确定度来计算。

标准厚度片标准厚度值测量结果的相对扩展不确定度为 $U_{95,\text{rel}} = 5\%$ 。按近似正态分布考虑, 取包含因子 $k=2$, 则:

$$\text{当测量值为 } 0.57 \mu\text{m} \text{ 时, } u_2 = \frac{0.57 \mu\text{m} \times 5\%}{2} = 0.0142 \mu\text{m}$$

$$\text{当测量值为 } 12.6 \mu\text{m} \text{ 时, } u_2 = \frac{12.6 \mu\text{m} \times 5\%}{2} = 0.315 \mu\text{m}$$

A.4.3 标准不确定度分量一览表

标准不确定度评定分量见表 A.1。

表 A.1 不确定度评定分量一览表

输入量标准不确定度			c_i	输出量标准不确定度分量 $ c_i \cdot u_i / \mu\text{m}$	
来源	符号	数值/ μm		0.57	12.6
		0.57	12.6		
仪器示值	u_1	0.00456	0.0826	1	0.00456
标准厚度片	u_2	0.0142	0.315	-1	0.0142

A.5 合成标准不确定度 u_c

当测量值为 $0.57 \mu\text{m}$ 时, $u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = \sqrt{(0.00456 \mu\text{m})^2 + (0.0142 \mu\text{m})^2} \approx 0.0149 \mu\text{m}$

当测量值为 $12.6 \mu\text{m}$ 时, $u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = \sqrt{(0.0826 \mu\text{m})^2 + (0.315 \mu\text{m})^2} \approx 0.326 \mu\text{m}$

A.6 扩展不确定度 U

取包含因子 $k=2$, 则扩展不确定度分别为:

当测量值为 $0.57 \mu\text{m}$ 时: $U = k \cdot u_e = 2 \times 0.0149 \mu\text{m} = 0.0298 \mu\text{m}$

$$\text{用相对扩展不确定度表示时: } U_{\text{rel}} = \frac{U}{0.57 \mu\text{m}} = 5.2\%$$

当测量值为 $12.6 \mu\text{m}$ 时: $U = k \cdot u_e = 2 \times 0.326 \mu\text{m} = 0.652 \mu\text{m}$

$$\text{用相对扩展不确定度表示时: } U_{\text{rel}} = \frac{U}{12.6 \mu\text{m}} = 5.2\%$$

A.7 测量不确定度报告

使用不同厚度值的标准厚度片校准仪器示值误差时对应的不确定度见表 A.2。

表 A.2 使用标准厚度片校准仪器示值误差时不确定度一览表

测量值 μm	合成标准不确定度 u_e μm	扩展不确定度 U μm	相对扩展不确定度 U_{rel}
0.57	0.0149	0.0298	5.2%
12.6	0.326	0.652	5.2%

附录 B

校准过程的其他要求

校准仪器时，所使用的电解液一般应由客户按其日常使用的实际情况提供，也可按照制造商的推荐配制合适的电解液。在客户无法提供可供校准使用的电解液且制造商未公开电解液配方的情况下，建议参考 GB/T 4955—2005 自行配制合适的电解液。

