
Norme internationale



4524/1

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

**Revêtements métalliques — Méthodes d'essai des dépôts électrolytiques d'or et d'alliages d'or —
Partie 1 : Détermination de l'épaisseur du dépôt**

Metallic coatings — Test methods for electrodeposited gold and gold alloy coatings — Part 1 : Determination of coating thickness

iteh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1985-03-15 (standards.iteh.ai)

[ISO 4524-1:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4262cf2-5139-4950-acf5-dacfb9012fbb/iso-4524-1-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4262cf2-5139-4950-acf5-dacfb9012fbb/iso-4524-1-1985>

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4524/1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements non organiques*.

[ISO 4524-1:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4262cf2-5139-4950-acf5-dacfb9012f6b/iso-4524-1-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4262cf2-5139-4950-acf5-dacfb9012f6b/iso-4524-1-1985>

Revêtements métalliques — Méthodes d'essai des dépôts électrolytiques d'or et d'alliages d'or —

Partie 1 : Détermination de l'épaisseur du dépôt

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4524 spécifie des méthodes de détermination de l'épaisseur des dépôts électrolytiques d'or et d'alliages d'or pour utilisation dans l'industrie, la décoration et la protection.

2 Références

ISO 1463, *Revêtements métalliques et couches d'oxyde — Mesurage de l'épaisseur — Méthode par coupe micrographique.*

ISO 2177, *Revêtements métalliques — Mesurage de l'épaisseur — Méthode coulométrique par dissolution anodique.*¹⁾

ISO 3497, *Revêtements métalliques — Mesurage de l'épaisseur — Méthodes par spectrométrie de rayons X.*

ISO 3543, *Revêtements métalliques et non métalliques — Mesurage de l'épaisseur — Méthode par rétrodiffusion des rayons bêta.*

ISO 3868, *Revêtements métalliques et autres revêtements non organiques — Mesurage de l'épaisseur — Méthode basée sur le principe de Fizeau d'interférométrie à faisceaux multiples.*

ISO 4518, *Revêtements métalliques — Mesurage de l'épaisseur — Méthode profilométrique.*

ISO 4524/4, *Revêtements métalliques — Méthodes d'essai des dépôts électrolytiques d'or et d'alliages d'or — Partie 4 : Détermination de la teneur en or.*

3 Généralités

Les méthodes données dans la présente partie de l'ISO 4524 sont considérées comme ayant la précision requise, sous réserve qu'elles soient appliquées correctement sur des échantillons convenant à chaque méthode particulière. Toute méthode qui doit être considérée comme méthode de réf-

rence, doit faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées et doit être choisie parmi les méthodes spécifiées dans les chapitres 4 à 11. La méthode choisie doit être celle qui est supposée donner les résultats les plus fiables, compte tenu d'un certain nombre de facteurs, tels que l'épaisseur du dépôt, la forme et la taille de la pièce, le matériau de revêtement, le matériau de base, etc. Les méthodes qui font intervenir la valeur de la masse volumique du dépôt électrolytique ne peuvent être utilisées que si la valeur réelle de la masse volumique de l'or ou de l'alliage d'or est connue. Si la masse volumique vraie du dépôt électrolytique d'alliage d'or n'est pas connue, utiliser une valeur arithmétique calculée; par exemple, la masse volumique, ρ , exprimée en grammes par centimètre cube, d'un dépôt de 60 % (m/m) d'or et de 40 % (m/m) d'argent sera calculée de la façon suivante :

$$\frac{100}{\frac{60}{19,3} + \frac{40}{10,5}} = 14,5$$

Sinon, utiliser la valeur 19,3 g/cm³.

Il est nécessaire de disposer d'une valeur pour la masse volumique pour les méthodes par coulométrie, spectrométrie de rayons X, rétrodiffusion des rayons bêta, gravimétrie, analyse chimique. Dans ces cas, avec une valeur de masse volumique calculée ou estimée, la précision indiquée peut être difficile à obtenir.

D'autres méthodes peuvent être utilisées s'il peut être prouvé que leur erreur limite de mesure ne dépasse pas 10 %, ou qu'elles conviennent aussi bien ou mieux au cas particulier envisagé que les méthodes indiquées dans la présente partie de l'ISO 4524.

