
Norme internationale



4524/3

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 3 : Détermination électrographique de la porosité**

Metallic coatings — Test methods for electrodeposited gold and gold alloy coatings — Part 3 : Electrographic tests for porosity

Première édition — 1985-04-01

Corrigée et réimprimée — 1986-03-01

(standards.iteh.ai)

[ISO 4524-3:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c21a4d1-16ea-4a29-a0cc-badfd1ab42ad/iso-4524-3-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c21a4d1-16ea-4a29-a0cc-badfd1ab42ad/iso-4524-3-1985>

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 4524/3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements non organiques*.

[ISO 4524-3:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c21a4d1-16ea-4a29-a0cc-badf11ab42ad/iso-4524-3-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c21a4d1-16ea-4a29-a0cc-badf11ab42ad/iso-4524-3-1985>

Revêtements métalliques – Méthodes d'essai des dépôts électrolytiques d'or et d'alliages d'or – Partie 3 : Détermination électrographique de la porosité

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4524 décrit cinq essais électrographiques pour déterminer la porosité des dépôts électrolytiques d'or et d'alliages d'or pour utilisation dans l'industrie, la décoration et la protection.

2 Essai au papier imprégné de sulfure de cadmium

2.1 Application

Cette méthode convient à l'analyse des dépôts d'or sur du cuivre.

2.2 Matériaux

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

2.2.1 Papier au sulfure de cadmium.

Utiliser un papier filtre ou un papier duplicateur de résistance suffisante une fois mouillé, et d'une texture permettant l'obtention d'électrogrammes nets et uniformes. Tremper le papier durant 10 min dans une solution fraîche de chlorure de cadmium hémipentahydraté ($\text{CdCl}_2 \cdot 5/2 \text{H}_2\text{O}$) à 10 % (*m/m*) contenant 0,1 % (*V/V*) d'acide chlorhydrique (HCl) (1,16 g/ml $\leq \rho \leq$ 1,18 g/ml). Enlever l'excès de solution avec du papier buvard.

Laisser sécher partiellement le papier, puis l'immerger durant 30 s dans une solution fraîche de sulfure de sodium à 50 g/l; le papier doit en ressortir d'une couleur jaune uniforme [qui indique la précipitation complète du sulfure de cadmium (CdS)]. Laver alors le papier à l'eau courante durant environ 1 h, puis le suspendre pour laisser sécher.

2.2.2 Papier buvard imbibé.

Tremper dans de l'eau un papier buvard blanc de bonne qualité et le faire sécher jusqu'à ce qu'on puisse l'utiliser pour faire des électrogrammes bien nets.

2.3 Mode opératoire

Brosser légèrement le dépôt électrolytique pour enlever poussières et débris, puis le dégraisser à la vapeur de trichloro-1,1,1 éthane ou dans un autre solvant approprié.

Placer un morceau de papier imprégné de sulfure de cadmium (2.2.1) sur l'échantillon revêtu (qui joue le rôle d'anode). Placer, sur l'autre face du papier au sulfure de cadmium, un morceau de papier buvard imbibé d'eau (2.2.2) puis une plaque d'aluminium ou d'acier inoxydable propre et d'une grande pureté (qui joue le rôle de cathode). Serrer le tout de manière à avoir une pression uniforme et comprise entre 1,4 et 1,7 MPa entre le papier au sulfure de cadmium et l'échantillon. Pendant la compression, faire passer un courant fourni par une source de tension continue et sans ondulation ne dépassant pas 12 V. Fixer la densité initiale de courant à 7,5 mA par centimètre carré de surface de l'anode et faire passer le courant durant 30 s.

Laisser sécher l'électrogramme produit sur le papier au sulfure de cadmium. La présence de défauts éventuels du dépôt électrolytique est révélée par une tache brune correspondante sur le papier.

NOTE – Si la tache obtenue avec cet essai est complètement noire, c'est que, soit la densité de courant, soit la teneur en électrolyte des papiers étaient trop élevées.

3 Essai au papier imprégné de nioxime

3.1 Application

Cette méthode convient à l'analyse des dépôts d'or sur des sous-couches de nickel ou d'alliage étain-nickel.

3.2 Matériaux

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

Papier au nioxime.

Faire tremper durant 10 min un papier filtre ou duplicateur dans une solution aqueuse de nioxime (cyclohexane-1,2-dione dioxime) à 8 g/l.

Enlever l'excès de solution avec du papier buvard et suspendre pour laisser sécher.

3.3 Mode opératoire

Brosser légèrement le dépôt électrolytique pour enlever les poussières et débris, puis le dégraisser à la vapeur de trichloro-1,1,1 éthane ou dans un autre solvant approprié.