校准时，所选测量程序应确保与待测标准厚度片的镀层/基体类型完全一致，不匹配的测量程序常会导致测量过程无法进行或错误的测量结果。

校准时，应根据仪器使用说明书合理选择电解速度，电解时间不宜过短，通常建议单层镀层的电解时间控制在 1 min 左右。

电解池、电解池密封圈、搅拌器以及浸入溶液中的电极每次测量后均需要仔细清洗，保持清洁，避免残留的电解液或反应产生的金属沉积物影响测量的正确进行。

测量过程中电解池密封圈上施加的力应保持恒定，校准同一参数时，尽可能利用恒力装置保持每次测量所施加的力一致。

测量操作时，应根据镀层/基体类型选择是否施加搅拌，不适当的搅拌也将导致错误的结果。

附录 C

推荐使用的标准厚度片类型和厚度范围

表 C.1 推荐使用的标准厚度片类型和厚度范围

镀层	基体	推荐的厚度范围/ μm
铜 (Cu)	铁 (Fe)	3~15
铜 (Cu)	锌 (Zn)	5~10
镍 (Ni)	铁或铜 (Fe、Cu)	5~15
铬 (Cr)	镍 (Ni)	0.5~1
铬 (Cr)	铁或铜 (Fe、Cu)	0.1~15
锌 (Zn)	铁或铜 (Fe、Cu)	5~15
银 (Ag)	铁或铜 (Fe、Cu)	5~20
金 (Au)	铜或镍 (Cu、Ni)	0.5~1
镉 (Cd)	铁或铜 (Fe、Cu)	10~15
锡 (Sn)	铁 (Fe)	0.5~15
锡 (Sn)	铜或镍 (Cu、Ni)	3~15

注：必要时，可选用超出上述推荐类型和厚度范围的标准厚度片进行仪器校准。

附录 D

标准厚度片的技术要求

D. 1 标准厚度片的通用技术要求

D. 1. 1 标准厚度片

以镀层的形式覆盖在金属基体上的厚度片，镀层厚度测量区域不应有影响测量结果的脏点、划伤、破损、腐蚀存在。工作表面应平整。要求其表面粗糙度 R_a 值应小于 $0.1 \mu\text{m}$ 。

D. 1. 2 材料要求

镀层及基体的金属材料纯度应 $\geq 99\%$ 。

D. 1. 3 外形尺寸要求

对标准厚度片的外形尺寸无特殊要求，只要适合于携带、保存，在测量时安装方便即可，有效工作区域应大于仪器的测量尺寸，常见的外形为圆形和方形。

D. 2 标准厚度片的技术要求

标准厚度片标准厚度值的测量不确定度及厚度均匀性要求见表 D. 1。

表 D. 1 标准厚度片厚度测量结果的不确定度及厚度均匀性要求

标准厚度片的标准厚度值	标准厚度值的测量不确定度	厚度均匀性
$(0 \sim 20) \mu\text{m}$	$U_{\text{rel}} \leqslant 5\% ; k=2$	$\leqslant 2\%$

附录 F

电解式(库仑)测厚仪校准记录格式

委托方名称								
委托方地址								
制造厂								
型号规格				仪器编号				
环境温度	℃			湿度	%RH			
技术依据								
标准器								
校准日期				证书编号				
1. 仪器外观								
2. 仪器厚度测量示值误差								
标准厚度片 类型(镀层/ 基体)	标准厚 度值 μm	仪器示值/μm			仪器示值 的平均值 μm	示值误差 μm	相对示值 误差 %	
		1	2	3				
仪器厚度测量示值误差的扩展不确定度/% (k=2)								
3. 仪器厚度测量示值重复性								
标准厚度片类型 (镀层/基体)	仪器示值/μm					标准厚度值 μm	极差值 μm	相对示值 重复性/%
	1	2	3	4	5			
备注								
校准员	核验员							

附录 G**电解式（库仑）测厚仪校准证书（内页）格式**

1. 外观：

2. 校准结果：

2.1 仪器厚度测量示值误差：

标准厚度片类型 (镀层/基体)					
标准厚度值/ μm					
示值误差/ μm					
相对示值误差/%					

2.2 仪器厚度测量示值重复性：

(标准厚度片类型： ， 标准厚度值： μm)

3. 仪器厚度测量示值误差的扩展不确定度：

JJF 1707—2018

中华人民共和国
国家计量技术规范
电解式(库仑)测厚仪校准规范

JJF 1707—2018

国家市场监督管理总局发布

*
中国质检出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

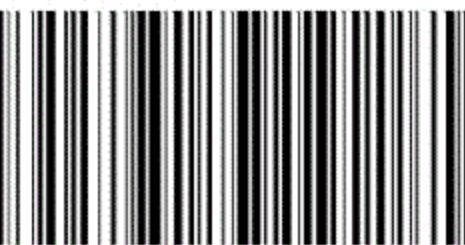
网址:www.spc.org.cn

服务热线:400-168-0010

2018年7月第一版

*
书号:155026·J-3308

版权专有 侵权必究



JJF 1707-2018