Le producteur d'un dépôt d'alliages d'or peut, en général, estimer la masse volumique du dépôt d'or à partir d'une solution particulière, mais des variations se produisent du fait des conditions opératoires, du vieillissement de l'électrolyte, d'un mauvais suivi du bain ou de l'inclusion de matières organiques.

La masse volumique approximative d'un dépôt d'alliage peut être calculée pour autant que sa composition soit connue.

1) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO 2177-1972.)

Toutefois cette méthode peut conduire à de larges erreurs, comme le montre le tableau 1.

Les valeurs du tableau 1 sont destinées à illustrer des cas typiques de dépôts d'or obtenus avec les électrolytes courants. Ces valeurs ne sont qu'indicatives et ne doivent pas être utilisées pour calculer les épaisseurs à partir des masses par unité de surface.

4 Coupe micrographique

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 1463. Cette méthode est considérée comme ayant une erreur limite de mesure inférieure à 10 % ou $\pm 0,8 \mu\text{m}$, la plus grande de ces valeurs étant à retenir.

Avec des microscopes à haut pouvoir de résolution, et une préparation soignée des éprouvettes, on peut atteindre à des erreurs limites de moins de $0,5 \mu\text{m}$.

5 Méthode par rétrodiffusion des rayons bêta

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 3543. Cette méthode est considérée comme ayant une erreur limite inférieure à 10 % pour des épaisseurs d'or correspondant à une masse par unité de surface au moins égale à 1 mg/cm^2 sur substrat de nombre atomique inférieur à 35.

6 Méthode gravimétrique

6.1. Principe

Dissolution chimique ou électrochimique du substrat (sans attaque du dépôt d'or). Calcul de l'épaisseur moyenne sur une petite surface à partir de la surface, de la masse et de la masse volumique du dépôt.

6.2 Éprouvette

Découper ou estamper soigneusement une éprouvette sur une pièce. La forme et les dimensions de l'éprouvette doivent être telles que la surface de l'or puis sa masse puissent être mesurées avec une précision de 2 % ou mieux. Il peut être nécessaire d'ébarber les bords et de les décaper au sable pour enlever l'or laissé sur les bords par l'opération de coupe.

6.3 Mode opératoire

Mesurer la surface du revêtement avec une précision de 2 % ou mieux.

Enlever le plus possible du substrat par des moyens mécaniques, avant décapage, pour réduire les risques d'une attaque du dépôt. Dissoudre le métal de base sans attaquer le revêtement. Pour la plupart des métaux de base, on peut utiliser de l'acide nitrique ($\rho \approx 1,42 \text{ g/ml}$) dilué 1 + 3 avec de l'eau, à environ $20 \text{ }^\circ\text{C}$, mais cet acide peut dissoudre certains éléments d'alliage, dans le cas de certains dépôts d'alliages.

Recueillir l'or, le sécher durant 30 min à environ $110 \text{ }^\circ\text{C}$ et le peser avec une précision de 2 % ou mieux. Si l'or se fragmente en petits morceaux, il peut être nécessaire de le filtrer et de peser le résidu par des méthodes analytiques normales.

6.4 Expression des résultats

L'épaisseur moyenne du dépôt, d , est donnée, en micromètres, par la formule

$$d = \frac{10 m}{A \rho}$$

où

m est la masse, en milligrammes, du dépôt;

A est la surface, en centimètres carrés, d'or déposé sur la surface de l'éprouvette;

ρ est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, du dépôt (voir chapitre 3).

7 Analyse chimique

7.1 Principe

Enlèvement du métal de base sur une petite surface connue de la pièce, c'est-à-dire sur l'éprouvette, prélevée à l'endroit souhaité. Dissolution du dépôt d'or dans l'eau régale. Analyse de la solution par spectrophotométrie ou par spectrométrie d'absorption atomique, de manière à déterminer la masse d'or déposé sur l'éprouvette. Calcul de l'épaisseur moyenne sur une

Tableau 1 — Variation de la pureté du dépôt et de sa masse volumique

Type de dépôt	Pureté du dépôt [% (m/m)]	Masse volumique* (g/cm ³)
Cyanure alcalin (mat)	99,999	18,9
Sans cyanure, alcalin (brillant)	99,955	19,2
Allié (Ag) cyanure alcalin (brillant)	99,020	16,7
Allié (Cd) sans cyanure, alcalin (brillant)	98,576	18,9
Or, acide, dur (Co) (brillant)	99,905	17,8

* Valeurs indicatives, ne pouvant être utilisées comme masses volumiques pour calculer l'épaisseur du dépôt à partir de la masse par unité de surface.

petite surface à partir de la surface, de la masse et de la masse volumique et du titre du dépôt d'or.