Imbiber d'eau un morceau de papier au nioxime (3.2). Enlever l'excès d'eau avec du papier buvard. Placer le papier au nioxime traité sur l'échantillon revêtu (qui joue le rôle d'anode). Placer, sur l'autre face du papier au nioxime, un morceau de papier buvard imbibé d'eau (2.2.2) puis une plaque d'aluminium ou d'acier inoxydable propre et de grande pureté (qui joue le rôle de cathode). Serrer le tout de manière à avoir une pression uniforme comprise entre 1,4 et 1,7 MPa entre le papier au nioxime et l'échantillon. Pendant la compression, faire passer un courant fourni par une source de tension continue et sans ondulation ne dépassant pas 12 V. Fixer la densité initiale de courant à 7,5 mA par centimètre carré de surface de l'anode et faire passer le courant durant 30 s.

Exposer aux vapeurs d'ammoniaque l'électrogramme produit sur le papier imprégné de nioxime et laisser sécher. La présence de défauts éventuels sur le dépôt électrolytique est révélée par des taches roses correspondantes sur le papier. Pour les revêtements déposés sur support de cuivre, les défauts dans les sous-couches de nickel ou d'alliage étain-nickel sont révélés par des taches vertes.

4 Essai 1 au papier colorant (variante à l'essai décrit dans le chapitre 2)

4.1 Matériaux

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

Papier colorant.

Tremper un morceau de papier colorant durant 30 min dans une solution préparée extemporanément contenant, par litre, 0,01 mol de chlorure de sodium (NaCl) et 0,01 mol de carbonate de sodium (Na_2CO_3), obtenue par mise en solution de 0,58 g de chlorure de sodium et 1,06 g de carbonate de sodium anhydre dans 1 l d'eau. Enlever l'excès de solution avec du papier buvard.

NOTE — Le papier colorant est disponible chez certains fournisseurs de matériels photographiques.

4.2 Mode opératoire

Brosser légèrement le dépôt électrolytique pour enlever poussières et débris, puis le dégraisser à la vapeur de trichloro-1,1,1 éthane ou dans un autre solvant approprié.

Placer un morceau de papier colorant (4.1) côté émulsion sur l'échantillon revêtu (qui joue le rôle d'anode), puis une plaque d'aluminium ou d'acier inoxydable propre et d'une grande pureté (qui joue le rôle de cathode). Serrer le tout de manière à avoir une pression uniforme et comprise entre 1,4 et 1,7 MPa entre le papier colorant et l'échantillon. Pendant la compression, appliquer durant 30 s une différence de potentiel continue de 4 V. Enlever le papier colorant et le développer durant 30 s

dans une solution éthanolique saturée de dithio-oxamide (dissoudre 0,25 g de dithio-oxamide dans 100 ml d'éthanol par chauffage doux; filtrer si nécessaire avant l'emploi lorsque la solution est froide).

Laver l'électrogramme ainsi obtenu dans de l'eau courante froide et laisser sécher. La présence de défauts éventuels sur le dépôt électrolytique est révélée par une tache foncée vert olive correspondante sur le papier.

Il est essentiel que les papiers d'essai utilisés soient rincés à l'eau chaude et soigneusement séchés en fin d'essai.

NOTE — Il est conseillé d'employer des pinces pour plonger le papier dans la solution de dithio-oxamide qui peut tacher les doigts d'une couleur noire persistante.

5 Essai 2 au papier colorant (variante à l'essai décrit dans le chapitre 3)

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

Suivre le mode opératoire décrit dans le chapitre 4, mais à une exception près : utiliser une solution révélatrice consistant en une solution éthanolique de nioxime (cyclohexane-1,2-dione dioxime) à 0,5 % (m/m).

La présence de défauts éventuels sur le revêtement est révélée par des taches roses correspondantes sur le papier. Pour les revêtements déposés sur support de cuivre, les défauts dans les sous-couches de nickel ou d'alliage étain-nickel sont révélés par des taches vertes.

Il est essentiel que les papiers d'essai utilisés soient rincés à l'eau chaude et soigneusement séchés en fin d'essai.

NOTES (relatives aux essais décrits dans les chapitres 2 à 5).

1 Les essais décrits dans les chapitres 2 et 3 ne demandent pas l'emploi d'un électrolyte et se fondent sur les réactions ioniques entre le papier d'essai et le papier support produisant une conductivité. Dans certains cas, il peut s'avérer nécessaire de plonger les papiers d'essai dans une solution d'électrolyte convenable, par exemple, pour l'essai 1 (voir chapitre 4), une solution de nitrate de sodium, $c(\text{NaNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

2 Les essais décrits dans les chapitres 4 et 5 sont plus sensibles que ceux décrits dans les chapitres 2 et 3 et permettent donc une détection plus facile de la microporosité.

6 Essai électrographique à la pellicule de gélatine

6.1 Principe

Détermination de la porosité de revêtements métalliques différents déposés sur des métaux de base différents ou sur des couches métalliques intermédiaires différentes à l'aide d'un procédé d'électrolyse, avec un électrolyte épaissi à la gélatine contenant un indicateur approprié, avec lequel les ions du métal de base forment des produits de réaction colorés.