NOTE — Pour déterminer la teneur en or, peser le dépôt lavé et séché avant dissolution dans l'eau régale.

7.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

7.2.1 Acide nitrique, $\rho \approx 1,2$ g/ml, solution environ à 25 % (m/m).

7.2.2 Eau régale.

Ajouter 25 ml d'acide nitrique ($\rho \approx 1,42$ g/ml) à 75 ml d'acide chlorhydrique ($\rho \approx 1,18$ g/ml) juste avant l'emploi.

7.2.3 Or, solution étalon de base correspondant à 0,050 g d'or par litre.

Dissoudre 0,050 g d'or certifié, de pureté 99,99 % (m/m) dans 20 ml d'eau régale (7.2.2) et diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée avec de l'eau.

1 ml de cette solution étalon contient 50 μg d'or.

7.3 Appareillage

Nettoyer à fond tous les récipients en verre, y compris les cuves du spectrophotomètre, avec l'eau régale (7.2.2) et rincer à l'eau avant l'emploi. Il est préférable de réserver des récipients en verre uniquement à ces analyses.

7.4 Éprouvette

Découper ou estamper soigneusement une éprouvette sur une pièce. La forme et les dimensions de l'éprouvette doivent être telles que la surface de l'or puis sa masse puissent être mesurées avec une précision de 2 % ou mieux. Il peut être nécessaire d'ébarber les bords et de les décaper au sable pour enlever l'or laissé sur les bords par l'opération de coupe.

La précision de la mesure d'épaisseur dépend en grande partie de la précision de la mesure de la surface prélevée pour le contrôle. Pour les pièces de section mince, on peut prélever des éprouvettes de taille mesurable avec précision à l'aide d'un emporte-pièce donnant les disques de diamètre connu. Pour les contacts revêtus d'or des circuits imprimés, la feuille de cuivre peut habituellement être détachée mécaniquement. Si nécessaire, le contact peut être détaché de la feuille par ébullition dans une solution d'hydroxyde de sodium à 200 g/l.

Les quantités de réactifs et les dilutions indiquées dans la méthode décrite sont les quantités minimales à prendre pour une surface de 0,1 cm² qui est la plus petite éprouvette possible. Si l'on prélève des surfaces plus grandes, il convient de corriger en conséquence les dilutions et les aliquotes.

7.5 Préparation de la solution de dosage et des solutions d'étalonnage

7.5.1 Solution de dosage

Enlever le plus possible du substrat par des moyens mécaniques sur l'éprouvette (7.4), avant décapage, pour réduire les risques d'une attaque du dépôt. Séparer le dépôt de ce qui reste de substrat en dissolvant celui-ci dans la solution d'acide nitrique (7.2.1). Laver et sécher le dépôt séparé et le dissoudre à chaud dans 3 ml d'eau régale (7.2.2) dans un bécher de 50 ml.

7.5.2 Solutions d'étalonnage

Dans une série de six béchers de 50 ml (7.6.3.2), introduire les volumes de la solution étalon d'or (7.2.3) indiqués dans le tableau 2.

NOTE — Pour des épaisseurs plus faibles, diluer cinq fois la solution de base d'or.

7.6 Méthode spectrophotométrique

7.6.1 Principe

Addition de chlorure de potassium à la solution de dosage pour obtenir un chlorure double de potassium et d'or stable. Évaporation jusqu'à siccité et dosage spectrophotométrique de l'or.

Tableau 2 — Solutions d'étalonnage

Volume de la solution étalon d'or (7.2.3)	Masse correspondante d'or	Concentration d'or dans la solution finale
ml	mg	mg/ml
0*	0*	0*
1,0	0,05	0,005
2,0	0,10	0,010
4,0	0,20	0,020
6,0	0,30	0,030
8,0	0,40	0,040

* Solution de compensation.

Les métaux de base qui donnent des chlorures incolores solubles, ainsi que le cuivre, le nickel, le cobalt et le fer qui ont des chlorures colorés, n'interfèrent pas. Cette méthode convient donc aux dépôts d'alliages contenant ces métaux. Dans le cas d'or allié à des métaux tels que l'argent qui donne un chlorure insoluble, il peut être nécessaire de filtrer celui-ci avant de mesurer l'absorbance.

7.6.2 Réactifs

7.6.2.1 Chlorure de potassium, solution à 10 g/l.

7.6.2.2 Acide chlorhydrique.

Diluer 200 ml d'acide chlorhydrique concentré ($\rho \approx 1,18$ g/ml) à 1 000 ml.

7.6.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

7.6.3.1 Spectrophotomètre, équipé de cuves de silice de 10 mm et 40 ou 50 mm de parcours optiques. L'appareil est équipé d'un monochromateur et non d'un filtre.

7.6.3.2 Bêchers, forme basse, de 50 ml de capacité. Au moins six bêchers sont nécessaires.

7.6.3.3 Entonnoir micro-filtre, muni d'une plaque filtrante en verre fritté ou d'une baguette filtrante appropriée.

7.6.3.4 Étuve électrique, réglable à 110 ± 2 °C.

7.6.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.6.4.1 Préparation des solutions témoins

Traiter le contenu de chaque bêcher de solution étalon d'or diluée (7.5.2) de la façon suivante. Ajouter 1 ml de la solution de chlorure de potassium (7.6.2.1), évaporer soigneusement jusqu'à siccité sur une plaque chauffante ou dans un bain d'eau, sécher dans l'étuve (7.6.3.4) réglée à 110 ± 2 °C, et laisser refroidir. Redissoudre le résidu dans de l'acide chlorhydrique (7.6.2.2) et diluer à 10 ml dans une fiole jaugée avec le même acide.

7.6.4.2 Mesurages spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques des solutions témoins (7.6.4.1), à l'aide du spectrophotomètre (7.6.3.1) à la longueur d'onde de 312 nm et en utilisant des cuves de 10 mm, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

7.6.4.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Déduire l'absorbance de la solution de compensation (voir tableau 2) de celles des solutions témoins. Tracer un graphique

en portant les concentrations, en milligrammes d'or par millilitre, en abscisses et les valeurs nettes des absorbances correspondantes en ordonnées. On devrait obtenir une droite.

7.6.5 Détermination

Effectuer la détermination en double, en partant de deux éprouvettes (7.4) différentes. Ajouter 1 ml de la solution de chlorure de potassium (7.6.2.1), évaporer soigneusement jusqu'à siccité sur une plaque chauffante ou dans un bain d'eau, sécher dans l'étuve (7.6.3.4) réglée à 110 ± 2 °C, et laisser refroidir. Redissoudre le résidu dans de l'acide chlorhydrique (7.6.2.2) et diluer dans une fiole jaugée de capacité conforme aux indications du tableau 3, jusqu'au trait repère avec le même acide.

Tableau 3 — Volume de dilution et parcours optiques des cuves pour diverses épaisseurs de dépôt

Épaisseur approximative de dépôt, <i>d</i>	Capacité de la fiole jaugée	Parcours optique de la cuve
μm	ml	mm
$5,0 < d < 10,0$	20	10
$1,25 < d < 5,0$	10	10
$0,1 < d < 1,25$	10	40

Mesurer l'absorbance de chaque solution à l'aide du spectrophotomètre (7.6.3.1) à la longueur d'onde de 312 nm et en utilisant la cuve appropriée indiquée dans le tableau 3, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

À l'aide de la courbe d'étalonnage, déterminer la masse d'or correspondant à la mesure spectrophotométrique en tenant compte de l'essai à blanc (7.6.6).

7.6.6 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement à la détermination et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs mais en omettant l'éprouvette.

7.7 Méthode par spectrométrie d'absorption atomique

7.7.1 Principe

Addition de chlorure de lanthane à la solution de dosage pour éliminer les interférences et mesurage de l'absorption atomique.