La méthode peut être considérée comme une variante à l'électrographie qui utilise un papier trempé dans une solution d'essai spéciale. Comparée à l'électrographie, elle présente certains avantages : elle peut être utilisée également pour des surfaces courbes, et l'on n'a pas le même étalement des taches colorées au-dessus des pores.

6.2 Réactifs

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

6.2.1 Gélatine.

Préparer une solution aqueuse de gélatine à 10 % (m/m) à 60 °C, en agitant avec soin de façon à ne pas laisser entrer d'air dans la solution.

Conserver la solution de gélatine au froid quand on ne l'utilise pas.

6.2.2 Solution d'électrolyte.

Préparer cette solution en mélangeant 20 ml de solution d'ammonique ($\rho = 0,88$ g/ml) avec 80 ml d'eau.

6.2.3 Diméthylglyoxime, solution d'indicateur.

Préparer une solution éthanolique saturée de diméthylglyoxime.

6.3 Solution pour essai

Mélanger, sous agitation, 35 ml de la solution d'électrolyte (6.2.2) et 20 ml de la solution d'indicateur (6.2.3) avec 950 g de la solution de gélatine entre 27 et 30 °C, en prenant soin d'éviter un entraînement d'air. Verser le mélange dans le bac d'électrolyse et laisser refroidir jusqu'à la température de travail (22 à 23 °C).

NOTE — Étant donné la qualité variable de la gélatine, on ne peut pas indiquer de température exacte de travail. La température indiquée convient néanmoins pour l'essai si la tôle plongée dans la solution conserve lorsqu'on l'en enlève une pellicule de 1 mm d'épaisseur.

6.4 Appareillage

6.4.1 Bain-marie, équipé d'un thermostat pour contrôle indirect de la température de la solution d'essai.

6.4.2 Agitateur.

6.4.3 Bac intérieur, pour électrolyse dans la solution d'essai. Le bac doit être en verre ou en acier résistant aux acides. Les électrodes (cathodes) doivent être en platine ou en or et avoir au moins la même surface que la pièce à soumettre à l'essai (anode). Les cathodes doivent être placées de chaque côté du bac d'essai et isolées de celui-ci. La distance entre l'anode et chacune des cathodes doit être d'environ 50 mm.

6.4.4 Redresseur ou accumulateur.

6.5 Mode opératoire

6.5.1 Électrolyse

Immerger l'échantillon dans la solution pour essai (6.3) entre les électrodes. Avant l'immersion, masquer les parties de l'échantillon qui ne sont pas revêtues. On peut, en variante, immerger seulement les parties de l'échantillon qui sont revêtues du métal à contrôler.

Brancher l'échantillon comme anode. Effectuer l'électrolyse durant 20 s à une densité de courant de 1,0 mA/cm².

6.5.2 Séchage

Lorsque l'échantillon a été retiré de l'électrolyte, laisser sécher la pellicule de gélatine à température ambiante durant environ 30 min ou, en accéléré, durant environ 15 min à température ambiante dans un courant d'air. Maintenir l'échantillon en position horizontale.

6.5.3 Évaluation

Examiner la surface pour détecter les pores. Les pores du revêtement apparaissent comme les points colorés ayant souvent un point central plus marqué d'un diamètre de 0,2 mm.

La couleur des taches dépend de la nature du métal de base et/ou de la sous-couche sur laquelle l'or ou l'alliage d'or a été déposé, rouge avec rouge foncé au centre pour le nickel, vert avec vert foncé au centre pour le cuivre ou les alliages de cuivre.

NOTE — Quand on a appliqué une sous-couche de nickel sur du cuivre ou un alliage de cuivre comme métal de base, des taches vertes avec un centre vert foncé indiquent que la porosité s'étend jusqu'au métal de base.

6.6 Expression des résultats

Exprimer la porosité sous la forme x pores/cm².

7 Procès-verbal d'essai

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

- la référence de la présente partie de l'ISO 4524, y compris l'identification de la méthode particulière utilisée;
- le (ou les) résultat(s) de l'essai (ou des essais) effectués, ainsi que la forme sous laquelle il est (ou ils sont) exprimé(s);
- tout fait anormal noté au cours de la détermination;
- toute opération non prévue dans la présente partie de l'ISO 4524;
- toute autre information demandée par le client.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4524-3:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c21a4d1-16ea-4a29-a0cc-badfd1ab42ad/iso-4524-3-1985>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4524-3:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c21a4d1-16ea-4a29-a0cc-badfd1ab42ad/iso-4524-3-1985>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4524-3:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c21a4d1-16ea-4a29-a0cc-badfd1ab42ad/iso-4524-3-1985>