7.7.2 Réactif

7.7.2.1 Chlorure de lanthane, solution à environ 100 g/l.

Dissoudre environ 58,6 g d'oxyde de lanthane dans 250 ml d'acide chlorhydrique concentré ($\rho \approx 1,18$ g/l) et diluer à 500 ml avec de l'eau.

7.7.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

7.7.3.1 Spectromètre d'absorption atomique.

7.7.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.7.4.1 Préparation des solutions d'étalonnage

Traiter le contenu de chaque bécher de solution étalon d'or diluée (7.5.2) de la façon suivante. Transvaser dans une série de six fioles jaugées de 100 ml, ajouter 4 ml de la solution de chlorure de lanthane (7.7.2.1) et diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau.

7.7.4.2 Mesurages spectrométriques

Vaporiser les solutions d'étalonnage (7.7.4.1) directement dans la flamme du spectromètre (7.7.3.1), en se conformant aux instructions du fabricant pour les dosages d'or, et enregistrer les lectures d'absorbance.

7.7.4.3 Tracé de la courbe

Déduire l'absorbance de la solution de compensation de celles des solutions d'étalonnage. Tracer un graphique en portant les concentrations, en milligrammes d'or par millilitre, en abscisses et les valeurs nettes des absorbances correspondantes en ordonnées.

7.7.5 Détermination

Transvaser la solution de dosage (7.5.1) dans une fiole jaugée de capacité conforme aux indications du tableau 4, ajouter le volume indiqué de la solution de chlorure de lanthane (7.7.2.1) et diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau.

Tableau 4 — Volume de dilution et volume de la solution de chlorure de lanthane pour diverses masses d'or

Masse d'or dans l'éprouvette, m_{Au}	Capacité de la fiole jaugée	Volume de la solution de chlorure de lanthane (7.7.2.1)
mg	ml	ml
$m_{Au} < 0,2$	10	0,4
$0,2 < m_{Au} < 2$	100	4
$2 < m_{Au} < 20$	1 000	40

Mesurer l'absorbance de la solution résultante comme indiqué en 7.7.4.2.

À l'aide de la courbe d'étalonnage, déterminer la masse d'or correspondant à la mesure spectrométrique en tenant compte de l'essai à blanc (7.7.6).

7.7.6 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement à la détermination et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs mais en omettant l'éprouvette.

7.8 Expression des résultats

L'épaisseur moyenne du dépôt, d , est donnée, en micromètres, par la formule

$$d = \frac{10 m_1}{A \rho} \times \frac{100}{w_{Au}}$$

où

m_1 est la masse, en milligrammes, d'or contenue dans la solution, calculée à partir de la courbe d'étalonnage (7.6.4 ou 7.7.4) et correspondant au volume total de la solution de dosage finale (voir tableaux 3 et 4), compte tenu de l'essai à blanc (7.6.6 ou 7.7.6).

A est la surface, en centimètres carrés, de l'éprouvette (7.4);

ρ est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, du dépôt (voir chapitre 3);

w_{Au} est la teneur en or, exprimée en pourcentage en masse, du dépôt (voir ISO 4524/4).

8 Méthode par spectrométrie de rayons X

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 3497. Cette méthode est considérée comme ayant une erreur limite de mesure inférieure à 10 % dans la gamme des épaisseurs comprises entre 0,5 et 7,5 μm .

9 Méthode profilométrique

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 4518. Cette méthode est considérée comme ayant une erreur limite de mesure inférieure à 10 %.

10 Méthode interférométrique

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 3868. Cette méthode est considérée comme ayant une erreur limite de mesure inférieure à 10 %.

11 Méthode coulométrique

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 2177, avec l'électrolyte recommandé par le fabricant de l'appareil pour la combinaison dépôt/substrat particulière.

12 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir au moins les indications suivantes :

- a) la référence à la présente partie de l'ISO 4524, y compris l'identification de la méthode particulière utilisée;
- b) le (ou les) résultat(s) de l'essai (ou des essais) effectué(s), ainsi que la forme sous laquelle il est (ou ils sont) exprimé(s);

- c) tout fait anormal noté au cours de la détermination;
- d) toute opération non prévue dans la présente partie de l'ISO 4524 ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence;
- e) toute autre information demandée par le client.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4524-1:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4262cf2-5139-4950-acf5-dacfb9012f6b/iso-4524-1-1985>